



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Tecnológico Nacional de México Campus Querétaro

***EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DEL PROCESO DE TEMPLE
DE UN ACERO 4140R, VARIANDO LAS CONDICIONES DE
AGITACIÓN, TIEMPO DE USO Y CONCENTRACIÓN DE
NANOPARTÍCULAS DE UN ACEITE DE USO INDUSTRIAL***

TESIS

Que para obtener el Grado de:

MAESTRO EN INGENIERÍA

presenta:

I.Q. URIEL MERARI GONZÁLEZ CARDONA

Dirigida por:

Director: Dra. Esperanza Rodríguez Morales

Co-Director: Dr. José Julián III Montes Rodríguez

Asesor: Dr. Óscar Gómez Guzmán

OCTUBRE, 2022

Querétaro, Qro. **30/agosto/2022**
OFICIO No. DEPIN/231/2022

GONZALEZ CARDONA URIEL MERARI
ESTUDIANTE
MAESTRÍA EN INGENIERÍA
PRESENTE

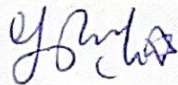
De acuerdo con el Reglamento para Exámenes Profesionales de la Dirección General de Educación Superior Tecnológica, se le autoriza la impresión de la Tesis, para obtener el Grado de MAESTRÍA EN INGENIERÍA, titulada:

**"EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DEL PROCESO DE TEMPLE DE UN ACERO 4140R,
VARIANDO LAS CONDICIONES DE AGITACIÓN, TIEMPO DE USO Y CONCENTRACIÓN DE
NANOPARTÍCULAS DE UN ACEITE DE USO INDUSTRIAL"**

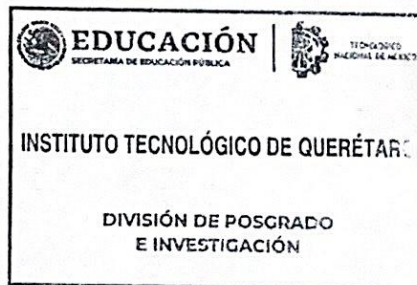
Para el correspondiente Examen de Grado.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica
"La tierra será, como sean los hombres"



GABRIELA PINEDA CHACÓN
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



ccp. Coordinación de Maestría
Archivo

YJF*




A QUIEN CORRESPONDA:

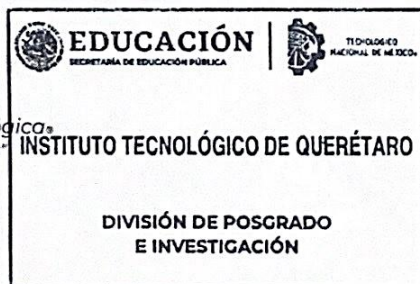
Por medio de la presente se hace constar que el trabajo de tesis con título: **"EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DEL PROCESO DE TEMPLE DE UN ACERO 4140R, VARIANDO LAS CONDICIONES DE AGITACIÓN, TIEMPO DE USO Y CONCENTRACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE UN ACEITE DE USO INDUSTRIAL"**; ha sido revisado por medio de la herramienta de software TURNITIN, cuyo resultado se anexa a la presente y **no se ha encontrado evidencias de plagio en su realización**. El autor de dicho trabajo, estudiante de **Maestría en Ingeniería, GONZALEZ CARDONA URIEL MERARI**, es el responsable de la autenticidad y originalidad del mismo y; manifiesta que para su desarrollo ha utilizado diversas citas para su soporte, mismas que han sido marcadas a lo largo del mismo y listadas al final como **REFERENCIAS bibliográficas**.

Se extiende la presente para la continuación del proceso de obtención del grado de Maestría en Ingeniería, y a petición del interesado.

ATENTAMENTE

*Excelencia en Educación Tecnológica
"la tierra será como sean los hombres"*





GABRIELA PINEDA CHACÓN
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.c.p. Coordinación de maestría
Archivo

YJF*



Av. Tecnológico s/n esq. Mariano Escobedo, Col. Centro, C.P.76000, Querétaro, Querétaro.

Plantel Centro tel. 01(442) 2274400 ext. 4421 y Plantel Norte tel. 01(442) 2435554

e-mail: depin@queretaro.tecnm.mx



2022 Flores
Año de Magón
PRACCIÓN ES LA BUENAS RELACIONES

Santiago de Querétaro, Qro. a 6 de octubre de 2022.

El que suscribe, egresado de la Maestría en Ingeniería; de manera libre y voluntaria autorizo al Centro de Información del Tecnológico Nacional de México Campus Querétaro a difundir la obra de mi autoría con el Título del trabajo EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DEL PROCESO DE TEMPLE DE UN ACERO 4140R, VARIANDO LAS CONDICIONES DE AGITACIÓN, TIEMPO DE USO Y CONCENTRACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE UN ACEITE DE USO INDUSTRIAL Para fines académicos, científicos y tecnológicos, mediante formato CD-ROM o digital, desde Internet, Intranet y en general cualquier formato conocido o por conocer.

Dicha obra estará disponible al estudiantado de esta Institución a partir del mes de octubre, fecha en la cual se puede difundir la obra.

Postulante: Uriel Merari González Cardona


No. de Control: M20141285

Correo electrónico: uriel.gonzalez.cardona@gmail.com

Título de la obra: Evaluación del Desempeño del Proceso de Temple de un Acero 4140R, Variando las Condiciones de Agitación, Tiempo de Uso y Concentración de Nanopartículas de un Aceite de Uso Industrial.

Área del conocimiento: Desarrollo de fluidos para tratamientos térmicos.

Palabras clave de la obra: nanofluidos, alúmina, temple de acero, microestructura, dureza.


Uriel Merari González Cardona

NOMBRE Y FIRMA

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS.....	4
ÍNDICE DE TABLAS	9
ACRÓNIMOS	11
AGRADECIMIENTOS	12
DEDICATORIAS	13
RESUMEN.....	14
ABSTRACT	15
INTRODUCCIÓN.....	16
CAPÍTULO I	19
MARCO TEÓRICO	19
1.1 Acero	19
1.1.1 Definición	19
1.1.2 Clasificación de los aceros	19
1.1.3 Fases del acero	20
1.1.4 Diagrama de fases Fe-C	21
1.2 Tratamientos térmicos.....	23
1.2.1 Definición	23
1.2.2 Etapas del tratamiento térmico.....	23
1.2.3 Diagramas TTT	23
1.3 Temple.....	25
1.3.1 Definición	25
1.3.2 Consideraciones importantes.....	25

1.3.3 Etapas del temple	26
1.4 Nanofluidos	28
1.4.1 Introducción	28
1.4.2 Definición	28
1.4.3 Propiedades	29
1.4.4 Métodos de preparación.....	30
1.4.5 Factores que influyen la mejora en la transferencia de calor	31
1.4.6 Métodos para mejorar la estabilidad de los Nanofluidos.....	32
1.5 Antecedentes	33
CAPÍTULO II	38
MARCO METODOLÓGICO.....	38
2.1 Definición de variables	38
2.2 Materiales	40
2.2.1 Nanopartículas.....	40
2.2.2 Acero	41
2.2.3 Fluido de temple	42
2.2.4 Surfactante	42
2.3 Diseño metodológico.....	42
2.3.1 Preparación de las probetas	42
2.3.2 Preparación de nanofluidos	42
2.3.3 Prueba de estabilidad de los nanofluidos.....	44
2.3.4 Pruebas reológicas.....	44
2.3.5 Pruebas de temple	46
2.3.6 Prueba de dureza	47

2.3.7 Análisis de microestructura	48
CAPÍTULO III	50
EXPERIMENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	50
3.1 Caracterización del aceite térmico	50
3.2 Caracterización de los nanofluidos	55
3.2.1 Caracterización de las nanopartículas	55
3.2.2 Inspección visual de nanofluidos	55
3.2.3 Pruebas reológicas de nanofluidos.....	61
3.3 Caracterización de probetas templadas.....	74
3.3.1 Pruebas de dureza para piezas templadas con aceite	74
3.3.2 Pruebas de dureza para piezas templadas con nanofluidos	78
3.3.3 Análisis cualitativo de la microestructura.....	88
CONCLUSIONES	96
Conclusión general.....	96
Conclusiones particulares	96
Recomendaciones	98
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Estructuras cristalinas: a) BCC, b) FCC y c) BTC (Díaz, 2015).....	19
Figura 1.2 Diagrama de fases hierro – carbono (Tratamiento de los metales, 2015).	22
Figura 1.3 Diagrama TTT para un acero 0.80% <i>m</i> C (Groover, 2007).....	24
Figura 1.4 Temperatura M_s y M_f en función del contenido de carbono (Márquez, 2012).	27
Figura 1.5 Microscopía TEM de nanopartículas de γ - Al_2O_3 (tomada de García-Salas, 2019).	37
Figura 2.1 Diagrama de flujo del proceso experimental.....	38
Figura 2.2 Microscopía TEM de nanopartículas de óxido de aluminio (Sigma-Aldrich, s.f.).....	41
Figura 2.3 Probeta de acero 4140R.....	42
Figura 2.4 Baño ultrasónico AutoScience AS10200B.	43
Figura 2.5 Reómetro Brookfield modelo DV-III Ultra.	45
Figura 2.6 Regulador de temperatura LabTech LCB-11D.	45
Figura 2.7 Mufla Felisa FE-340.....	46
Figura 2.8 Sistema experimental para pruebas de temple.....	47
Figura 2.9 Probetas montadas, desbastadas y pulidas.	48
Figura 2.10 Pulidora Buehler MetaServ 250.....	49
Figura 2.11 Microscopio óptico Nikon Eclipse LV100ND.....	49
Figura 3.1 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para aceite nuevo a 27 y 70°C.	52
Figura 3.2 Comparación de viscosidad vs razón de deformación para aceite nuevo a 27 y 70°C.	52

Figura 3.3 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 27°C.....	53
Figura 3.4 Comparativa de viscosidad vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 27°C.....	53
Figura 3.5 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 70°C.....	54
Figura 3.6 Comparativa de viscosidad vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 70°C.....	54
Figura 3.7 Seguimiento visual nanofluido con aceite nuevo al 1.0%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 7, 12 y 105 días después.....	56
Figura 3.8 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite nuevo al 1.0%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 7 y 12 días después.....	56
Figura 3.9 Seguimiento visual nanofluido con aceite nuevo al 0.5%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5, 7 y 100 días después.....	57
Figura 3.10 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite nuevo al 0.5%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5 y 7 días después.....	57
Figura 3.11 Seguimiento visual nanofluido con aceite nuevo al 0.25%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3, 7 y 90 días después.....	58
Figura 3.12 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite nuevo al 0.25%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3 y 7 días después.....	58
Figura 3.13 Comparación de nivel de sedimentación para nanofluidos con aceite nuevo al 1.0%m, 0.5%m y 0.25%m de alúmina a 90 días de su preparación.	59
Figura 3.14 Seguimiento visual nanofluido con aceite usado al 0.5%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3, 8 y 90 días después.....	59
Figura 3.15 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite usado al 0.5%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3, y 8 días después.....	60
Figura 3.16 Seguimiento visual nanofluido con aceite usado al 0.25%m de Al₂O₃, 0.1%m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5, 7 y 90 días después.....	60

Figura 3.17 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite usado al 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5, y 7 días después.....	60
Figura 3.18 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para nanofluidos a base de aceite nuevo y usado con 0.5%_m Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.	62
Figura 3.19 Comparación de viscosidad vs razón de deformación para nanofluidos a base de aceite nuevo y usado con 0.5%_m Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.	62
Figura 3.20 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo al 1.0%_m de Al₂O₃ y 70°C	64
Figura 3.21 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo al 0.5%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80 y 70°C.....	65
Figura 3.22 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo al 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.....	66
Figura 3.23 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.....	67
Figura 3.24 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80 y 70°C.....	68
Figura 3.25 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%_m de Al₂O₃, sin surfactante y 70°C.	70
Figura 3.26 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%_m de Al₂O₃, 0.5%_m de S80 y 70°C.....	71
Figura 3.28 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%_m de Al₂O₃, 0.5%_m de S80 y 30°C.....	73
Figura 3.29 Perfil de dureza de probetas sin tratamiento térmico.	74
Figura 3.30 Perfiles de dureza para probetas templadas en aceite nuevo a 350 y 1200 rpm.....	76
Figura 3.31 Perfiles de dureza para probetas templadas en aceite nuevo, usado y mezcla al 50%_v a 350 rpm.....	76

Figura 3.32 Perfiles de dureza para probetas templadas en aceite 50-50% a 350 y 1200 rpm.....	77
Figura 3.33 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos al 0.25%_m, 0.5%_m y 1.0%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.....	79
Figura 3.34 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite nuevo y usado al 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.	80
Figura 3.35 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con aceite nuevo, usado y nanofluido a base de aceite usado al 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.....	81
Figura 3.36 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.25%_m y 0.5%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.	82
Figura 3.37 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.5%_m de Al₂O₃, 1200 rpm, 70°C a diferentes concentraciones de S80.....	82
Figura 3.38 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.5%_m de Al₂O₃, 1200 rpm, 30°C a diferentes concentraciones de S80.....	83
Figura 3.39 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.5%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm, a diferentes temperaturas.	84
Figura 3.40 Valores de dureza máxima para cada tipo de fluido.....	85
Figura 3.41 Comparación de dureza promedio, desviación estándar mínima y máxima para todos los fluidos empleados.	86
Figura 3.42 Microestructura acero 4140R sin templar.	89
Figura 3.43 Microestructura típica ferrita-perlita para acero 0.25%C (Metals Handbook, 1998).	89

Figura 3.44 Microestructura típica de listones de martensita (Metals Handbook, 1998).	90
Figura 3.45 Microestructura probeta templada en aceite nuevo a 1200 rpm.....	90
Figura 3.46 Microestructura probeta templada en aceite usado a 1200 rpm.....	91
Figura 3.47 Microestructura martensita/austenita retenida acero 4140 (Chuaiphan, 2013).	91
Figura 3.48 Microestructura probeta templada con fluido Nf U2.....	92
Figura 3.49 Microestructura probeta templada con fluido Nf U4.....	93
Figura 3.50 Micrografía SEM probeta templada con fluido U1200.	93
Figura 3.51 Micrografía SEM probeta templada con fluido Nf U2.....	94
Figura 3.52 Micrografía SEM probeta templada con fluido Nf U1.....	94

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Fases y microconstituyentes del acero (adaptado de ASM Handbook 9, 2004).	20
Tabla 1.2 Conductividad térmica de diferentes fluidos (Rubbi, 2021).....	29
Tabla 1.3 Conductividad térmica de diferentes nanopartículas (Metha, 2021).....	30
Tabla 1.4 Investigaciones sobre nanofluidos para temple.	36
Tabla 2.1 Variables experimentales.....	39
Tabla 2.2 Combinación de variables para pruebas con fluido base sin nanopartículas.	39
Tabla 2.3 Combinación de variables para pruebas con nanofluidos.	40
Tabla 2.4 Composición química del acero 4140 (OTAI, s.f.).....	41
Tabla 2.5 Propiedades del acero 4140 (Cardarelli, 2008).	41
Tabla 3.1 Nomenclatura de los diferentes fluidos empleados.....	50
Tabla 3.2 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para aceite nuevo, usado y mezcla a 27°C.	51
Tabla 3.3 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para aceite nuevo, usado y mezcla a 70°C.	51
Tabla 3.4 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para nanofluidos a base de aceite nuevo a diferentes concentraciones de alúmina y 70°C.....	61
Tabla 3.5 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para nanofluidos a base de aceite usado a diferentes concentraciones de alúmina y 70°C.....	61
Tabla 3.6 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo con 1.0%<i>m</i> de Al₂O₃, 0.1%<i>m</i> de S80 y 70°C.....	63
Tabla 3.7 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo con 0.5%<i>m</i> de Al₂O₃, 0.1%<i>m</i> de S80 y 70°C.....	64

Tabla 3.8 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo con 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.	65
Tabla 3.9 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.	66
Tabla 3.10 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 70°C.	67
Tabla 3.11 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%_m de Al₂O₃, sin S80 y 70°C.	69
Tabla 3.12 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%_m de Al₂O₃, 0.5%_m de S80 y 70°C.	71
Tabla 3.13 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%_m de Al₂O₃, 0.1%_m de S80 y 30°C.	72
Tabla 3.14 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%_m de Al₂O₃, 0.5%_m de S80 y 30°C.	73
Tabla 3.15 Aumento porcentual de la viscosidad en función del tiempo.	74
Tabla 3.16 Valores de dureza promedio y desviación estandar para fluido base sin nanopartículas a diferentes posiciones.	75
Tabla 3.17 Perfiles de dureza promedio y desviación estandar para nanofluidos a base de aceite nuevo a 0.25%_m, 0.5%_m y 1.0%_m de alúmina.	78
Tabla 3.18 Valores de dureza promedio y desviación estandar para nanofluidos a base de aceite usado a diferentes posiciones.	80
Tabla 3.19 Valores de dureza máxima, dureza promedio, desviación estandar mínima y máxima para todos los fluidos empleados.	84
Tabla 3.20 Valores de dureza promedio, desviación estandar y tamaño de muestra para todos los fluidos preparados.	87
Tabla 3.21 Resultados de las pruebas de hipótesis.	87

ACRÓNIMOS

M_s.	Temperatura inicial de formación martensítica.
M_f.	Temperatura final de formación martensítica.
BCC.	Estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo.
FCC.	Estructura cristalina cúbica centrada en las caras.
BTC.	Estructura cristalina tetragonal centrada en el cuerpo.
CRMO.	Cromo-molibdeno.
Chromoly.	Aleación de acero al cromo-molibdeno.
TTT.	Tiempo temperatura transformación.
TI.	Transformación isotérmica.
CNT.	Nanotubo de carbono.
MWCNT.	Nanotubo de carbono multipared.
GON.	Nanohoja de óxido de grafeno.
UV-vis.	Ultravioleta-visible.
HV.	Dureza Vickers.
SDBS.	Dodecibenceno sulfonato sódico.
TEM.	Microscopía de transmisión electrónica.
Nital.	Solución ácido nítrico-etanol.
Np's.	Nanopartículas.
Nf's.	Nanofluidos.
S80.	Span 80®.
D.V.I.	Incremento en viscosidad dinámica.

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo económico otorgado para la realización de esta Maestría.

Al Tecnológico Nacional de México Campus Querétaro, por la oportunidad brindada para la continuación de mis estudios de Posgrado.

Al departamento de Maestría en Ingeniería, al profesorado y personal administrativo por todas las facilidades y apoyo otorgado durante mis estudios.

A la Dra. Esperanza Rodríguez Morales, mi directora de tesis por su tiempo y soporte para poder culminar esta investigación.

Al Dr. José Julián Montes, co-director del proyecto, por sus asesorías y ensuciarse las manos (literalmente) para sacar adelante esta investigación.

Al Dr. Óscar Gómez y la Mtra. Alicia Prieto, mi asesor y tutora respectivamente, por el soporte dado a este proyecto.

A la Dra. Martha Elva Pérez Ramos, por asesorarme en la preparación de muestras metalográficas y las técnicas de caracterización de estas y por todos sus consejos.

Al CIDESI, Qro., por su apoyo en la realización de las pruebas de dureza y al CENAM, Qro., por su apoyo en la toma de las micrografías SEM de las probetas templadas.

Al ingeniero Francisco Guaní Olalde de CROWN Industrias Montacargas, Querétaro, por permitirnos colaborar con ustedes y el material proporcionado para el proyecto.

Al ingeniero Héctor Alejandro Hernández Ramírez de ITP Aero, Querétaro, por permitirme realizar las pruebas de dureza en su laboratorio y por compartir su experiencia conmigo.

A Jesús y Juan Carlos del laboratorio de materiales por su ayuda en la operación de los equipos y las facilidades otorgadas en el laboratorio.

DEDICATORIAS

A Dios, por darme la oportunidad de seguirme preparando y por la fuerza para poder concluir satisfactoriamente esta etapa de mi vida.

A mi esposa Sara y mis hijos Josué y Josías, por todo su amor y su paciencia hacia mi persona para poder llevar a buen término este proyecto, esto no hubiera sido posible sin su apoyo, los amo.

A mis padres, Juan y Raquel, sin ustedes sencillamente no estaría aquí, gracias por todo.

RESUMEN

El temple de acero es uno de los procesos de tratamiento térmico más importantes, ya que permite aumentar la dureza y la resistencia mecánica del material para su uso en diversas aplicaciones ingenieriles, sin embargo, la efectividad del proceso de temple depende en gran medida de la capacidad del medio de temple para la extracción de calor de las piezas a alta temperatura. En el caso del acero, si el medio de temple no cumple con las exigencias del proceso, se obtienen mayores concentraciones de austenita retenida, que puede generar mayores esfuerzos internos en las piezas, que conllevan el riesgo de fallas y fracturas indeseables en el material, además, el uso del fluido por largos periodos de tiempo disminuye su efectividad, lo que incide directamente sobre la calidad del material tratado.

Con base en lo anterior, el objetivo principal de esta investigación es optimizar el desempeño de un proceso de temple, mejorando la capacidad del fluido base para la transferencia de calor, por lo cual, el proyecto se enfocó en estudiar la influencia de diferentes variables sobre la efectividad del medio de temple, como el tiempo de uso del aceite Termoil 79®, la velocidad de agitación de la tina de temple y la adición de nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, adicionalmente, se estudió el efecto del surfactante Span 80® y la temperatura de operación. Los fluidos de temple empleados fueron, aceite térmico y nanofluidos aceite/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, caracterizados por inspección visual y pruebas reológicas. El material templado fue un acero 4140R, el cual se caracterizó mediante pruebas de microdureza y microestructura. Con los resultados obtenidos fue posible identificar qué fluidos generan los valores de dureza más altos y las microestructuras más uniformes, encontrando que, el aceite nuevo es el que propicia los mejores resultados de dureza (627.52 HV), sin embargo, a pesar de que ninguno de los nanofluidos superó los resultados del fluido base en condición de nuevo, los nanofluidos preparados con aceite usado, mejoran los resultados obtenidos usando aceite usado sin nanopartículas (579.17 HV) en un 6.43%, lo que los convierte en una potencial alternativa cuando el aceite está muy desgastado.

Palabras clave: *Nanofluidos; Alúmina; Temple; Microestructura; Dureza.*

ABSTRACT

Steel quenching is one of the most important heat treatment processes, since it allows to increase the hardness and mechanical resistance of materials to be used in various engineering applications, however, the effectiveness of the quenching process is highly dependent on the quenching medium's ability to heat extraction from high-temperature parts. In the case of steels, if the quenching medium does not meet the requirements of the process, higher concentrations of retained austenite are obtained, which can generates high internal stress in the pieces, which carry the risk of failure and undesirable fractures in the material, in addition, the use of the fluid for long periods of time leads to its degradation and a decrease of its thermal properties, which directly affects the quality of the treated parts.

Based on it, the main objective of this research is to optimize the performance of a quenching process, improving the capacity of base fluid for heat transfer, whereby, this project is focused on studying the influence of different variables on the effectiveness of quenching medium, such as time of use of Termoil 79® oil, the stirring rate of the quenching bath and the addition of γ - Al_2O_3 nanoparticles, additionally, the effect of surfactant Span 80® and operating temperature were studied. The quenching fluids used on experimentation were thermal oil and oil- γ - Al_2O_3 nanofluids, characterized by visual inspection and rheological tests. The quenched material was AISI 4140R Steel, which was characterized by microhardness and microstructure tests. With the obtained results, it was possible to identify which fluids generates the highest hardness values and the most uniform microstructures, finding that new oil without nanoparticles is the one that provides the best hardness results (627.52 HV). However, even though none of the nanofluids outperformed the results of base fluid in new condition, nanofluids prepared with used oil, improve the results obtained using used oil without nanoparticles (579.17 HV) by 6.43%, which make them a potential alternative when the oil is very wasted.

Keywords: Nanofluids; Alumina; Quenching; Microstructure; Hardness.

INTRODUCCIÓN

El acero es una de las aleaciones metálicas más importantes y ampliamente usadas, con una producción anual reportada para 2021 de 1951 millones de toneladas a nivel mundial (World Steel Association, 2022), contra los 189 millones de toneladas producidas en 1950 y se estima que para 2050 su uso aumente 1.5 veces la demanda actual para poder satisfacer las necesidades que el crecimiento poblacional genere (World Steel Association, 2019). México por su parte, ocupa el lugar número 15 en el ranking mundial de productores de acero, con un total de 18.5 millones de toneladas en 2021, y el consumo nacional de acero crudo en el año 2020 fue de 24.2 millones de toneladas (CANACERO, 2021).

Esta gran cantidad de material debe ser procesado mediante tratamientos térmicos para la obtención de propiedades mecánicas específicas para su uso final. Uno de los procesos más importantes dentro de la industria de los tratamientos térmicos es el temple por inmersión, el cual consiste en un rápido enfriamiento de piezas metálicas a altas temperaturas al sumergirlas en un fluido, denominado medio de temple (Babu, 2017). Gran parte del éxito de un proceso de temple depende de las características de transferencia de calor del medio de temple, ya que contribuye a producir la distribución de propiedades deseada, como una microestructura aceptable o reducir los esfuerzos residuales y así evitar fracturas en el material con el objetivo de mejorar el desempeño que tendrá una pieza específica dentro de una máquina, razón por la cual es de suma importancia elegir el mejor medio de temple y las condiciones apropiadas para el proceso, pues contribuye a propiciar óptimos resultados (Ramesh, 2011, Mahiswara, 2018).

Para el caso del temple de acero, se pueden presentar diferentes fases cristalinas (ferrita, cementita, austenita, martensita); dependiendo de las características que buscamos (dureza, tenacidad, maleabilidad, ductilidad, etc.), cierta fase o combinación de ellas puede propiciar u omitir estas características. Se sabe que la austenita es la fase normal del acero a altas temperaturas (la cual es blanda), pero, si las aplicaciones de la pieza requieren características como elevada resistencia al desgaste por rozamiento, alto límite elástico o resistencia a la fatiga, al temprar el acero es necesario que la austenita sea transformada en martensita, que es dura y resistente.

Ahora bien, cuando el acero no es enfriado hasta la temperatura final de formación de martensita (M_f) o cuando el enfriamiento no es uniforme en toda la superficie del metal, la austenita retenida se presenta. Esta austenita que no es transformada en martensita puede generar problemas estructurales cuando existe en porcentajes elevados, debido a que es una fase metaestable a temperatura ambiente, esto implica que, en cualquier momento, producto de cambios de temperatura o esfuerzos sobre el material, puede transformarse en martensita, implicando un cambio de volumen que puede propiciar agrietamientos y fallas estructurales (Herring, 2005).

Para que esto no suceda, es necesario que la velocidad de enfriamiento sea lo suficientemente alta para evitar la formación de otras fases o la permanencia de la austenita, para lo cual la capacidad de transferencia de calor del medio es de suma importancia, sin embargo, con los fluidos tradicionales de enfriamiento (agua, aire, salmuera, aceites, keroseno, etilenglicol), no siempre es posible reducir la temperatura hasta el punto deseado en el tiempo necesario (Angayarkanni, 2015; Raja, 2016). Partiendo de esto, se sabe que el agua es la portadora de la mayor conductividad térmica entre los fluidos de temple, con un valor de 0.6 W/mK a temperatura ambiente (Lomascolo, 2015), lo que representa una limitante para procesos de alta exigencia térmica, aunado a esto, al usar agua como medio de temple la velocidad de transformación interna y superficial del material presenta un retraso, por lo cual, cuando se busca un enfriamiento más uniforme para evitar posibles fracturas, es más conveniente el uso de aceites térmicos, pero se sacrifica la velocidad de enfriamiento lo que lleva a obtener menores índices de dureza que con el agua (Mahiswara, 2018).

Debido a estas situaciones, en los últimos años ha crecido el interés científico por desarrollar medios de enfriamiento que puedan ser usados como medios de temple y que cumplan con las especificaciones de los procesos. Ya en 2009 S. Choi veía la posibilidad del uso de un nuevo tipo de fluido en los procesos de transferencia de calor que denominó nanofluidos (Babu, 2011), los cuales consisten en la dispersión de ciertas partículas de talla nanométrica en los fluidos de uso común en la industria, con el fin de mejorar sus propiedades térmicas. Si bien, la década pasada vio un aumento en los estudios de las posibles aplicaciones de los nanofluidos debido a que se han encontrado resultados prometedores, como incrementos en la conductividad térmica y el coeficiente de transferencia de calor (Angayarkanni, 2015), aun así, hay pocos estudios que confirmen la idoneidad de los nanofluidos para diferentes aplicaciones ingenieriles, por esa razón siguen siendo necesarios más desarrollos

experimentales que contribuyan a tener un entendimiento teórico más profundo y al desarrollo de modelos de sistemas reales (Raja, 2016; Devendiran, 2016).

Con base en todo lo anterior, el interés de este proyecto está enfocado en el temple de piezas de acero usadas en aplicaciones de alto impacto, lo que exige dureza y tenacidad. Busca ser un aporte en la búsqueda del desarrollo de un medio de temple que permita un enfriamiento uniforme al mismo tiempo que cumpla con una velocidad de enfriamiento adecuada para obtener las propiedades mecánicas requeridas. Esta optimización de la transferencia de calor de los medios de temple no sólo implica mejores propiedades mecánicas de los materiales tratados, o reducción de costos energéticos al disminuir el tiempo que las piezas necesitan dentro de las tinas de templado, sino que podría dar paso al desarrollo de sistemas de disipación más pequeños y más eficientes (Lamascolo, 2015), lo cual podría ser tema de futuras investigaciones.

El objetivo principal de investigación consiste en evaluar el proceso de temple de un acero 4140R, estableciendo como variables el nivel de agitación del baño, tiempo de uso y concentración de nanopartículas de Al_2O_3 en el aceite Termoil 79®, comúnmente usado en la industria de los montacargas. Esto con el fin de determinar si el uso de nanopartículas de alúmina dispersadas en el aceite térmico, y la aplicación de éste como medio de temple, resultará en un aumento de la velocidad de enfriamiento de las piezas templadas que permita el mejoramiento de la microestructura y dureza del acero 4140R. Lo que esperamos determinar a partir de los resultados experimentales es: la influencia del desgaste del aceite y la agitación del baño de temple en la microestructura del acero, el grado de mejora y la posibilidad del uso de nanofluidos como medio de temple a nivel industrial.

La distribución del contenido del presente documento está dividida por capítulos. En el apartado de Marco Teórico se presenta el trasfondo científico que sirve de sustento para el desarrollo de esta investigación, en la sección de antecedentes se presentan algunas de las investigaciones más relevantes en cuanto al uso de nanofluidos para temple y el cambio de ciertas variables del proceso. En el apartado de Marco Metodológico se presentan los métodos y técnicas empleadas para el desarrollo experimental y posteriormente se exponen los Resultados obtenidos y su interpretación, para terminar con la sección de Conclusiones donde se presentan las deducciones obtenidas a partir del análisis de los datos experimentales y la revisión bibliográfica sobre el tema.

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1.1 Acero

1.1.1 Definición

El acero es una aleación de hierro y carbono principalmente, pero puede alearse con otros elementos para obtener ciertas características. La variedad de aplicaciones que tiene es posible gracias a que el hierro es un metal alotrópico, es decir, presenta distintas estructuras cristalinas bajo diferentes condiciones de temperatura y presión. La estructura cristalina hace referencia a la forma en que los átomos se encuentran ordenados en patrones tridimensionales, en el caso del hierro puede presentar estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC, por sus siglas en inglés) o cúbica centrada en las caras (FCC) más comúnmente y bajo ciertas condiciones se presenta como tetragonal centrada en el cuerpo (BTC), como se muestra en la Figura 1.1.

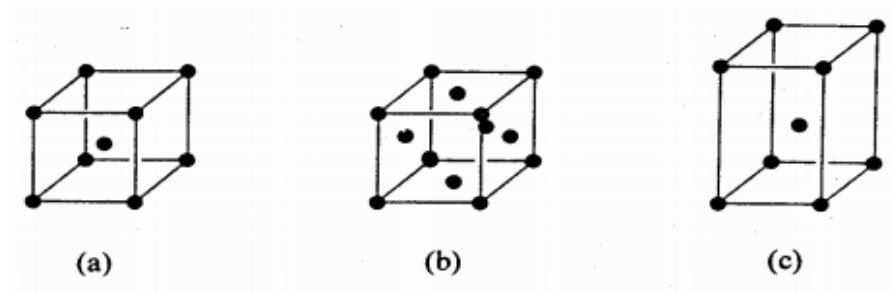


Figura 1.1 Estructuras cristalinas: a) BCC, b) FCC y c) BTC (Díaz, 2015).

1.1.2 Clasificación de los aceros

Dependiendo de la cantidad de carbono presente en la aleación podemos dividirlos en dos grupos, cuando se encuentra en concentración menor a 2.11% en peso, se considera acero, mientras que si la concentración de carbono es mayor se denomina hierro colado, aunque cuando hay otros elementos presentes este porcentaje puede variar (Kumar, 2006). También es posible dividir los aceros en dos grandes categorías, aceros al carbono y aceros aleados; los aceros al carbono se nombran así porque se atribuye sus propiedades a este elemento, mientras que los aceros aleados además del carbono tienen uno o más elementos dopantes

que sirven como modificadores y permiten generar ciertas propiedades específicas (Digges, 1960).

Para los fines de esta investigación, un acero 4140R es usado en las pruebas, es un acero aleado al medio carbono, comúnmente conocido como acero CRMO o Chromoly, especialmente diseñado para el temple. Además de carbono (0.39-0.46% en peso), contiene cromo (0.75-1.12%) que ayuda a mejorar la templabilidad e incrementar la resistencia a la corrosión y la oxidación del acero, y molibdeno (0.15-0.25%) que ayuda a producir granos finos en el acero, incrementar la templabilidad y mejorar la resistencia a la fatiga (Totten, 2007).

1.1.3 Fases del acero

También es importante conocer las fases, la transformación de fases y la microestructura del acero, ya que están íntimamente ligados a sus propiedades y aplicaciones. Una fase puede definirse como una porción de material que tiene la misma estructura a lo largo de ella, casi la misma composición y una interface bien definida entre esta y cualquier otra fase. Las transformaciones de fase involucran el cambio que tiene lugar entre fases, lo que lleva a la aparición o desaparición de una fase o a la transición de una fase a otra. La microestructura del acero está formada por los arreglos espaciales de los agregados cristalinos de las diferentes fases y las propiedades finales, como la dureza, la ductilidad o la tenacidad, están definidas por el tamaño, la forma, la distribución, la composición y la estructura cristalina de estas fases (Babu, 2006, p. 91).

Las fases que se pueden presentar en el acero son: la ferrita, la austenita, la martensita y la cementita. Adicionalmente, se puede encontrar otras dos estructuras compuestas: la bainita y la perlita (que son mezclas de ferrita y cementita), y también es posible la presencia de grafito. La Tabla 1.1 contiene las fases y microconstituyentes del acero con algunas de sus características.

Tabla 1.1 Fases y microconstituyentes del acero (adaptado de ASM Handbook 9, 2004).

Fase (Microconstituyente)	Estructura cristalina	Características
<i>Ferrita (hierro α)</i>	BCC	Fase relativamente suave a baja temperatura; fase de equilibrio estable.
<i>δ-Ferrita (hierro δ)</i>	BCC	Isoforma con hierro α ; fase de alta temperatura; fase de equilibrio estable.
<i>Austenita (hierro γ)</i>	FCC	Relativamente suave; fase de media temperatura; fase de equilibrio estable.

<i>Cementita (Fe₃C)</i>	Ortorrónica compleja	Dura; fase metaestable.
<i>Grafito</i>	Hexagonal	Fase de equilibrio estable.
<i>Martensita</i>	BTC	Dura; fase metaestable; morfología de listones cuando %C<0.6 y de placas cuando %C>1.
<i>Perlita</i>	-	Microconstituyente metaestable; mezcla lamelar de ferrita y cementita.
<i>Bainita</i>	-	Dura; microconstituyente metaestable; mezcla no lamelar de ferrita y cementita en una escala extremadamente fina; la bainita superior formada a altas temperaturas tiene apariencia de pluma; la bainita inferior formada a bajas temperaturas tiene una apariencia acircular; la dureza de la bainita incrementa con la disminución de la temperatura de formación.

1.1.4 Diagrama de fases Fe-C

Por otro lado, un diagrama de fases muestra las fases y sus composiciones a cualquier combinación de temperatura y composición de la aleación, donde el eje horizontal puede representar el porcentaje molar o porcentaje en peso de uno de los componentes. El diagrama de fases es parecido a un mapa, si conocemos las coordenadas —temperatura y composición de la aleación— podemos determinar las fases presentes, generalmente suponiendo que existe equilibrio termodinámico, aunque hay situaciones donde no se desea que se formen fases en equilibrio, como es el caso de los aceros, que, al enfriarlos de manera rápida desde una temperatura alta, el endurecimiento ocurre debido a la formación de fases que no están en equilibrio (Askeland, 2017).

El diagrama de fases hierro-carbono (Figura 1.2) marca varios puntos conocidos como puntos críticos o temperaturas de transformación, lo que muestran estos puntos son las temperaturas en las que ocurren cambios en la estructura interna de la aleación. Cuando el hierro se solidifica aproximadamente a 1,538°C, su estructura cristalina es BCC de hierro delta (δ -Fe). Al enfriarse a 1,401°C, ocurre un cambio de fase y los átomos se reacomodan en la forma gamma (γ -Fe), con estructura FCC no magnética. Cuando la temperatura alcanza los 908°C, ocurre otro cambio de fase de hierro gamma FCC no magnético a hierro alfa (α -Fe) BCC no magnético. Finalmente, a 768°C, el hierro alfa se hace magnético sin cambio en la estructura cristalina (Pérez, 1996).

Estas transformaciones alotrópicas del hierro, así como la formación de constituyentes y la formación de distintas fases están asociadas a fenómenos de transporte en estado sólido, que

requieren del movimiento de los átomos a través de la estructura cristalina de la aleación, por lo cual, la temperatura juega un papel preponderante en el estudio de las transformaciones en el acero (Díaz, 2012).

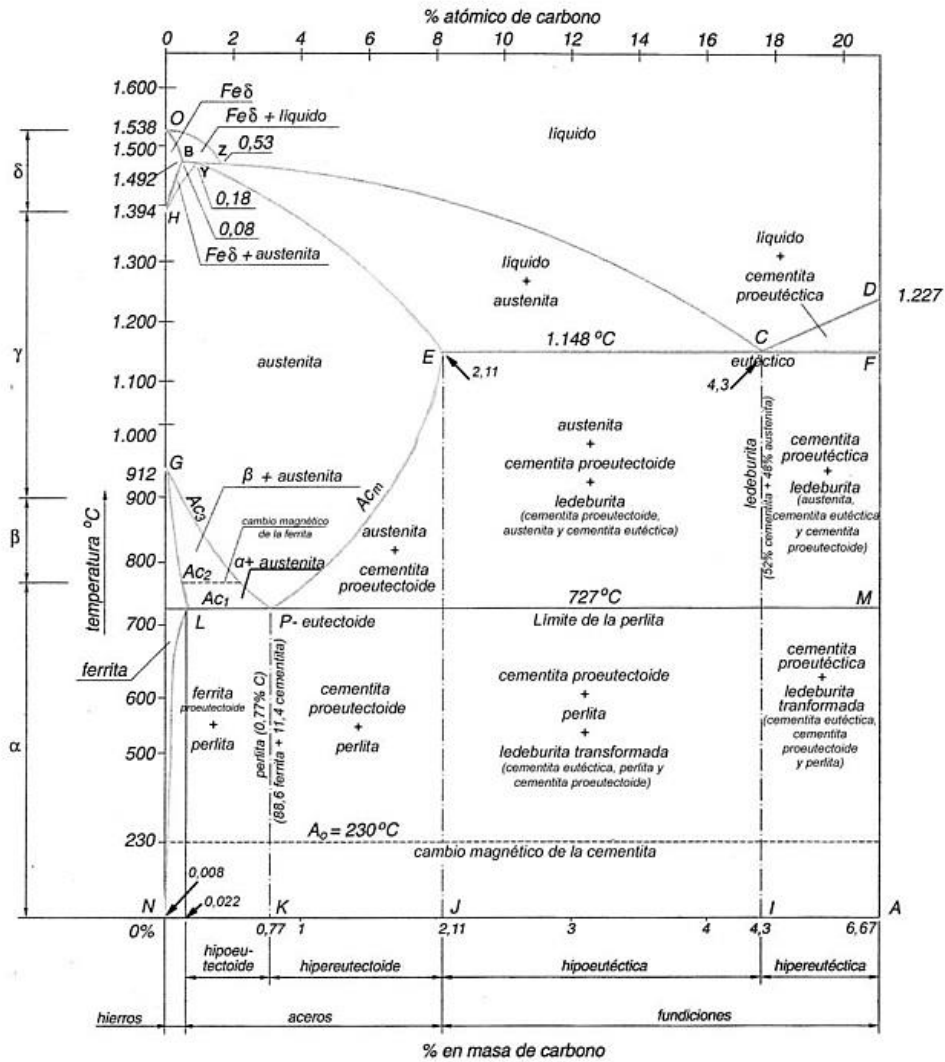


Diagrama hierro-carbono. Zonas, puntos y líneas más significativas

PUNTOS CRÍTICOS

- A₀ = 230 °C (Curie).
- Ac₁ = 727 °C.
- Ac₂ = 768-770 °C.
- Ac₃ = 727-912 °C (línea PG).
- Ac_m = 727-1.148 °C (línea PE).

LÍNEAS DE INTERÉS

- ECF
- OBECF
- OBCE (líquidos)
- GPE
- LPM
- GLN
- PK
- EJ
- CI (Eutéctica-ledeburita)

PUNTOS DE INTERÉS

- C, E, P, A, B

ZONAS DE INTERÉS

- BCEB
- CDFC
- HBEPGH
- GLN

cementita proeutéctica y eutéctica = cementita primaria
 cementita proeutectoide = cementita secundaria

Figura 1.2 Diagrama de fases hierro – carbono (Tratamiento de los metales, 2015).

1.2 Tratamientos térmicos

1.2.1 Definición

“El tratamiento térmico podría definirse como una operación o combinación de operaciones que involucran el calentamiento y/o enfriamiento de un metal o aleación en estado sólido con el propósito de obtener ciertas propiedades o condiciones deseadas” (Digges, 1960). Durante las diferentes transformaciones, la mayoría de las propiedades físicas como densidad, coeficiente de dilatación térmica, capacidad de conducción, etc., experimentan cambios. “La base principal en que se fundamentan los tratamientos térmicos reside en el aprovechamiento de dos fenómenos que producen una variación esencial de las propiedades: 1) la solubilidad mutua de los componentes en función de la temperatura. 2) y la transformación alotrópica de uno de los componentes, en general del más preponderante” (Sturla, 2002).

1.2.2 Etapas del tratamiento térmico

En términos generales, el tratamiento térmico convencional consta de tres etapas, calentamiento, mantenimiento y enfriamiento. En la etapa de calentamiento, el material se calienta lenta y uniformemente, para evitar la distorsión y/o fractura de la pieza, la velocidad de calentamiento toma en cuenta la conductividad térmica del metal y las dimensiones de la sección transversal, buscando que la temperatura del interior sea lo más cercana posible a la de la superficie. En la etapa de mantenimiento, se deja la pieza a una temperatura constante, definida por el material, hasta que la estructura interna deseada tenga lugar, el tiempo de mantenimiento se determina en base a la composición química del material y para secciones transversales con forma irregular, se toma en cuenta la sección más gruesa. En la última etapa, el enfriamiento, se toma en cuenta las propiedades finales deseadas en el material, pues en base a estas se escoge el medio de enfriamiento más conveniente y la velocidad a la que se debe llevar a cabo el mismo. Generalmente, si se desea que el material sea duro se realiza un enfriamiento rápido, mientras que si lo que se busca es un material, blando o maleable, el enfriamiento se realiza lentamente. La determinación de estas tres etapas es lo que define el tipo de tratamiento térmico aplicado (KloeknerMetals, 2020).

1.2.3 Diagramas TTT

Muchos tratamientos toman como base la reacción eutécticoide de estado sólido que es aquella en la que una fase sólida se transforma en otras dos fases sólidas ($S_1 \rightarrow S_2 + S_3$), y puede ser usada para controlar la microestructura y propiedades de una aleación. La reacción eutécticoide

de estado sólido es lenta, y el acero puede enfriarse por debajo de la temperatura eutectoide de equilibrio antes de que comience la transformación (subenfriamiento). Menores temperaturas de transformación generan una estructura más fina y fuerte y hasta alteran la distribución de las dos fases.

Los diagramas de tiempo-temperatura-transformación (TTT) (Figura 1.3), también llamados diagrama de transformación isotérmica (TI) o curva C, muestran cómo la velocidad de enfriamiento afecta la transformación de austenita en varias fases posibles, expresan el tiempo necesario para que se inicie y finalice la transformación (indicado por los subíndices s y f, respectivamente) y sirven para pronosticar la estructura, propiedades y tratamiento térmico que requieren los aceros (Askeland, 2017). "Las fases pueden dividirse en 1) formas alternativas de ferrita y cementita y 2) martensita" (Groover, 2007). Cabe mencionar, que la forma de la curva es diferente para diferentes concentraciones de carbono en la aleación.

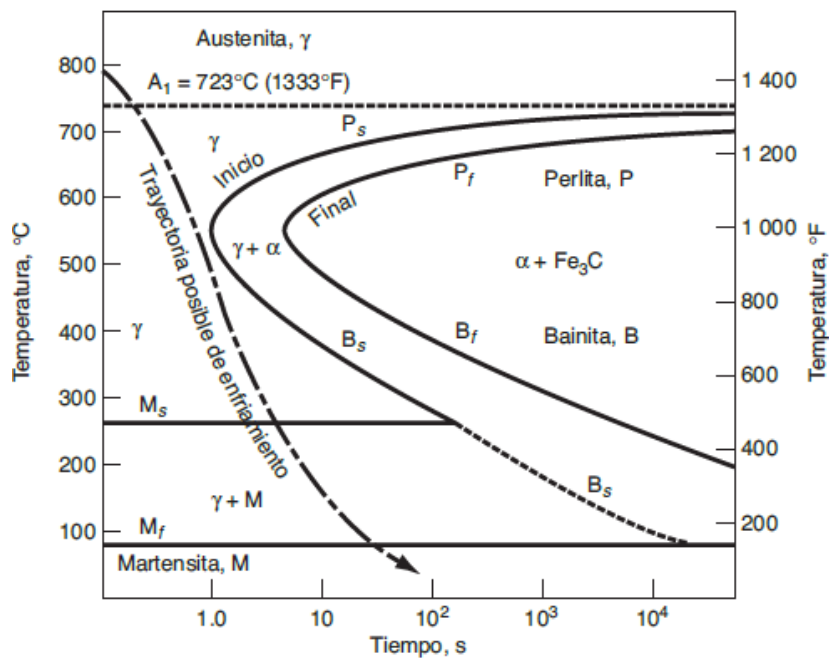


Figura 1.3 Diagrama TTT para un acero 0.80% m C (Groover, 2007).

En general, las curvas TTT de los aceros tienen forma de "C", la nariz de la curva representa la temperatura a la que la reacción ocurre con mayor rapidez, y disminuye al movernos hacia mayores o menores temperaturas. Esto es porque al acercarnos a la temperatura eutectoide, el grado de subenfriamiento es pequeño por lo que la fuerza impulsora de la transformación disminuye. Por otro lado, al disminuir la temperatura de transformación por debajo de la nariz

de la curva, aunque el subenfriamiento aumenta, la reacción se ralentiza, al disminuir la difusividad del carbono en la red del hierro.

1.3 Temple

1.3.1 Definición

Para efectos de este estudio el tratamiento térmico de interés es el temple o templado, ya que es uno de los más empleados en la industria por ser una forma relativamente económica de conseguir alta dureza y resistencia en el acero. El proceso consiste en el calentamiento de las piezas a la temperatura de austenización y posteriormente, mediante el uso de un fluido (agua, aceite, etc.) aplicar un enfriamiento rápido, generando una mayor dureza entre más mayor sea la velocidad de enfriamiento.

1.3.2 Consideraciones importantes

Ya que el objetivo primario es la transformación martensítica, el enfriamiento de la austenita debe ser lo suficientemente rápido para evitar el paso a través de la nariz de la curva TTT, y así prevenir la formación de otras fases. Dentro de los factores que afectan el proceso de temple se consideran, el contenido de carbono en el acero, el tamaño de la pieza, la velocidad de calentamiento y la velocidad de enfriamiento. También es importante considerar que, para lograr resultados reproducibles, la temperatura del medio para temple debe mantenerse uniforme, de tal manera que cualquier baño para temple utilizado en trabajos de producción continua debería tener medios para el enfriamiento.

Al calentar las piezas a templar es necesario tener en cuenta su tamaño y geometría, entre más irregular es necesario calentar más lento y posteriormente permanecer un tiempo en la temperatura fijada, para obtener calentamiento uniforme de la pieza en todas sus secciones y así obtener también una estructura final uniforme. El siguiente paso es el enfriamiento de la pieza, el cual está en función del medio de inmersión y de la velocidad de transmisión de calor dentro de la pieza. Para aceros de bajo y medio carbono, el temple en baño de agua es el método de enfriamiento rápido que comúnmente se usa, para aceros de alto carbono y aleados, así como piezas grandes se usa generalmente aceite como medio de inmersión, debido a que su acción no es tan severa como la del agua, pero aun así se consiguen velocidades relativamente rápidas, y para enfriamiento extremo, lo más efectivo es usar salmuera o rocío de agua (Pérez, 1996).

1.3.3 Etapas del temple

El temple consta de 3 etapas generales mediante las cuales se lleva cabo la transferencia de calor de la pieza al medio de temple (Mackenzie, 2019):

1.- Etapa A o etapa de capa de vapor. Se presenta cuando superficie caliente de la pieza entra en contacto con el medio de temple líquido, la pieza está tan caliente que el líquido en la superficie se evapora, formando una capa de vapor que envuelve al componente, impidiendo un contacto directo, el mecanismo de transferencia de calor es principalmente por radiación.

2.- Etapa B o etapa de ebullición nucleada. Se da cuando la temperatura de la pieza gradualmente desciende hasta alcanzar la temperatura de ebullición del medio de temple y la capa de vapor colapsa, ya que el líquido en la superficie de contacto empieza a hervir, generando burbujas que permiten la rotación del líquido circundante, razón por la que la transferencia de calor en esta etapa es más rápida.

3.- Etapa C o etapa de convección. Comienza cuando la temperatura del componente está a temperatura por debajo de la temperatura de ebullición del medio, las burbujas desaparecen y la transferencia de calor se da por convección del sólido al líquido, esta fase depende de las propiedades del medio de temple, como el C_p , k y μ , y del diferencial de temperatura.

Para el caso de la presente investigación, el material a emplear en las pruebas de temple es un acero aleado, para el cual se recomienda calentar las piezas entre 840-860°C (Aceros SISA, s.f.), ya que a esta temperatura ocurre un cambio estructural de la aleación de α -Fe a austenita (γ -Fe), es importante mantener la pieza por el tiempo suficiente para tener una distribución uniforme de la temperatura, para luego realizar un enfriamiento rápido por debajo de la temperatura M_s , a la que comienza la transformación de la austenita en martensita, que es el ingrediente esencial de cualquier acero templado; esta fase es resultado de una sobresaturación de carbono en α -Fe, el exceso de átomos de carbono, por la baja difusión provocada por el cambio brusco de temperatura, se acomodan en los huecos intersticiales de la estructura BCC del hierro, causando una deformación en la red cristalina dando como resultado una estructura tetragonal centrada en el cuerpo (BCT), esta deformación reticular creada por los átomos de carbono atrapados en la estructura BCT, forman una barrera al deslizamiento, lo que convierte a la martensita en la fase más dura y resistente del acero después de la cementita (Fe_3C) (Groover, 2007).

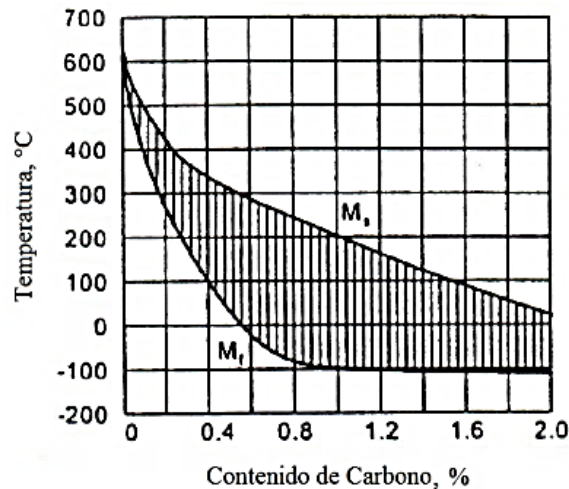


Figura 1.4 Temperatura M_s y M_f en función del contenido de carbono (Márquez, 2012).

En la práctica una mala ejecución del proceso de temple puede conseguir el enfriamiento de la superficie externa del metal mientras que el centro sigue caliente, lo que se traduce en un endurecimiento superficial en tanto que la parte interna del material sigue siendo blanda. Esto se puede evitar al incrementar la velocidad de temple, para que de ese modo la razón de enfriamiento en el centro de la pieza exceda la velocidad crítica de enfriamiento (Márquez, 2012), en este caso M_s , el grado de transformación de la martensita dependerá del subenfriamiento conseguido, es decir, que tan por debajo de M_s se encuentre la temperatura, entre más nos acerquemos a la temperatura final de formación de martensita (M_f) mayor será la transformación.

Entonces, “la optimización del proceso de temple requiere alcanzar una velocidad de enfriamiento bastante rápida para desarrollar la microestructura martensítica deseada hasta la profundidad requerida, pero lo suficientemente lenta para minimizar los esfuerzos residuales y la distorsión” (Hasan, 2009). Es aquí donde el uso de nanofluidos nos permitiría mejorar el proceso de temple con aceite.

Para analizar la efectividad del medio de temple, una de las formas más comunes es a través del desarrollo de curvas de enfriamiento bajo condiciones controladas. Estas se obtienen instrumentando termopares a las probetas metálicas, lo más cerca del centro geométrico de la pieza, calentándolas y posteriormente enfriándolas en los nanofluidos; el termopar registra una señal analógica en milivolts, que pasa por una tarjeta de adquisición de datos que la traduce en valores de temperatura, que son registrados y procesados por un software haciendo posible la determinación de la variación de la temperatura con respecto al tiempo (Cruz, 2018).

1.4 Nanofluidos

1.4.1 Introducción

Los sistemas de transferencia de calor están basados en su capacidad para la disipación de la energía térmica, por lo cual, la eficiencia se convierte en un factor de suma importancia para las condiciones de diseño de estos equipos. Dichos sistemas son usados ampliamente para diversas aplicaciones tecnológicas e industriales, desde microprocesadores, transporte, hasta reactores nucleares, no obstante, la tendencia moderna a crear sistemas cada vez más compactos, ha hecho que la industria se enfrente con la exigencia de desarrollar fluidos con mayores prestaciones térmicas, capaces de remover grandes cantidades de calor en tiempos menores, de tal forma que los viejos métodos se vuelven obsoletos para las nuevas tecnologías.

El problema con los fluidos térmicos convencionales, como el agua, el aceite o el aire, es que tienen una capacidad térmica limitada, que en ocasiones es insuficiente para satisfacer la alta demanda de los procesos industriales actuales o para generar las propiedades específicas requeridas en los materiales. Con el fin de optimizar los fluidos térmicos hubo propuestas como la inserción de partículas milimétricas y micrométricas en fluidos comunes, logrando cierta mejora en las propiedades térmicas de los fluidos, sin embargo, estos esfuerzos fueron infructuosos por la inestabilidad de las disoluciones y las dificultades que las acompañaban, como la sedimentación, la obstrucción y la erosión de tuberías con el paso de los fluidos y el aumento en la potencia de bombeo requerida (Lamascolo, 2015); hasta finales del siglo pasado la principal limitante era la tecnología, ya que no era posible crear partículas más finas, y sin duda, con la llegada de la nanotecnología se abrió la puerta a nuevas posibilidades.

1.4.2 Definición

Stephen U. S. Choi fue uno de los pioneros en la adición de partículas de escala nanométrica a un fluido térmico con el fin de mejorar sus propiedades, y es a él a quien se le atribuye el término “nanofluidos”, apareciendo por primera vez en su estudio sobre los cambios que nanopartículas de cobre provocaban en la conductividad térmica de un fluido de uso común (Choi, 1995). Desde entonces, es un tema que ha llamado la atención de los investigadores y en los últimos años, ha habido un aumento considerable en los estudios de sus propiedades y potenciales aplicaciones.

Técnicamente los nanofluidos son sistemas constituidos por dos fases (sólido-líquido), es decir, son soluciones coloidales formadas por nanopartículas con tamaños promedio entre 1 y 100 nm, dispersadas uniformemente en un fluido térmico tradicional, el objetivo es elevar las propiedades térmicas del fluido con la menor concentración de partículas posible, generalmente por debajo del 1% en volumen (Das, 2007). Los materiales usados en la preparación de nanofluidos pueden ser nanopartículas de metales, óxidos metálicos, cerámicos, nitruros y no metales como los nanotubos de carbono y el grafeno, las sustancias usadas como fluido base incluyen agua, etilenglicol, salmuera, aceites minerales y vegetales y soluciones poliméricas (Rajaraman, 2021).

1.4.3 Propiedades

Entre las ventajas que se atribuyen a los nanofluidos se encuentran: aumento en el área superficial específica, lo que puede mejorar la transferencia de calor entre partículas y fluido, mayor estabilidad de la suspensión en comparación con microfluidos, atribuido principalmente al movimiento Browniano de las partículas nanométricas, con ello menor obstrucción de los sistemas en comparación con los lodos convencionales y un aumento mínimo en la caída de presión de los sistemas de bombeo, además del potencial de afectar la conductividad térmica y la humectabilidad de las superficies (Saidur, 2011).

El principio básico del uso de los nanofluidos parte de que la conductividad térmica de las partículas sólidas usadas es varias veces mayor que la conductividad del fluido base usado, lo que permite una combinación de las propiedades de las dos sustancias, obteniendo un nuevo fluido con características mejoradas. En las Tablas 1.2 y 1.3 se muestra el valor de conductividad térmica de diferentes partículas y fluidos usados para producir nanofluidos.

Tabla 1.2 Conductividad térmica de diferentes fluidos (Rubbi, 2021).

Fluido	Conductividad térmica (W/m°C)
<i>Agua</i>	0.608
<i>Etilenglicol</i>	0.258
<i>Polietilenglicol</i>	0.168
<i>Propilenglicol</i>	0.147
<i>Fenol</i>	0.147
<i>Aceite de motor</i>	0.143
<i>Aceite de transformador</i>	0.136
<i>Therminol</i>	0.127
<i>Aceite vegetal</i>	0.18
<i>Queroseno</i>	0.15

Tabla 1.3 Conductividad térmica de diferentes nanopartículas (Metha, 2021).

<i>Nanopartícula</i>	<i>Conductividad térmica (W/m°C)</i>
<i>MWCNT</i>	2000-3000
<i>Nanodiamante</i>	1000
<i>Ag</i>	429
<i>Cu</i>	398
<i>Au</i>	315
<i>MgO</i>	54
<i>Al₂O₃</i>	40
<i>CuO</i>	33
<i>ZnO</i>	29
<i>TiO₂</i>	8

1.4.4 Métodos de preparación

La forma de preparación de los nanofluidos se divide en dos tipos, dependiendo de la forma en la que se obtienen las nanopartículas. En el método de un paso (One-Step), la producción de las partículas y su dispersión en el fluido huésped se hace de manera simultánea; algunos de los métodos usados para la síntesis son: evaporación directa, reducción química, sistema de arco sumergido, ablación laser, irradiación de microondas, entre otros (Angayarkanni, 2015). La ventaja principal de este método es que permite un mejor control sobre la aglomeración y por ende genera una mejor estabilidad, sin embargo, también presenta desventajas como las impurezas producidas por reacciones incompletas que son difíciles de remover, o que es útil sólo para producción a baja escala, a un mayor costo de obtención y no todos los tipos de nanofluidos pueden ser producidos por este método.

En el método de dos pasos (Two-Step), las nanopartículas son producidas primero por medios físicos, químicos o mecánicos, obteniendo polvos secos que posteriormente son dispersados en un fluido base utilizando sistemas de agitación y dispositivos de ultrasonido para reducir al mínimo la aglomeración (Asadi, 2019). Las ventajas de este método es que puede ser usado para producción a gran escala y a un menor costo por lo que es el método más empleado, sin embargo, la aglomeración es el mayor reto, por lo que puede requerirse de tratamientos adicionales para mejorar la estabilidad, como la regulación del pH o la adición de surfactantes.

Las nanopartículas de óxidos metálicos son de las más empleadas en la preparación de nanofluidos, ya que se reporta que su uso en el método de dos pasos presenta ciertas ventajas debido a sus estructuras únicas, composición y propiedades físicas y químicas, por lo que

muestran un efecto positivo sobre la conductividad térmica, una mejor estabilidad y buena tolerancia salino-alkalina (Nekabari, 2017).

Las propiedades finales del nanofluido son resultado de varios factores como el tamaño de las partículas y su forma, la temperatura, la conductividad térmica de las nanopartículas y del fluido base, la concentración de nanopartículas, el método de preparación, el uso de surfactante, el pH y el grado de aglomeración (Asadi, 2019), es debido a esto que se reportan varias diferencias en la literatura, razón por la cual es importante generar una metodología reproducible. También es importante determinar la estabilidad del nanofluido, cabe mencionar que no existe un método estandarizado para ello, sin embargo, puede ser monitoreada mediante el analizador de potencial zeta, por espectroscopia ultravioleta-visible (UV-vis) o por inspección visual (sedimentación), evaluando así el estado de dispersión del nanofluido (Sezer, 2019).

El comportamiento termofísico de los nanofluidos afecta directamente su aplicación, en especial en lo referente a la transferencia de calor. Propiedades como la viscosidad, la conductividad térmica, la densidad y el calor específico son importantes para determinar la efectividad del nanofluido. En el caso de la densidad y el calor específico pueden ser determinados por correlaciones matemáticas con poco rango de error, sin embargo, para la viscosidad y la conductividad no existen correlaciones universales. Entre las técnicas y equipos utilizados para la obtención de estos datos encontramos el viscosímetro rotacional, que es útil no sólo para obtener la viscosidad sino para conocer el comportamiento reológico del fluido, en el caso de la conductividad se puede obtener por la técnica de estado transitorio, la técnica de estado estacionario o mediante comparador térmico (Okonkwo, 2020).

1.4.5 Factores que influyen la mejora en la transferencia de calor

El beneficio más notable del uso de nanofluidos es la mejora en la conductividad térmica, este parámetro también varía en función de las características del nanofluido, pero se considera que hay ciertos factores principales que rigen el comportamiento térmico de un nanofluido:

a) El movimiento Browniano, que hace referencia al movimiento aleatorio de las partículas en el seno del fluido debido a procesos de difusión térmica, el cual se hace más evidente entre más pequeñas son las partículas y más alta la temperatura.

b) La nanocapa, que se forma entre la superficie de las nanopartículas sólidas y la primera capa del fluido en contacto con el sólido, está última forma un arreglo estructurado que actúa de forma similar a un sólido y funge un como puente térmico con el fluido.

c) Los nanoaglomerados de partículas, formados por las fuertes interacciones de Van der Waals de las nanopartículas, lo que crea zonas de alta conductividad térmica (Okonkwo, 2020).

En base a estos datos, es claro que los nanofluidos son grandes candidatos para uso en aplicaciones de temple de acero, donde es necesario extraer grandes cantidades de calor (piezas a temperaturas por encima de los 800°C) en tiempos muy cortos (del orden de segundos).

1.4.6 Métodos para mejorar la estabilidad de los Nanofluidos

La estabilidad es uno de los temas de mayor interés cuando de nanofluidos se trata, pues su aplicación práctica depende de que sean capaces de mantener sus propiedades a través del tiempo. Existen diferentes métodos que contribuyen a evitar la aglomeración y sedimentación de las nanopartículas, los cuales se resumen a continuación.

a) Métodos físicos. Su objetivo es disminuir la cantidad de aglomerados de partículas en los nanofluidos mediante agitación mecánica/magnética o vibraciones ultrasónicas.

b) Surfactantes. Son sustancias que ayudan a disminuir la tensión superficial del fluido base, permitiendo una mejor integración entre el fluido y las nanopartículas. Sin embargo, su uso en exceso puede disminuir las propiedades térmicas del nanofluido y aumentar su viscosidad.

c) Funcionalización superficial. Consiste en el uso de medios físicos y químicos para generar un recubrimiento superficial en las nanopartículas que sea compatible con las características del fluido base y que previene la agregación de partículas.

d) Ajuste del pH. Mediante la modificación del pH del fluido base es posible generar una alta concentración de cargas eléctricas superficiales en las nanopartículas, que promueve la repulsión entre partículas, evitando su aglomeración (Sousa, 2022).

1.5 Antecedentes

En base al análisis bibliográfico realizado respecto de la aplicación de los nanofluidos como medios de temple, se presenta el siguiente resumen que muestra los estudios más relevantes de la última década y el enfoque empleado por sus autores.

A principios de la década pasada Ramech y Prabhu (2011) llevaron a cabo una revisión de la literatura relacionada con los nanofluidos, enfocada a su posible aplicación como medios de temple en los procesos térmicos, concluyendo que, si se aprovecharan sus aportes, como los cambios en las propiedades termofísicas del fluido base, sería posible desarrollar una amplia gama de fluidos de temple muy útiles para la industria de los tratamientos térmicos. Desde entonces se han realizado varios intentos por determinar cuáles son las mejores combinaciones para desarrollar fluidos térmicos de alto desempeño.

Kim et al. (2009) ejecutaron experimentos con esferas aleadas de acero y zinc y diferentes nanofluidos, no encontraron mejoras sustanciales con respecto al uso de agua, sin embargo al realizar un segundo o tercer temple con la misma esfera, se aprecia una disminución en el tiempo de temple y un aumento en el flujo crítico de calor, los autores lo atribuyen a la deposición de partículas en la superficie del metal, lo que incrementa la rugosidad y la humectabilidad de la pieza y crea un desequilibrio en la película de vapor, mejorando el flujo de calor entre el metal y el nanofluido. Chakraborty et al. (2010) hicieron pruebas con una placa de acero calentada a 950°C y posteriormente enfriada con un nanofluido de óxido de titanio, encontrando que la placa enfriada únicamente con agua presenta sólo una fase (ferrita), mientras que la placa enfriada con el nanofluido mostraba dos fases (ferrita-bainita), indicando que el enfriamiento con nanofluido es más severo.

Chun et al. (2011) estudiaron el efecto del uso de nanofluidos de Si y SiC en la transferencia de calor de un cable delgado de platino al calentarlo a 1000°C y sumergirlo en los diferentes medios de temple, encontrando un ligero aumento en el flujo crítico de calor con el nanofluido de silicio en comparación con el temple en agua, atribuido a la deposición de nanopartículas de Si sobre el cable de platino. Babu et al. (2011) analizaron el efecto de la concentración y la agitación en un nanofluido con nanotubos de carbono sobre probetas de acero inoxidable, reportando que los mejores resultados se presentan con una concentración de 0.5% en peso de CNT's superando los valores obtenidos con agua, sin embargo, entre mayor es la agitación hay una disminución en la tasa de transferencia de calor. Ciloglu et al. (2011) efectuaron

experimentos con nanofluidos de alúmina, sílica, óxido de titanio y óxido de cobre en agua, para estudiar el efecto del tipo y concentración de nanopartículas en el temple de una varilla de latón, sus análisis muestran que el comportamiento del temple es altamente dependiente de estas variables, y que la razón principal de la mejora en el flujo crítico de calor es debido a la capa formada por la deposición de nanopartículas en la superficie de la varilla durante el templado, aumentando su rugosidad y rompiendo el equilibrio de la capa de vapor creada por el líquido al contacto con la superficie a alta temperatura.

Zhang et al. (2014) compararon el efecto que tiene del cambio en la concentración de un nanofluido a base de nanohojas de óxido de grafeno, sobre el flujo crítico de calor en el temple de esferas de cobre, encontrando que el aumento más grande es de 25% a una concentración de 0.0002% de GONs en comparación con el agua, y que a concentraciones mayores la eficacia tiende a disminuir. Khoshmehr et al. (2014) realizaron pruebas de temple de cilindros de plata con diferentes texturas superficiales, uno liso y uno rugoso, usando nanofluidos a base de agua y nanotubos de carbono multipared a diferentes concentraciones, encontrando que el tiempo de temple disminuye con el aumento de la rugosidad superficial, en este caso en particular se obtienen mejores resultados en temple con agua que con los nanofluidos, sin embargo, a menor concentración de MWCNT menor tiempo de temple, también reportan un efecto negativo en el coeficiente de flujo crítico de calor con el uso de surfactante en la suspensión.

Fan et al. (2017) investigaron el impacto de templar varias veces una misma pieza de acero en nanofluidos a base agua y nanotubos de carbono de diferentes tamaños, reportando disminución en el tiempo de temple en cada corrida consecutiva de temple, atribuido a la deposición de los CNTs en la superficie de la esfera de acero, formando estructuras porosas que sirven como canales de ventilación, de igual forma encontraron que los mejores resultados se presentan con los CNTs más largos y gruesos. Patra et al. (2017) realizaron pruebas en un reactor tubular con una varilla de acero en el centro y un tubo concéntrico de recirculación de refrigerante para simular el proceso de enfriamiento de una planta nuclear, la varilla es calentada por un serpentín eléctrico de temperatura regulable y luego enfriada con nanofluidos de alúmina, encontrando que el desempeño de enfriamiento es mejorado en más de 10 s con el nanofluido en comparación con el agua, a una temperatura inicial de la varilla de 250°C. Babu et al. (2017) compararon el temple con agua, con nanofluido de nanotubos de carbono y nanofluido con surfactante a concentración fija usando probetas de acero inoxidable, encontraron que los mejores resultados se presentaban con el nanofluido sin surfactante pues

promueve la deposición de nanopartículas sobre la superficie del acero, mejorando la transferencia de calor; las durezas resultantes fueron 170.9 HV, 183.5 HV y 269 HV para enfriamiento en agua, agua/CNT/surfactante y agua/CNT respectivamente.

Kresnodrianto et al. (2018) hicieron pruebas de temple de acero con nanofluidos a base de agua y nanopartículas de carbono grado laboratorio a diferentes concentraciones; las durezas conseguidas para una concentración de 0.2% en volumen de carbono fueron 675 HV y 885.34 HV para el agua y el nanofluido respectivamente, estos resultados se confirman con el análisis microestructural ya que a esa concentración de C se presenta el mayor porcentaje de martensita. Mahiswara et al. (2018) realizaron el estudio de un nanofluido usando aceite como fluido base y partículas de carbono, encontrando un aumento en la dureza del acero, con un valor de 570.98 HV a una concentración de C de 0.2% en volumen, contra una dureza de 363 HV utilizando únicamente el aceite.

Oktavio et al. (2019) estudiaron el efecto del surfactante sobre el desempeño del temple de un acero usando agua destilada con diferentes concentraciones de carbono grado laboratorio; encontraron que la mejor proporción fue de 0.5% en volumen de carbono y 3% en volumen de surfactante, obteniendo una dureza de 878 HV con el nanofluido contra 667 HV del agua, a concentraciones mayores de surfactante se aprecia la disminución de la dureza. García-Salas et al. (2019) investigaron efecto del surfactante y el tiempo de ultrasonido de un nanofluido de alúmina sobre las propiedades de un acero, sus resultados muestran que entre mayor es el tiempo de ultrasonido, mayor es la dureza y la microestructura más homogénea, independientemente de la cantidad de surfactante.

John et al. (2020) estudiaron el efecto del uso de nanofluidos (Al_2O_3) y nanofluidos híbridos ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$), mediante la determinación de la velocidad de enfriamiento que estos producen en placas de titanio caliente, encontrando que la tasa máxima de enfriamiento del nanofluido híbrido (40°C/s) era mayor que la del agua (25°C/s). Rahimian et al. (2020) llevaron a cabo experimentos de temple repetitivo sobre un cilindro de acero, usando nanofluidos de óxido de titanio y óxido de silicio, sus resultados muestran una reducción del tiempo de enfriamiento cercano al 50%, el desempeño del nanofluido del SiO_2 es el mejor, debido a la mayor deposición de nanopartículas sobre la superficie del cilindro, lo que aumenta la humectabilidad y la rugosidad del cilindro.

La mayoría de estas investigaciones concluyen que la adición de nanopartículas a un fluido térmico convencional puede mejorar las propiedades del fluido base usando la concentración

apropiada, y esto a su vez tiene el potencial de mejorar las características mecánicas de las piezas templadas. La Tabla 1.4 presenta un resumen de estos estudios, especificando los nanofluidos usados y la concentración de nanopartículas empleada.

Tabla 1.4 Investigaciones sobre nanofluidos para temple.

Investigador	Partícula/Fluido base	% Partículas	Tamaño de partícula	Temperatura de temple	Material templado
<i>Kim et al. (2009)</i>	Al ₂ O ₃ /H ₂ O desionizada	0.001-	38.8 nm	1000°C	Acero 302/Zircaloy
	SiO ₂ /H ₂ O desionizada	0.1%v	32.9 nm		
	C/H ₂ O desionizada		164.4 nm		
<i>Chakraborty et al. (2009)</i>	TiO ₂ /H ₂ O/Surfactante	0.1% <i>m</i>	30-50 nm	950°C	Placa de acero
<i>Chun et al. (2011)</i>	Si/H ₂ O desionizada	0.001-	<100 nm	1000°C	Cable de Platino
	SiC/H ₂ O desionizada	0.01% <i>v</i>			
<i>Babu et al. (2011)</i>	CNT/H ₂ O desionizada	0.25-1.0% <i>m</i>	9-15 nm	850°C	Acero 304L
<i>Ciloglu et al. (2011)</i>	Al ₂ O ₃ /H ₂ O desionizada	0.01-0.1% <i>v</i>	-	600°C	Varilla de latón
	SiO ₂ /H ₂ O desionizada				
	TiO ₂ /H ₂ O desionizada				
	CuO/H ₂ O desionizada				
<i>Zhang et al. (2014)</i>	GONs/H ₂ O destilada	0.0001-0.001% <i>m</i>	200-500 nm	400°C	Esfera de cobre
<i>Khoshmehr et al. (2014)</i>	MWCNT/H ₂ O desionizada	0.1-0.8% <i>m</i>	20 nm	650°C	Cilindro de plata
<i>Fan et al. (2017)</i>	CNT/H ₂ O desionizada	0.5% <i>m</i>	30, 60 nm	400°C	Esfera de acero 316L
<i>Patra et al. (2017)</i>	Al ₂ O ₃ /H ₂ O desionizada	0.001% <i>v</i>	20-25 nm	200-250°C	Acero 316L
<i>Babu et al. (2017)</i>	CNT/H ₂ O desionizada	0.5% <i>m</i>	-	850°C	Acero AISI 1010
<i>Kresnodrianto et al. (2018)</i>	C/H ₂ O desionizada	0.1-0.5% <i>v</i>	15.03 μm	1000°C	Acero AISI 1045
<i>Mahiswara et al. (2018)</i>	C/Aceite SAE 5W-40	0.1-0.5% <i>v</i>	15.04 μm	1000°C	Acero AISI 1045
<i>Oktavio et al. (2019)</i>	C/H ₂ O/SDBS	0.1-0.5% <i>v</i>	15.8 μm	1000°C	Acero JIS S45C
<i>García-Salas et al. (2019)</i>	Al ₂ O ₃ /H ₂ O/Span80	0.5% <i>m</i>	50 nm	850°C	Acero SAE 1045
<i>John et al. (2020)</i>	Al ₂ O ₃ /H ₂ O desionizada	0.02% <i>m/v</i>	80-100 nm	400°C	Placa titanio grado 9
	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ /H ₂ O		30-40 nm		
<i>Rahimian et al. (2020)</i>	SiO ₂ /H ₂ O desionizada	0.01% <i>m</i>	-	750°C	Acero inoxidable
	TiO ₂ /H ₂ O desionizada				

Es necesario puntualizar que, el trabajo de García-Salas (2019) es una referencia directa para este proyecto, ya que también hizo uso de nanopartículas de γ -Al₂O₃ Sigma Aldrich® (no. de producto: 544833-50G) para la preparación de sus nanofluidos, realizando la caracterización

de estas mediante microscopía de transmisión electrónica (TEM), sus resultados se muestran en la Figura 1.5. Estos datos se discutirán más adelante.

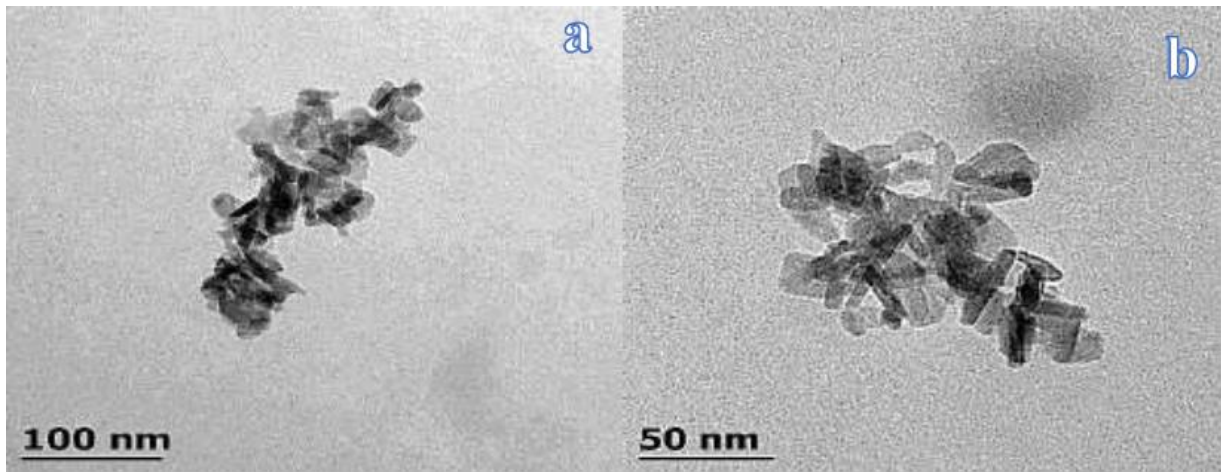


Figura 1.5 Microscopía TEM de nanopartículas de γ -Al₂O₃ (tomada de García-Salas, 2019).

CAPÍTULO II

MARCO METODOLÓGICO

En este apartado se describen los equipos usados y las técnicas empleadas para el desarrollo del proceso experimental y la caracterización de los fluidos empleados y las probetas templadas. La Figura 2.1 muestra un diagrama general de la metodología experimental, el cual consta de dos etapas, la primera correspondiente a la evaluación del temple usando únicamente el fluido térmico y variando las condiciones de agitación y uso del fluido, en la segunda etapa se tomaron las mejores condiciones de agitación como parámetro fijo y se varió la concentración de nanopartículas y surfactante, el nivel de uso del fluido y la temperatura, con el fin de determinar las condiciones que optimizan el tratamiento térmico del acero.

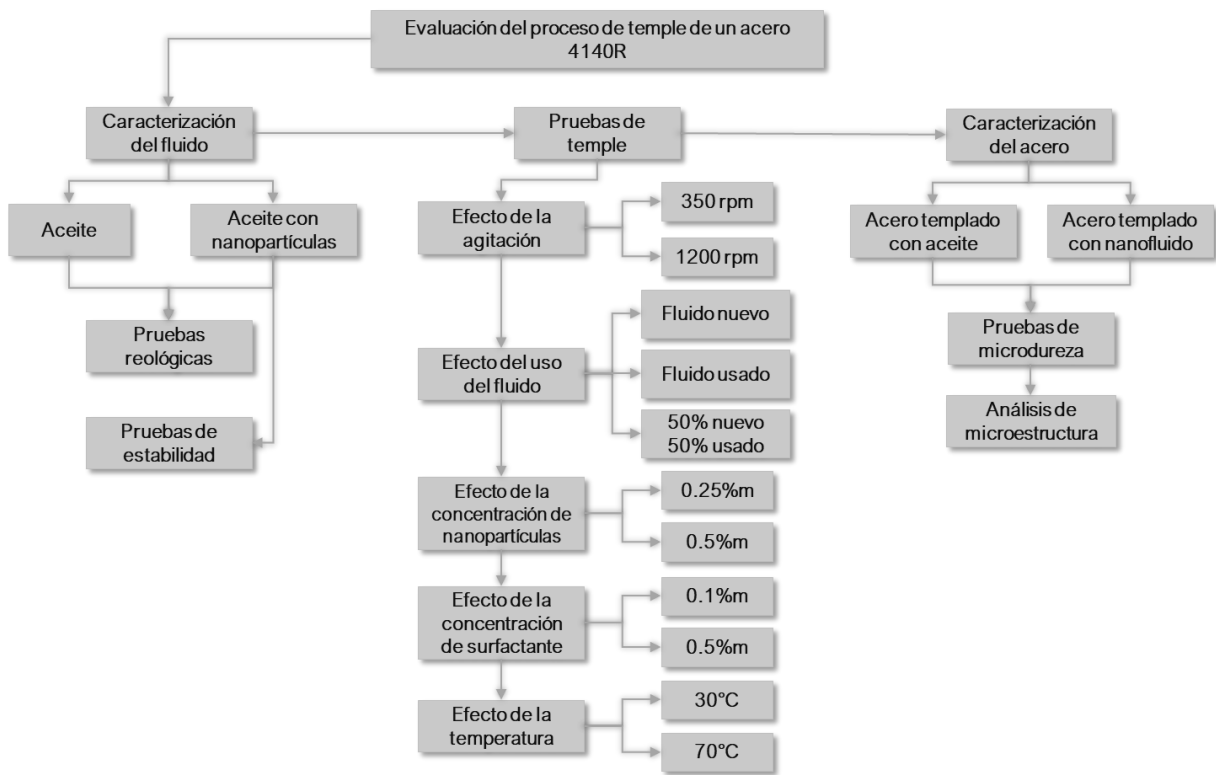


Figura 2.1 Diagrama de flujo del proceso experimental.

2.1 Definición de variables

Como ya se ha establecido previamente, las variables de interés son el tiempo de uso del fluido de temple, la velocidad de agitación del baño de temple, la concentración de

nanopartículas y surfactante en el fluido base, así como la temperatura de operación del proceso. La finalidad es identificar la influencia de cada una de estas variables en la eficiencia del proceso de temple. En la Tabla 2.1 se muestra la definición de las variables.

Tabla 2.1 Variables experimentales.

Variable	Definición	Parámetros	Consideración
<i>Agitación del medio de temple</i>	Movimiento violento y repetitivo en el seno del fluido	350 rpm 1200 rpm	Se conoce que la agitación mejora la transferencia de calor en un fluido
<i>Tiempo de uso del fluido</i>	Cantidad de tiempo que el fluido ha estado en operación	Nuevo Usado Mezcla 50-50%v	Se reporta la disminución de la eficiencia del aceite con el tiempo
<i>Concentración de nanopartículas en el fluido</i>	Cantidad de nanopartículas en relación con el fluido de temple	0.25% <i>m</i> Al ₂ O ₃ 0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃	Se reporta la mejora de la eficiencia del fluido con la adición de nanopartículas
<i>Concentración de surfactante</i>	Cantidad de surfactante en relación con el fluido de temple	0.1% <i>m</i> Span 80® 0.5% <i>m</i> Span 80®	Se reporta que el uso de surfactante mejora la estabilidad de los nanofluidos
<i>Temperatura de trabajo</i>	Nivel de energía térmica del fluido	30° C 70° C	Se conoce que el aumento en la temperatura de los nanofluidos mejora su rendimiento

A continuación, se presentan las diferentes combinaciones de variables usadas para los experimentos.

Tabla 2.2 Combinación de variables para pruebas con fluido base sin nanopartículas.

Parámetro (factor)	Nivel bajo (-)	Nivel alto (+)
<i>Tipo de aceite</i>	Usado	Nuevo
<i>Nivel de agitación (rpm)</i>	350	1200

Experimento	Tipo de aceite	Nivel de agitación (rpm)
1	+	-
2	+	+
3	-	-
4	-	+
5	±	-
6	±	+

Tabla 2.3 Combinación de variables para pruebas con nanofluidos.

Parámetro (factor)	Nivel bajo (-)	Nivel alto (+)
<i>Tipo de aceite</i>	Usado	Nuevo
<i>Concentración de nanopartículas (%m)</i>	0.25	0.5
<i>Concentración de surfactante (%m)</i>	0.1	0.5
<i>Temperatura (°C)</i>	30	70

Parámetro (factor)	T. aceite	[Np's] (%m)	[S80] (%m)	T (°C)
1	+	+	-	+
2	+	-	-	+
3	-	-	-	+
4	-	+	-	+
5	-	+	-	-
6	-	+	+	+
7	-	+	+	-

Cabe mencionar que la Tabla 2.3 no representa la totalidad de combinaciones posibles, esto debido a dos factores, primero a que las variables experimentales propuestas inicialmente eran menos, pero debido a los resultados obtenidos fue necesario agregar más variables para entender mejor el comportamiento del proceso, segundo, a causa de la disponibilidad para el uso de los laboratorios, no sería posible abarcar la totalidad de experimentos, por lo cual, conforme se iba desarrollando la investigación se tomaron las condiciones que representaban la mejor respuesta y se orientó la investigación en ese sentido, dando como resultado las variantes de experimentos presentadas en la tabla anterior.

2.2 Materiales

2.2.1 Nanopartículas

Se emplearon nanopartículas comerciales de óxido de aluminio gamma (γ -Al₂O₃, Sigma Aldrich®), con tamaño de partícula promedio menor a 50 nm con las siguientes propiedades: área superficial 40 m²/g, densidad 3.8 g/cm³, conductividad térmica 40 W/m K y punto de fusión 2040°C.

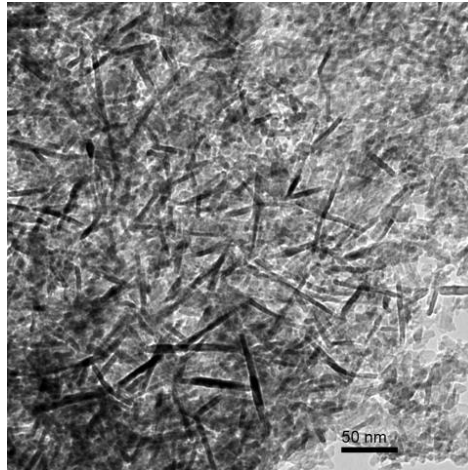


Figura 2.2 Microscopia TEM de nanopartículas de óxido de aluminio (Sigma-Aldrich, s.f.).

2.2.2 Acero

Las pruebas se realizaron usando barra cilíndrica de ½ pulgada de acero 4140R, que es un acero aleado al cromo-molibdeno (Chromoly), para el cual se recomienda el templado en aceite en un rango de temperatura de 840 - 860 °C. Las Tablas 2.4 y 2.5 presentan su composición y características.

Tabla 2.4 Composición química del acero 4140 (OTAI, s.f.).

<i>Estándar ASTM A29</i>	
Elemento	% en peso
Carbono	0.38-0.43
Cromo	0.80-1.10
Manganeso	0.75-1.00
Molibdeno	0.15-0.25
Silicio	0.15-0.35
Azufre	0.04
Fósforo	0.035

Tabla 2.5 Propiedades del acero 4140 (Cardarelli, 2008).

Propiedad	ρ (Kg·m ⁻³)	σ_{YS} (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	Z (%)	HV	α (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	K (W·m ⁻¹ K ⁻¹)	C _p (J·Kg ⁻¹ K ⁻¹)	ρ (μΩ·cm)
AISI 4140	7750	1172	1379	15	405	12.3	42.7	475	22

2.2.3 Fluido de temple

Se usó un aceite mineral (TERMOIL 79®), que es un aceite térmico específico para temple del proveedor Eraquimicos, el cual tiene las siguientes especificaciones: peso específico 0.860 Kg/l, viscosidad SSU 90 - 115 (a 37°C), velocidad de temple de 7 - 9 s. Las recomendaciones de uso del fabricante indican un calentamiento lento y progresivo a la temperatura de operación y un volumen de aceite en la tina de temple 10 veces mayor que el peso de la carga a tratar.

2.2.4 Surfactante

Se empleó un surfactante no iónico (Span 80®, Sigma Aldrich®) como agente dispersante, el cual actúa como un recubrimiento en las nanopartículas, ayudando a una mejor incorporación y estabilidad en el fluido lipofílico, su peso molecular es de 428.62 g/mol.

2.3 Diseño metodológico

2.3.1 Preparación de las probetas

Se prepararon probetas de acero 4140R de forma cilíndrica, con diámetro de ½ pulgada y altura de 1 pulgada (Figura 2.3), con un peso promedio de 26.3 gramos, los cortes se realizaron en equipo con sistema de bombeo de líquido refrigerante, con la finalidad de evitar el calentamiento de las piezas y no alterar sus características microestructurales.



Figura 2.3 Probeta de acero 4140R.

2.3.2 Preparación de nanofluidos

La preparación se realizó por el método de dos pasos (two-step method), para lo cual, se pesaron las nanopartículas y el fluido individualmente y posteriormente se adicionaron las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ directamente en el aceite Termoil 79®, inmediatamente después se pesa el surfactante directamente en el fluido. Con el fin de reducir la aglomeración de las nanopartículas, se colocó el nanofluido en agitación magnética por un lapso de 120 minutos a una velocidad de 700 rpm mediante una parrilla de agitación Cole-Parmer modelo StableTemp, para luego someterse a baño ultrasónico por un periodo de 120 minutos a una frecuencia de 40 KHz en una tina marca AutoScience modelo AS10200B (Figura 2.4).



Figura 2.4 Baño ultrasónico AutoScience AS10200B.

Se trabajaron dos concentraciones de nanopartículas, 0.25 y 0.5% en peso de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, y para ciertos experimentos se usaron dos concentraciones de surfactante, 0.1 y 0.5% en peso de SPAN 80® (para asegurar la estabilidad de la dispersión y evitar aglomeración y precipitado de las nanopartículas) y temperaturas de preparación de 30 y 70°C. La fórmula (1) fue empleada para calcular la cantidad de material a emplear.

$$\varphi(\%) = \frac{m_{np}}{m_{np} + m_{fb}} \times 100\% \quad (1)$$

donde $\varphi(\%)$ es la fracción másica de nanopartículas en el fluido, m_{np} la masa de las nanopartículas y m_{fb} la masa del fluido base.

Para todas las pruebas se emplearon 280 gramos de nanofluido, por tanto, para preparar un nanofluido $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ /aceite al 0.5% de nanopartículas y 0.1% de surfactante las cantidades quedan de la siguiente manera:

$$\varphi(\%)_{Np's} = \frac{1.4g}{1.4g + 278.6g} \times 100 = 0.5\%$$

Es necesario pesar 278.32 g de aceite, 1.4 g de alúmina y 0.28 g de Span 80®.

2.3.3 Prueba de estabilidad de los nanofluidos

En primera instancia, se realizaron por el método de inspección visual, la cual consistió en tomar muestras de 15 ml de los nanofluidos y depositarlas en viales transparentes de iguales dimensiones, medir la altura inicial de la dispersión de nanopartículas H_0 , y dejarlos en condiciones estáticas por un periodo de tiempo definido previamente y medir en intervalos de tiempo la altura de la dispersión H_t , para posteriormente estimar la proporción de sedimentación con la siguiente fórmula (Mukherjee, 2020).

$$K_s = H_t / H_0 \quad (2)$$

También se tomaron fotografías inmediatamente después de la preparación de los nanofluidos para identificar si había aglomerados presentes o algún grado de sedimentación, y se repitió esta acción en intervalos controlados de tiempo documentando la proporción de sedimentación con respecto al tiempo como medida cualitativa de la estabilidad.

2.3.4 Pruebas reológicas

A través de un reómetro rotacional Brookfield modelo DV-III Ultra se llevó a cabo la medición del esfuerzo cortante (τ), la razón de deformación (dv/dy) y la viscosidad del fluido base y de los nanofluidos (μ), como se observa en la Figura 2.5. Esto datos sirvieron para determinar si los fluidos se comportan como fluidos Newtonianos o no, también como una medida indirecta de la estabilidad de los nanofluidos, verificando si hay cambios en la viscosidad con respecto al tiempo.

Para la medición se tomaron muestras de 16 ml de fluido, el cual es vertido en el depósito del reómetro, para someterlo a diferentes velocidades angulares, desde 30 hasta 250 rpm, en intervalos de 20 rpm. Se realizaron pruebas con aceite nuevo, usado y mezcla 50-50%v, a temperatura controlada de 27°C y 70°C, con nanofluidos a base de aceite nuevo a 70°C y con nanofluidos a base de aceite usado a 30 y 70°C, para ver el comportamiento a temperatura ambiente y a la temperatura de operación del proceso.



Figura 2.5 Reómetro Brookfield modelo DV-III Ultra.

Para la regulación de la temperatura se usó un equipo marca LabTech modelo LCB-11D (Figura 2.6), el cual tiene un depósito de agua que es calentada a través de resistencias eléctricas y mediante una bomba se hace pasar el fluido por los conductos hacia el depósito externo del reómetro con un flujo constante, lo que permite alcanzar un equilibrio térmico entre el agua caliente y el fluido de temple para evitar fluctuaciones de temperatura.



Figura 2.6 Regulador de temperatura LabTech LCB-11D.

2.3.5 Pruebas de temple

Para la realización de los temple se usó una mufla Felisa modelo FE-340 que alcanza temperaturas hasta los 1100°C, Figura 2.7. La temperatura del horno se fijó a 840°C, ligeramente por encima de la temperatura de austenización del acero 4140R y se mantiene por un lapso de 75 minutos para asegurar una temperatura constante y uniforme dentro del horno, posteriormente se introdujo la probeta por un periodo de 30 minutos para permitir una distribución uniforme de la temperatura tanto exterior como interior en la pieza y garantizar una completa austenización, una vez alcanzado este tiempo se procedió a sacar la pieza de la mufla y depositarla en el baño de temple lo más rápido posible para evitar al máximo las pérdidas de calor por contacto con el aire.



Figura 2.7 Mufla Felisa FE-340.

La pieza fue sumergida completamente en el fluido de temple por un periodo de 10 minutos, el fluido se mantuvo a una temperatura de 30 o 70°C y a una agitación constante de 350 o 1200 rpm, dependiendo del experimento, esto con ayuda de una parrilla de calentamiento Cole-Parmer modelo StableTemp (03407-10), este set se encuentra representado en la Figura 2.8. Como se comentó con anterioridad, el volumen del fluido usado fue 10 veces la masa de la pieza, para asegurar una buena transferencia de la energía térmica de la probeta hacia el medio, evitando el aumento de la temperatura; ya que las probetas tienen una masa promedio de 26.3 g el volumen de fluido de temple empleado es de 263 ml.



Figura 2.8 Sistema experimental para pruebas de temple.

Como se observa en la imagen, se usó una canastilla de malla de acero inoxidable con el fin de evitar que la probeta cayera hasta el fondo del recipiente y chocara con el agitador magnético, así como permitir el paso del fluido de temple por los orificios de la malla.

2.3.6 Prueba de dureza

Ya que la prueba de dureza mide la resistencia de la superficie de un material a la penetración por un objeto duro y se relaciona de forma cualitativa con la resistencia al desgaste del material (Newell, 2011), fue usada para caracterizar las probetas. Las pruebas fueron realizadas en el Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI) e ITP Aero Querétaro, bajo la norma ASTM E384 (ASTM International, 2017), por medio del ensayo de dureza Vickers (**HV**) con un durómetro marca Wilson modelo Tukon 1202 y un durómetro Future-Tech modelo FM-1. Las piezas fueron cortadas transversalmente y posteriormente preparadas siguiendo la norma ASTM E3 (ASTM International, 2017), con la intención de generar una superficie plana, libre de defectos y luego pulida para evitar errores en el proceso de indentación o la medición de la diagonal, la carga aplicada fue de 500 g_f por un lapso de 10 segundos, mediante un indentador en forma de pirámide con base cuadrada hecha de diamante. La distancia entre indentaciones siguió la recomendación de al menos 2.5 veces la distancia de la diagonal de indentación para evitar interferencia entre las mediciones. En este caso, se hicieron 13 mediciones a partir del borde de la superficie exterior de la probeta y hasta el centro geométrico de la misma para generar un perfil completo.

La dureza se obtuvo mediante la relación matemática entre la carga aplicada y la dimensión de la huella, como se muestra en la ecuación siguiente.

$$HV = 1854.4 P/d^2 \quad (3)$$

donde P es la carga aplicada en gramos fuerza, y d es el promedio de la longitud de las dos diagonales de indentación en micrómetros.

2.3.7 Análisis de microestructura

Antes de llevar a cabo las micrografías, fue necesario preparar las probetas, esta preparación se hizo en base a la norma ASTM E3 (ASTM International, 2017), la cual recomienda que la sección a revisar debe ser cortada con un equipo que cuente con sistema de enfriamiento para evitar alterar la microestructura de la pieza, retirar cualquier recubrimiento, residuo de grasa o refrigerante del proceso de corte con ayuda de solvente para proceder al montaje. En este caso, las piezas fueron montadas en moldes cilíndricos con el uso de resina epóxica activada mediante catalizador como lo muestra la Figura 2.9, una vez curadas las probetas se realizó el desbaste manual con el uso de lijas de agua de grano 80, 120, 220, 320, 400, 600, 1000 y 1200 con el fin de conseguir un acabado fino en la superficie, aplicando agua constantemente para limpieza de residuos de la propia lija y del material, y como medio de enfriamiento.



Figura 2.9 Probetas montadas, desbastadas y pulidas.

Posterior al desbaste, se realizó el pulido de la pieza, con el uso de una pulidora marca Buehler modelo MetaServ 250 equipada con un paño de pulido (Figura 2.10), que es mojado con unas soluciones con alúmina de 1 y 0.3 μm como agente abrasivo, la pieza es frotada sobre el paño hasta obtener un acabado espejo, que es necesario para que el microscopio pueda detectar

la microestructura, posteriormente se llevó a cabo un ataque químico con Nital (ácido nítrico en etanol al 2%) para mejorar el contraste de los límites de grano y poder visualizar las microestructuras.



Figura 2.10 Pulidora Buehler MetaServ 250.

La determinación de la microestructura se llevó a cabo por medio de un microscopio óptico marca Nikon modelo Eclipse LV100ND como se muestra en la Figura 2.11, el cual permite magnificar la imagen para hacer los detalles visibles, esto es posible por un sistema de lentes compuestas que secuencialmente aumentan la imagen, el lente objetivo amplía el espécimen, creando una imagen real de la muestra que luego es magnificada por el lente ocular para formar la imagen final, el incremento del tamaño se define multiplicando el aumento del lente objetivo por el aumento del lente ocular (Sandle, 2016). Las micrografías fueron tomadas a 200 y 500 aumentos.



Figura 2.11 Microscopio óptico Nikon Eclipse LV100ND.

CAPÍTULO III

EXPERIMENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

Esta sección se presentan los resultados obtenidos de las pruebas experimentales realizadas en este proyecto. Como se comentó en la sección anterior, las pruebas están divididas en dos etapas: 1 – pruebas con aceite térmico, variando agitación y uso del aceite, 2 – pruebas con aceite térmico, variando nivel de uso del aceite, concentración de nanopartículas de alúmina, concentración de surfactante y temperatura del fluido. La nomenclatura empleada para la designación de los fluidos usados se presenta en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Nomenclatura de los diferentes fluidos empleados.

Terminología	Características
<i>N350</i>	Aceite nuevo sin nanopartículas (Np's), 350 rpm, 70°C
<i>N1200</i>	Aceite nuevo sin Np's, 1200 rpm, 70°C
<i>U350</i>	Aceite usado sin Np's, 350 rpm, 70°C
<i>U1200</i>	Aceite usado sin Np's, 1200 rpm, 70°C
<i>M350</i>	Mezcla aceite nuevo-usado al 50%v sin Np's, 350 rpm, 70°C
<i>M1200</i>	Mezcla aceite nuevo-usado al 50%v sin Np's, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf N1</i>	Nanofluido aceite nuevo-0.25% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.1% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf N2</i>	Nanofluido aceite nuevo-0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.1% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf N3</i>	Nanofluido aceite nuevo-1.0% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.1% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf U1</i>	Nanofluido aceite usado-0.25% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.1% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf U2</i>	Nanofluido aceite usado-0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.1% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf U3</i>	Nanofluido aceite usado-0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , sin S80, 1200 rpm, 70°C
<i>Nf U4</i>	Nanofluido aceite usado-0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.1% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 30°C
<i>Nf U5</i>	Nanofluido aceite usado-0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.5% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 30°C
<i>Nf U6</i>	Nanofluido aceite usado-0.5% <i>m</i> Al ₂ O ₃ , 0.5% <i>m</i> S80, 1200 rpm, 70°C

3.1 Caracterización del aceite térmico

Las Tablas 3.2 y 3.3 muestran los resultados obtenidos al someter el aceite térmico Ternoil 79® en condición de nuevo, usado y mezcla de nuevo-usado al 50%v a niveles de agitación en el reómetro rotacional. Se realizaron pruebas a dos temperaturas de trabajo, 27 y 70°C,

para tener una referencia a temperatura ambiente y a las condiciones de operación del proceso de temple a nivel industrial; la temperatura se mantuvo constante durante todo el tiempo de las pruebas con el uso de un baño termostático. Por recomendación del manual de operación del equipo, sólo se toman en cuenta los valores correspondientes a torque mayor a 10%, pues se garantiza así una mayor precisión de los resultados, por esta razón hay una diferencia entre el número de datos a 27 y 70°C.

Tabla 3.2 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para aceite nuevo, usado y mezcla a 27°C.

<i>rpm</i>	<i>Fluido:</i>		<i>Aceite nuevo</i>		<i>Aceite usado</i>		<i>Mezcla 50-50%v</i>	
	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)	
50	61.2	20.7	12.7	20.7	12.7	20.7	12.8	
70	85.6	20.8	17.8	20.8	17.8	20.8	17.8	
90	110	20.8	22.9	20.8	22.9	20.8	22.9	
110	135	20.8	28.1	20.8	27.9	20.8	28	
130	159	20.8	33.1	20.8	33	20.8	33.1	
150	183	20.8	38.2	20.8	38.1	20.8	38.2	
170	208	20.8	43.3	20.8	43.3	20.9	43.4	
190	232	20.8	48.4	20.9	48.5	20.9	48.5	
210	257	20.8	53.6	20.9	53.6	20.9	53.7	
230	281	20.9	58.5	20.9	58.9	21	58.9	
250	306	20.9	63.9	20.9	64	21	64.1	

Tabla 3.3 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para aceite nuevo, usado y mezcla a 70°C.

<i>rpm</i>	<i>Fluido:</i>		<i>Aceite nuevo</i>		<i>Aceite usado</i>		<i>Mezcla 50-50%v</i>	
	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)	
130	159	5.37	8.84	5.32	8.45	5.37	8.69	
150	183	5.38	10.1	5.38	9.86	5.38	9.86	
170	208	5.38	11.4	5.38	11.2	5.38	11.2	
190	232	5.39	12.8	5.42	12.6	5.39	12.5	
210	257	5.42	14.2	5.46	14	5.42	13.9	
230	281	5.45	15.6	5.48	15.4	5.45	15.2	
250	306	5.48	16.8	5.5	16.8	5.48	16.8	

A 27°C los valores de viscosidad son congruentes con los reportados por el fabricante del aceite (17-22 cP a 37°C). Para visualizar la tendencia de los datos se realizaron gráficos de esfuerzo de corte contra razón de deformación (Figura 3.1) y de viscosidad contra razón de deformación (Figura 3.2). Como se observa en la Figura 3.1, los datos presentan una tendencia lineal ($R^2 \approx 1$), es decir, una proporcionalidad entre la magnitud de la razón de deformación y el

esfuerzo de corte aplicado De aquí se puede establecer que el aceite Ternoil 79® es un *fluido Newtoniano*, pues es correspondiente con la ley de Newton de la viscosidad, ecuación (4).

$$\tau = \mu \frac{du}{dy} \quad (4)$$

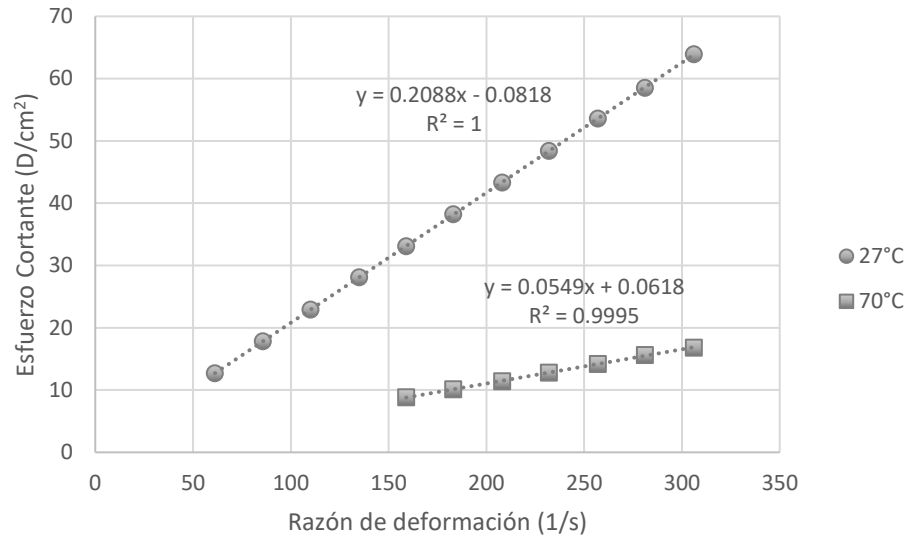


Figura 3.1 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para aceite nuevo a 27 y 70°C.

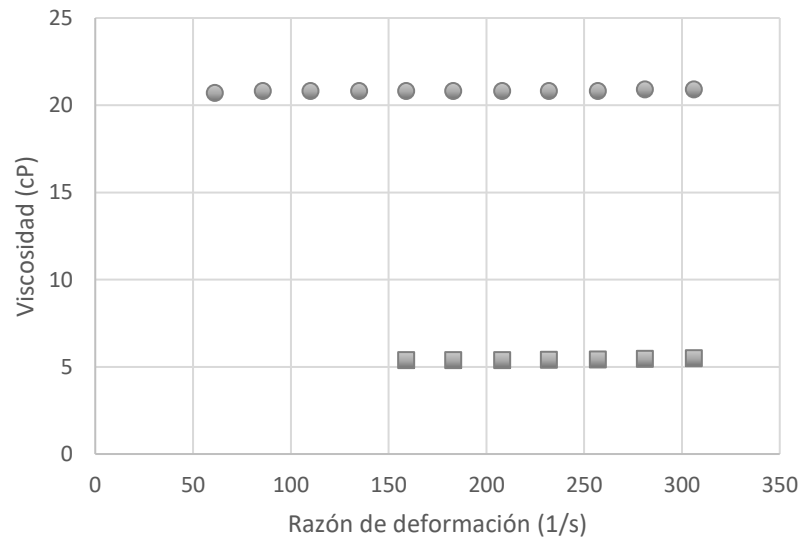


Figura 3.2 Comparación de viscosidad vs razón de deformación para aceite nuevo a 27 y 70°C.

La Figura 3.2 muestra que la viscosidad permanece constante frente al cambio en la razón de deformación, lo que también confirma el comportamiento ya mencionado del fluido, pues los fluidos no Newtonianos tienden a aumentar o disminuir el valor de la viscosidad al cambiar el valor de du/dy . Por otra parte, como era de esperarse, el valor de la viscosidad disminuye con

el aumento de la temperatura, esto es un factor favorable, pues aumenta la energía de las moléculas de aceite, propiciando una mayor movilidad de las mismas en el seno del fluido, desembocando en una mejora en la transferencia de calor entre las piezas templadas y el medio de temple.

Con el fin de mostrar la tendencia de cada tipo de fluido, en las Figuras 3.3 a 3.6 se muestran representaciones gráficas de los tres fluidos mencionados, para las mismas temperaturas.

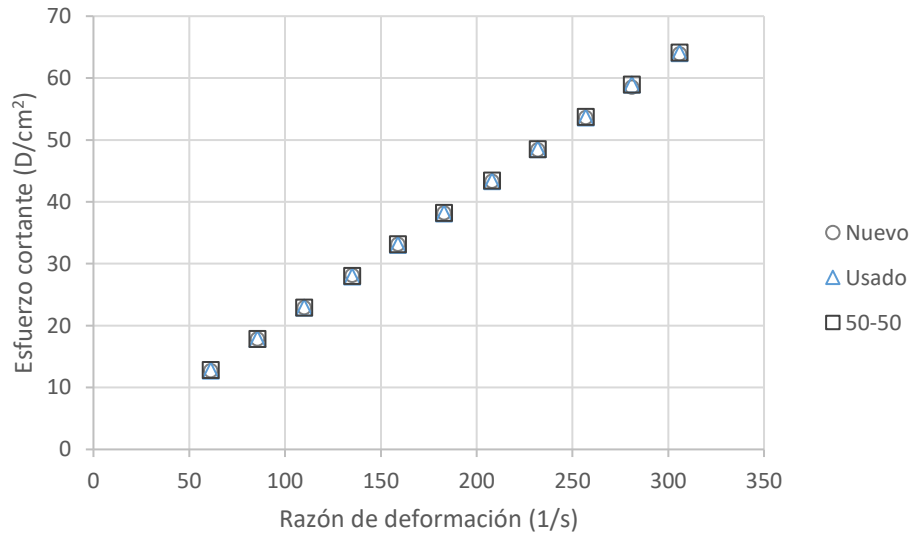


Figura 3.3 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 27°C.

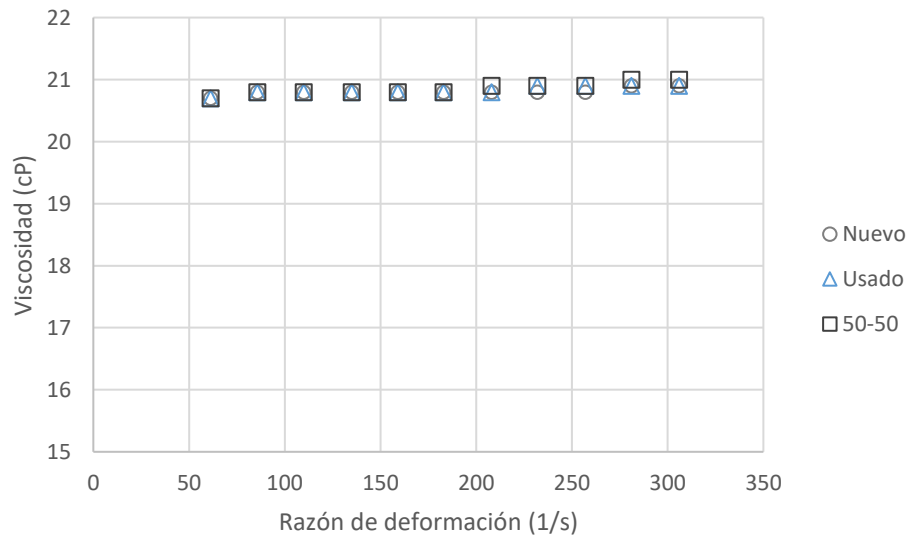


Figura 3.4 Comparativa de viscosidad vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 27°C.

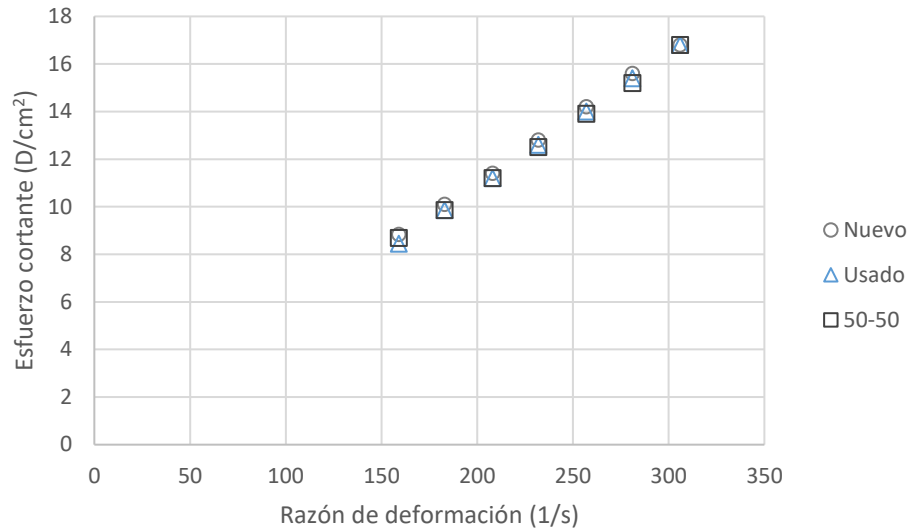


Figura 3.5 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 70°C.

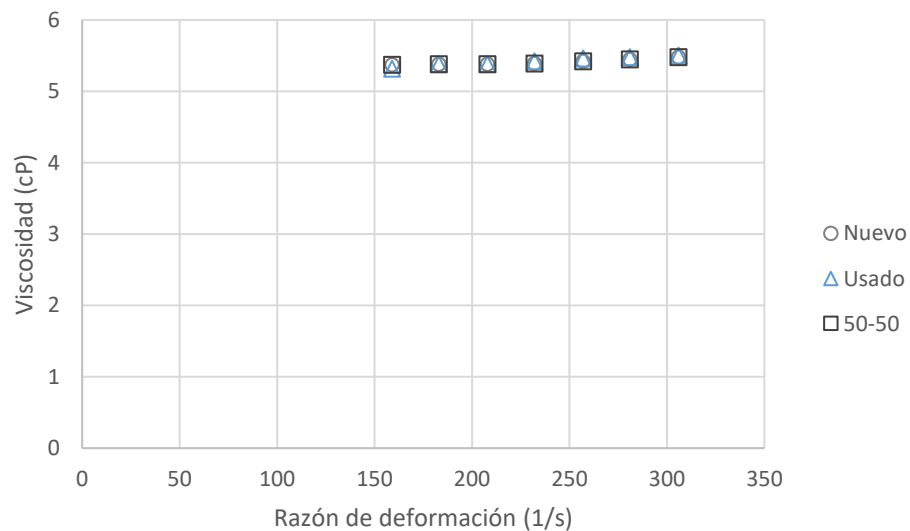


Figura 3.6 Comparativa de viscosidad vs razón de deformación para aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 70°C.

Como se puede observar en los gráficos anteriores, el aceite térmico, ya sea en condición de nuevo, usado o mezcla de ambos al 50%v, tiene un comportamiento reológico muy similar, tanto así que las mediciones se superponen en varios puntos, es decir, el comportamiento de la viscosidad no se ve sustancialmente alterado con el nivel de uso del aceite a las diferentes temperaturas evaluadas, y su comportamiento sigue siendo Newtoniano a pesar del desgaste.

3.2 Caracterización de los nanofluidos

3.2.1 Caracterización de las nanopartículas

Como se comentó en la sección de antecedentes, se tomó como referencia la caracterización realizada por García-Salas (2019) sobre las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Sigma Aldrich® (no. de producto: 544833-50G), las cuales sí cumplen con el parámetro de tamaño promedio menor a 50 nm; sin embargo, es posible observar (Figura 1.5) que las partículas presentan cierto grado de aglomeración, razón por la cual, durante la preparación de los nanofluidos, se someten a agitación mecánica y baño ultrasónico, lo que permite reducir al mínimo los aglomerados y favorecer su integración en el fluido.

3.2.2 Inspección visual de nanofluidos

Para la preparación de los nanofluidos fue aplicado un proceso de estabilización química, mediante la adición del surfactante Span 80®, y uno de estabilización mecánica, a través de 2 horas de agitación en una plancha magnética, seguida de 2 horas en un baño ultrasónico. Con el fin de dar un seguimiento a la estabilidad se tomaron muestras de 15 mL de todos los nanofluidos preparados y fueron depositados en viales transparentes, los cuales fueron resguardados y mantenidos en reposo durante todo el periodo de estudio. Para la documentación se tomaron fotografías justo después de la preparación y dos veces más en el transcurso de una semana. En las Figuras 3.7 a 3.17 se presentan los resultados.

Durante el proceso fue posible observar que, para el caso del nanofluido de concentración 1.0%_m de nanopartículas, se presentaba cierto grado de precipitación justo al término de la preparación, lo que indica inestabilidad de la suspensión, por lo cual se decidió trabajar posteriormente con concentraciones más bajas. En la Figura 3.7 es posible ver que al cabo de 7 días se presenta una sección más clara en la parte superior del fluido, situación que se hace más marcada con el paso del tiempo; esto es un indicador del asentamiento de las nanopartículas.

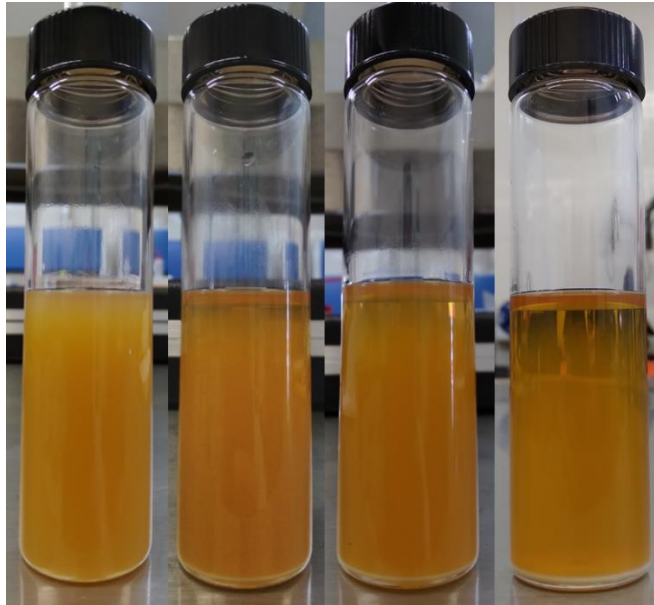


Figura 3.7 Seguimiento visual nanofluido con aceite nuevo al 1.0% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 7, 12 y 105 días después.



Figura 3.8 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite nuevo al 1.0% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 7 y 12 días después.

La Figura 3.8 muestra el grado de sedimentación de las nanopartículas; no es posible percibir agregados o sedimento el día de preparación (primera imagen de izquierda a derecha), sin embargo, como ya se comentó, la precipitación se presentó en el vaso de precipitado donde se realizó la preparación. Hay una precipitación evidente en los días posteriores a la elaboración.

Para el fluido con concentración de 0.5% m de Al_2O_3 no hay precipitación evidente al finalizar la preparación, sin embargo, esta también se presenta en los días subsiguientes, así como la clarificación de la parte superior del fluido (Figura 3.9).

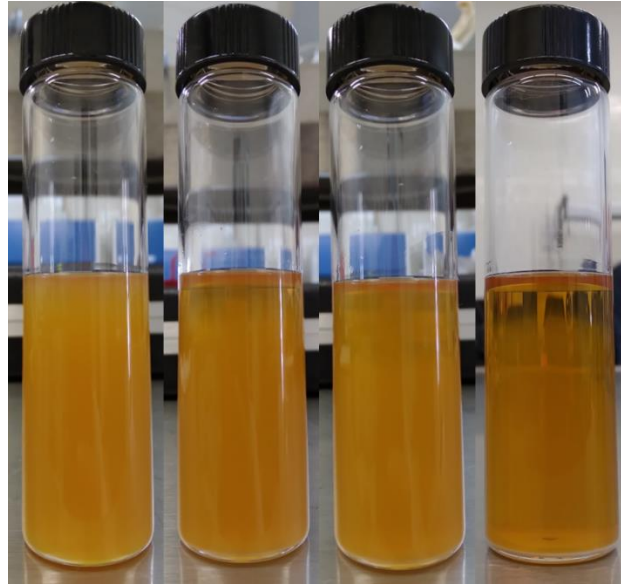


Figura 3.9 Seguimiento visual nanofluido con aceite nuevo al 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5, 7 y 100 días después.

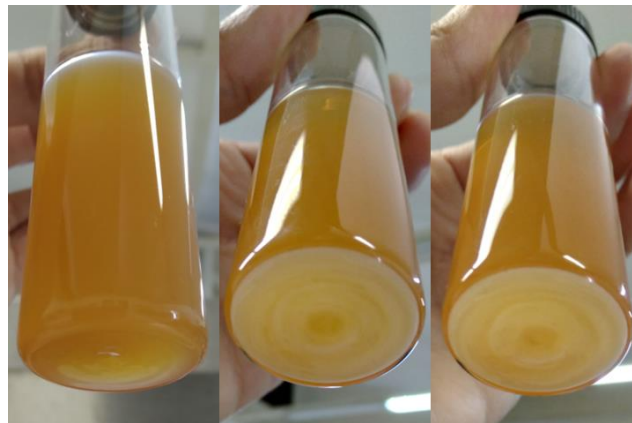


Figura 3.10 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite nuevo al 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5 y 7 días después.

Nuevamente se presenta la sedimentación de las nanopartículas de alúmina al poco tiempo (Figura 3.10). Observando la Figura 3.11 (aceite nuevo/0.25% m alúmina), es notorio que todos estos nanofluidos siguen el mismo comportamiento (Figuras 3.7 a 3.12); un corto periodo de estabilidad donde no se percibe aglomeración de partículas dentro del fluido ni precipitación,

seguido de una rápida sedimentación de las partículas, y la consiguiente clarificación del seno del fluido (más evidente a baja concentración).

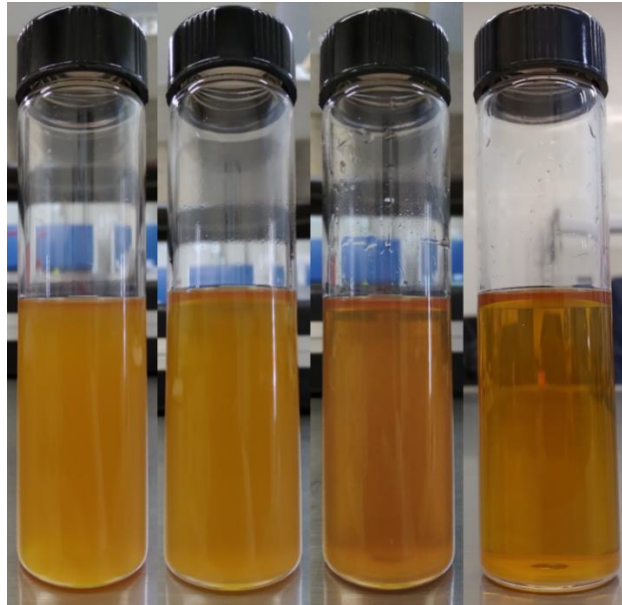


Figura 3.11 Seguimiento visual nanofluido con aceite nuevo al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3, 7 y 90 días después.

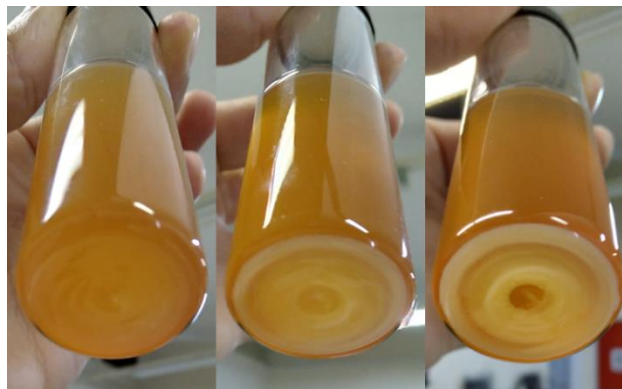


Figura 3.12 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite nuevo al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3 y 7 días después.

En la Figura 3.13 se muestra como el nivel de sedimentación es proporcional a la concentración de nanopartículas en el fluido, es decir, entre mayor es la concentración de nanopartículas, mayor es el grado de precipitación.

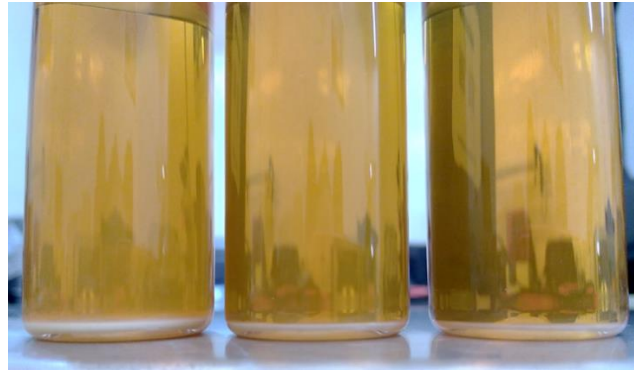


Figura 3.13 Comparación de nivel de sedimentación para nanofluidos con aceite nuevo al 1.0%*m*, 0.5%*m* y 0.25%*m* de alúmina a 90 días de su preparación.

En los nanofluidos a base de aceite nuevo fue posible este tipo de análisis por la transparencia del fluido, sin embargo, para el caso de los nanofluidos preparados con aceite usado, la coloración oscura no permite observar la separación de las fases. En estos, no se perciben aglomerados o sedimentación durante la preparación, lo que indica una buena dispersión, y aunque no es posible visualizar como se va separando la fase sólida de la líquida al ir sedimentando (Figuras 3.14 y 3.16), al revisar la parte inferior del vial es clara la precipitación de las nanopartículas en los días siguientes a la preparación (Figuras 3.15 y 3.17). Aunque, aparentemente, el comportamiento del nanofluido a base de aceite nuevo y usado es el mismo, en la siguiente sección se mostrará que presentan una diferencia significativa.

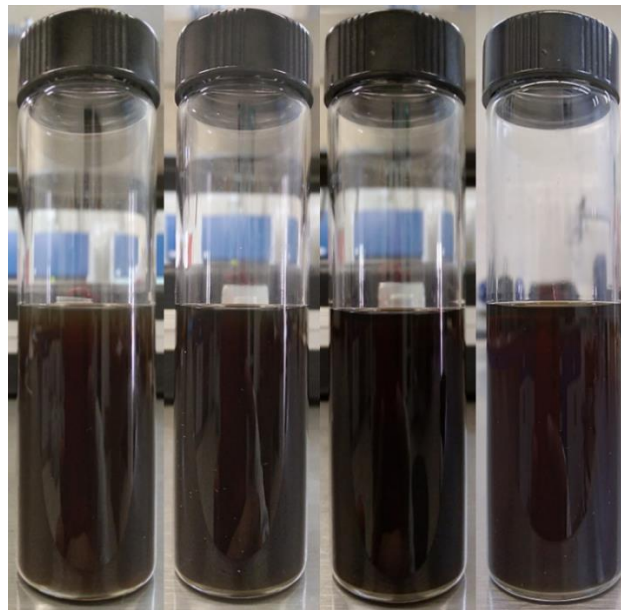


Figura 3.14 Seguimiento visual nanofluido con aceite usado al 0.5%*m* de Al_2O_3 , 0.1%*m* de S80 y 70°C, el día de preparación, 3, 8 y 90 días después.



Figura 3.15 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite usado al 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 3, y 8 días después.

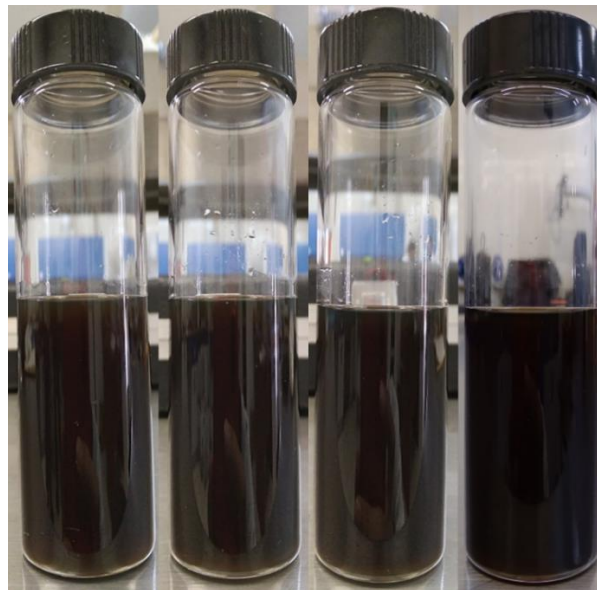


Figura 3.16 Seguimiento visual nanofluido con aceite usado al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5, 7 y 90 días después.



Figura 3.17 Seguimiento de sedimentación nanofluido con aceite usado al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C, el día de preparación, 5, y 7 días después.

3.2.3 Pruebas reológicas de nanofluidos

Al igual que el aceite térmico, los nanofluidos preparados fueron evaluados mediante pruebas de viscosidad. Las Tablas 3.4 y 3.5 presentan los resultados para nanofluidos a base de aceite nuevo con concentraciones de alúmina de 0.25%*m*, 0.5%*m* y 1.0%*m*, y para nanofluidos a base de aceite usado con 0.25%*m* y 0.5%*m* de alúmina, el resto de las condiciones permanecen constantes para ambos casos: 0.1%*m* de surfactante, agitación de 1200 rpm y temperatura de trabajo de 70°C.

Tabla 3.4 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para nanofluidos a base de aceite nuevo a diferentes concentraciones de alúmina y 70°C.

<i>rpm</i>	<i>Nf N1</i>		<i>Nf N2</i>		<i>Nf N3</i>		
	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)
130	159	5.37	8.45	5.42	8.61	5.42	8.61
150	183	5.38	9.86	5.46	10	5.42	10
170	208	5.42	11.3	5.46	11.3	5.5	11.4
190	232	5.42	12.6	5.46	12.7	5.52	12.9
210	257	5.42	13.9	5.49	14.1	5.58	14.4
230	281	5.45	15.3	5.54	15.6	5.65	15.9
250	306	5.48	16.8	5.58	17.1	5.68	17.5

Tabla 3.5 Valores de esfuerzo cortante y viscosidad para nanofluidos a base de aceite usado a diferentes concentraciones de alúmina y 70°C.

<i>rpm</i>	<i>Nf U1</i>		<i>Nf U2</i>		
	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	τ (D/cm ²)	μ (cP)	τ (D/cm ²)
130	159	5.32	8.45	5.32	8.45
150	183	5.33	9.78	5.33	9.78
170	208	5.35	11.1	5.38	11.2
190	232	5.36	12.4	5.39	12.5
210	257	5.39	13.8	5.42	13.9
230	281	5.4	15.2	5.43	15.3
250	306	5.43	16.5	5.45	16.7

A continuación, se presenta la comparación de esfuerzo-deformación y viscosidad-deformación para nanofluido preparado con aceite nuevo con una concentración de 0.5%*m* de alúmina, y nanofluido preparado con aceite usado con la misma concentración de nanopartículas. Nuevamente se presenta una relación lineal entre el esfuerzo de corte y la razón de deformación (Figura 3.18), y la viscosidad permanece constante ante el cambio en la razón de deformación (Figura 3.19), para los dos tipos de nanofluidos. Por lo tanto, el fluido sigue siendo Newtoniano después de la adición de nanopartículas de alúmina.

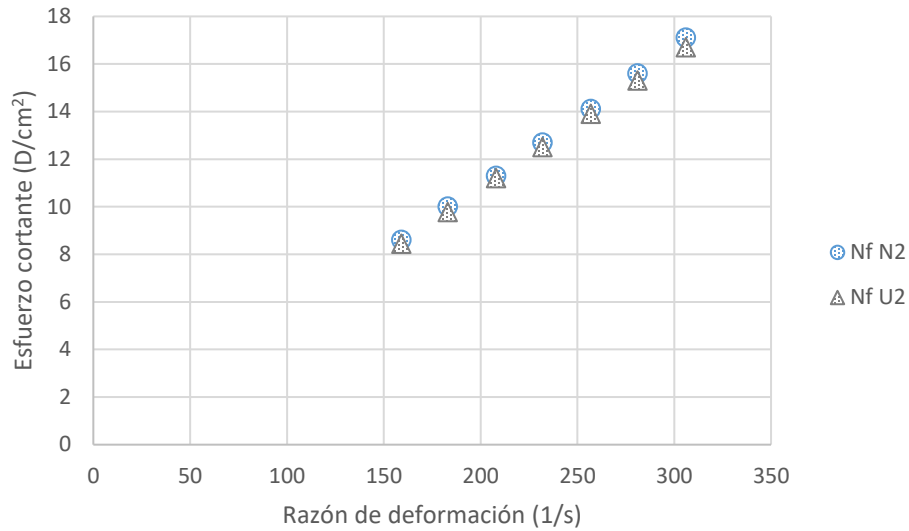


Figura 3.18 Comparación de esfuerzo vs razón de deformación para nanofluidos a base de aceite nuevo y usado con 0.5% m Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C.

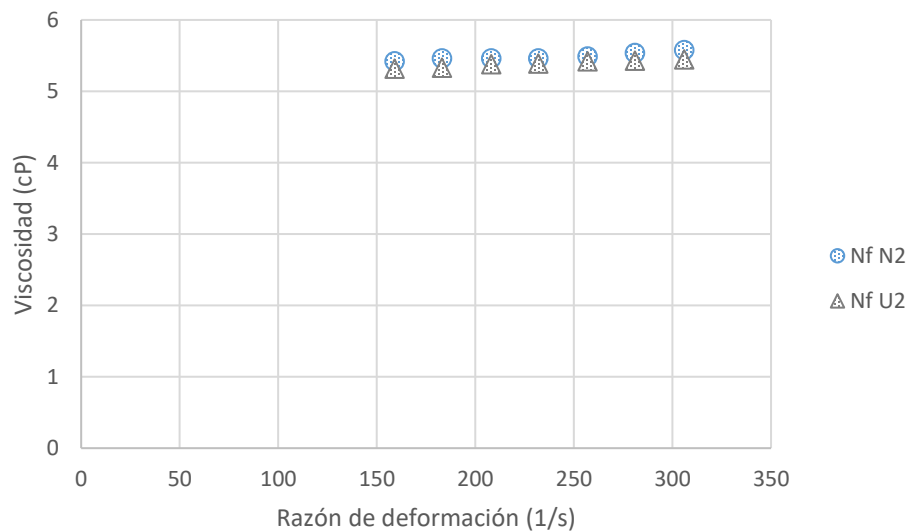


Figura 3.19 Comparación de viscosidad vs razón de deformación para nanofluidos a base de aceite nuevo y usado con 0.5% m Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C.

Este comportamiento se presenta en todos los niveles de uso del aceite y en los diferentes nanofluidos preparados. Por lo tanto, se puede establecer que el fluido es Newtoniano en todos los rangos de temperatura y concentración de alúmina y surfactante estudiados.

De modo complementario, con el fin de dar un seguimiento a la estabilidad de los nanofluidos, se verificó la viscosidad de los mismos dos veces más durante el transcurso de una semana; se midió la viscosidad del aceite nuevo sin nanopartículas y se comparó con el aumento en la viscosidad de los nanofluidos, que es más notorio el día de preparación, y en las siguientes

mediciones se presentó menor porcentaje de aumento en la viscosidad, lo que de manera indirecta indica la proporción de nanopartículas suspendidas en el aceite. El cálculo del porcentaje de incremento de la viscosidad dinámica (D.V.I.) fue hecho mediante la ecuación (5) (Asadi, 2018).

$$D.V.I. = \left[\frac{\mu_{nf}}{\mu_{bf}} - 1 \right] \times 100\% \quad (5)$$

donde μ_{nf} representa la viscosidad del nanofluido y μ_{bf} la viscosidad del fluido base.

La Tabla 3.6 registra los valores de viscosidad para un nanofluido preparado con aceite nuevo y 1.0%*m* de alúmina, las mediciones corresponden al día de preparación y una semana después.

Tabla 3.6 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo con 1.0%*m* de Al₂O₃, 0.1%*m* de S80 y 70°C.

<i>rpm</i>	<i>Fluido:</i>			
	<i>dv/dx (1/s)</i>	<i>Aceite</i> μ (cP)	<i>Nf N3 Día 0</i> μ (cP)	<i>Nf N3 Día 7</i> μ (cP)
130	159	5.32	5.42	5.32
150	183	5.33	5.42	5.33
170	208	5.38	5.5	5.35
190	232	5.39	5.52	5.39
210	257	5.39	5.58	5.39
230	281	5.43	5.65	5.4
250	306	5.45	5.68	5.43

Al graficar los datos de la tabla anterior (Figura 3.20), es posible notar, que el nanofluido Nf N1 tiene un aumento en la viscosidad con respecto al aceite sin nanopartículas; utilizando la ecuación (5) se determinó que el aumento corresponde a un 2.86% el día de la preparación, no obstante, al medir la viscosidad 7 días después, manteniendo el nanofluido en reposo, los valores descienden hasta igualarse a los valores del aceite sin nanopartículas, lo que indica que la mayoría de las nanopartículas de alúmina se han precipitado.

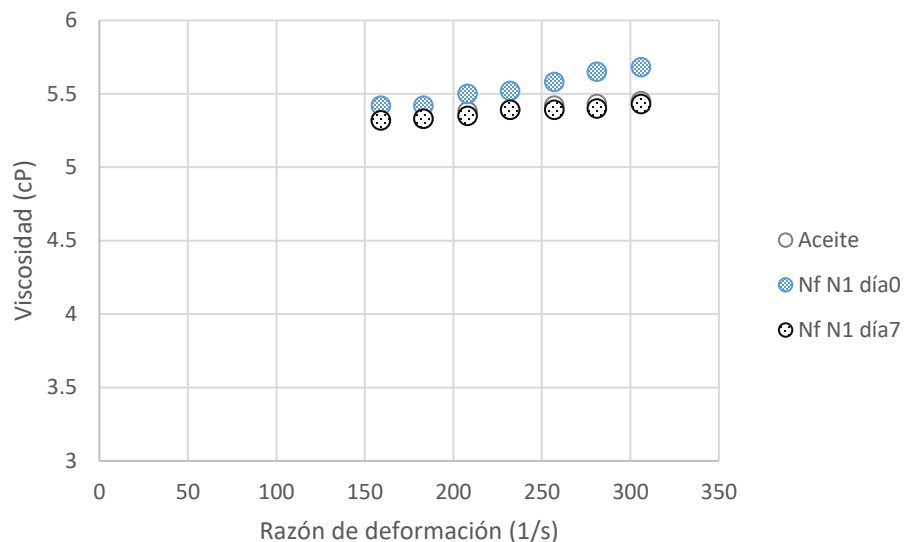


Figura 3.20 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo al 1.0% m de Al_2O_3 y $70^\circ C$

Como se indicó en la sección anterior, sigue habiendo una pequeña fracción de alúmina en el aceite, pues aún hay turbidez en el seno del fluido, pero la proporción es tan pequeña que ya no tiene impacto sobre el valor de la viscosidad.

En la Tabla 3.7 se presentan los valores de viscosidad correspondientes a un nanofluido preparado con aceite nuevo y 0.5% m de alúmina, para el día de preparación, 2 días y una semana después.

Tabla 3.7 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo con 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y $70^\circ C$.

Fluido:		Nf N2 Día 0	Nf N2 Día 2	Nf N2 Día 7
<i>rpm</i>	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)
130	159	5.42	5.32	5.32
150	183	5.42	5.38	5.33
170	208	5.46	5.38	5.38
190	232	5.46	5.39	5.39
210	257	5.49	5.39	5.42
230	281	5.51	5.4	5.45
250	306	5.53	5.4	5.45

Para el caso del nanofluido aceite nuevo con 0.5% m de alúmina, el aumento en la viscosidad al momento de la síntesis fue de 1.91%, pero al medir la viscosidad 2 días después ya había descendido al valor del aceite sin nanopartículas; lo mismo se observó para la medición 7 días después (Figura 3.21).

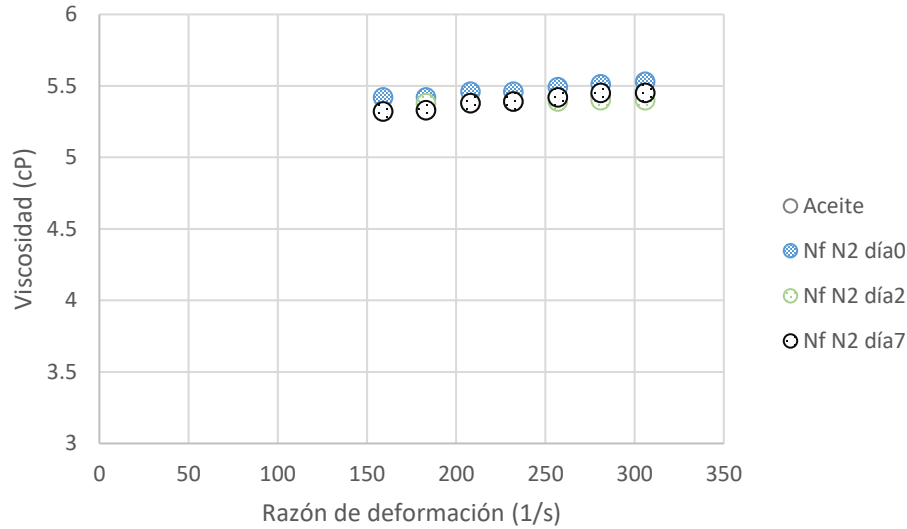


Figura 3.21 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo al 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.1% de S80 y 70°C.

En la Tabla 3.8 se encuentran los valores de viscosidad para a un nanofluido preparado con aceite nuevo y 0.25%*m* de alúmina, para mediciones realizadas el día de preparación, 2 días y una semana después.

Tabla 3.8 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo con 0.25%*m* de Al₂O₃, 0.1%*m* de S80 y 70°C.

<i>Fluido:</i>		<i>Nf N1 Día 0</i>	<i>Nf N1 Día 2</i>	<i>Nf N1 Día 7</i>
<i>rpm</i>	<i>dv/dx (1/s)</i>	<i>μ (cP)</i>	<i>μ (cP)</i>	<i>μ (cP)</i>
130	159	5.37	5.37	5.32
150	183	5.38	5.38	5.38
170	208	5.42	5.38	5.38
190	232	5.42	5.39	5.39
210	257	5.42	5.39	5.42
230	281	5.45	5.43	5.43
250	306	5.48	5.45	5.45

Para el nanofluido aceite nuevo con 0.25%*m* de alúmina se registró un aumento en la viscosidad de 0.66% al momento de la preparación y, a diferencia de los dos nanofluidos anteriores, a los 2 días conserva un aumento del 0.26%, y a los 7 días uno del 0.20% (Figura 3.22).

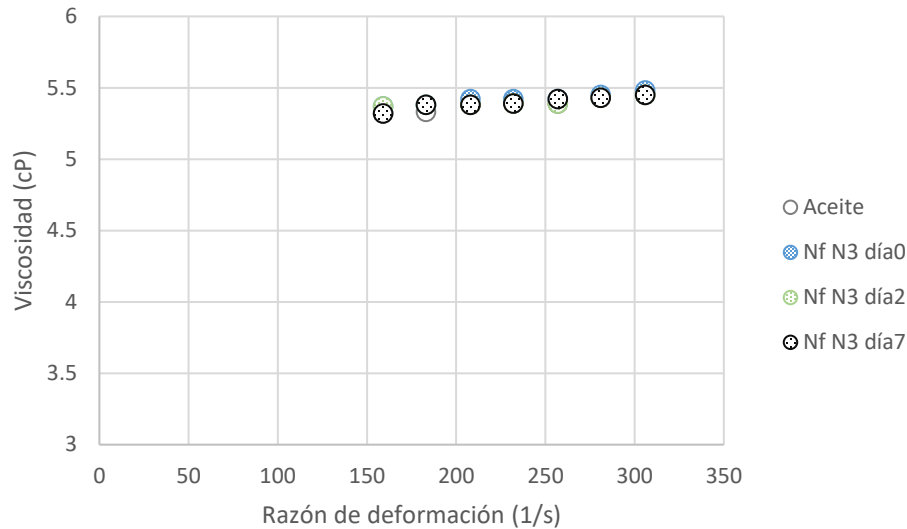


Figura 3.22 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite nuevo al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C.

A partir de los resultados se deduce que, para aceite nuevo, entre menor es la concentración de nanopartículas mejor es la estabilidad de estas en el fluido, debido a que, a muy bajas concentraciones, las partículas están más dispersas y hay menos probabilidad de que interactúen y se aglomeren, por lo que, pueden permanecer por más tiempo en suspensión.

El mismo análisis se realizó para los nanofluidos preparados con aceite usado, obteniendo resultados interesantes. Se midió la viscosidad del aceite usado sin nanopartículas y se comparó con la viscosidad de los nanofluidos a diferentes periodos de tiempo en el transcurso de una semana. Los resultados se presentan a continuación.

Tabla 3.9 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C.

Fluido:		Aceite	Nf U2 Día 0	Nf U2 Día 2	Nf U2 Día 8
<i>rpm</i>	dv/dx (1/s)	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)
130	159	5.27	5.32	5.32	5.32
150	183	5.29	5.33	5.38	5.33
170	208	5.31	5.38	5.38	5.35
190	232	5.32	5.39	5.39	5.36
210	257	5.33	5.42	5.39	5.39
230	281	5.37	5.43	5.4	5.4
250	306	5.38	5.45	5.4	5.4

La Figura 3.23 representa los datos correspondientes a un nanofluido a base de aceite usado y 0.5% m de Al_2O_3 , el cual alcanza un aumento en la viscosidad de 1.20% el día de

preparación, manteniendo un aumento de 1.05% dos días después y de 0.75% ocho días después, con respecto al aceite usado sin nanopartículas de alúmina. En comparación con los nanofluidos preparados con aceite nuevo, estos presentan un menor aumento en la viscosidad para la misma concentración, lo que indica una mayor continuidad del fluido, es decir, al haber menor aglomeración de nanopartículas, la distribución de sólidos es más uniforme a lo largo del fluido, lo que incide directamente sobre el valor de la viscosidad; además, se conserva parte del aumento en la viscosidad una semana después de su elaboración, lo que denota mayor estabilidad, pues hay cierta fracción de nanopartículas que continua en suspensión.

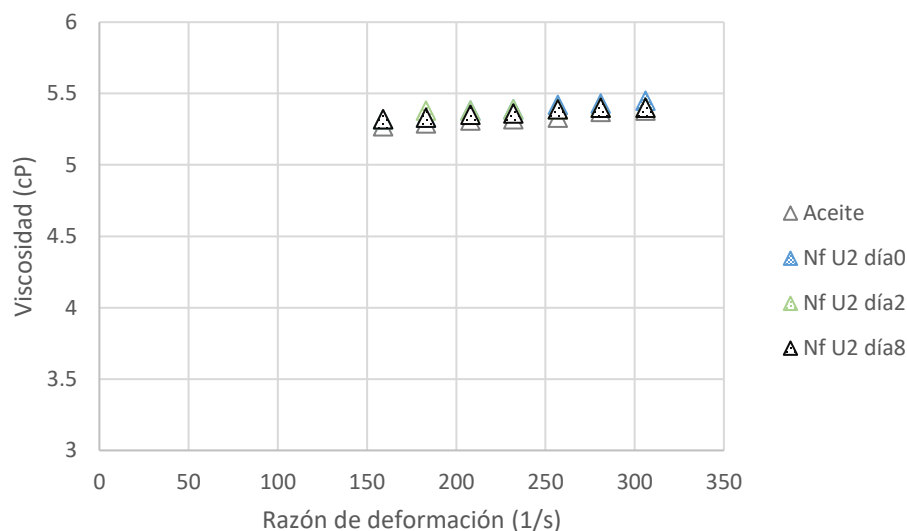


Figura 3.23 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C.

En la Tabla 3.10 se muestran los valores de viscosidad para un nanofluido preparado a base de aceite usado con 0.25% m de Al_2O_3 , para el día de elaboración, cinco y siete días después.

Tabla 3.10 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% m de S80 y 70°C.

Fluido:		Nf U1 Día 0	Nf U1 Día 5	Nf U1 Día 7
<i>rpm</i>	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)
130	159	5.32	5.27	5.32
150	183	5.33	5.29	5.33
170	208	5.35	5.35	5.35
190	232	5.36	5.36	5.36
210	257	5.39	5.36	5.36
230	281	5.4	5.4	5.37
250	306	5.43	5.43	5.4

La Figura 3.24 corresponde al nanofluido con aceite usado y 0.25% m de alúmina; el incremento en la viscosidad para este fluido es de 0.82% el día de preparación, cinco días después conserva un incremento del 0.50% el cual se mantiene siete días después.

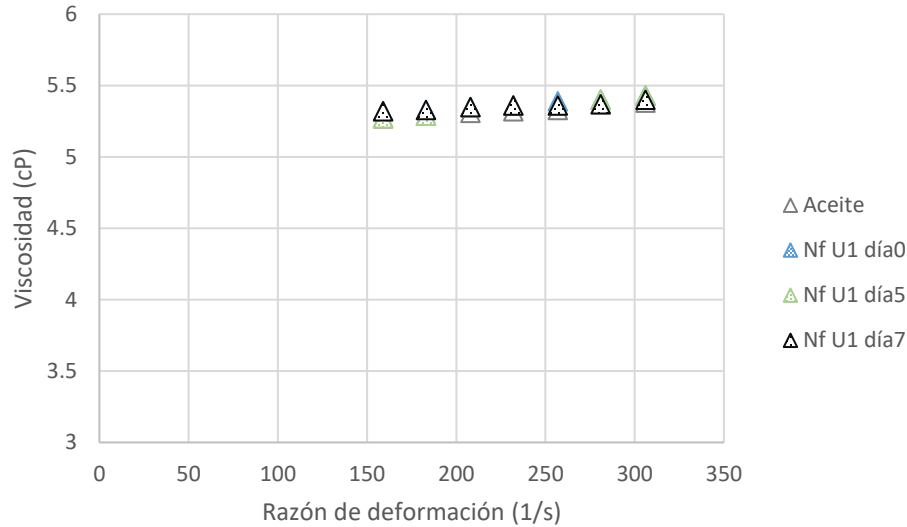


Figura 3.24 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% de S80 y 70°C.

Dado lo anterior, se deduce que el aceite usado causa mayor estabilidad de las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, razón por la cual se procedió a una revisión de la literatura para identificar la causa de este comportamiento, ya que originalmente se esperaba que la mejor respuesta se obtuviera con los nanofluidos preparados con aceite nuevo. En este sentido, los nanofluidos preparados con aceite nuevo, presentan baja estabilidad de la suspensión y, con base en todas las mediciones de viscosidad, se encuentra que en un periodo de 24 horas la mayoría de las nanopartículas han sedimentado. Como se mostrará en la siguiente sección, también las piezas templadas con estos nanofluidos presentan una menor dureza que las tratadas con nanofluidos a base de aceite usado.

Sobre el tema de la estabilidad de las partículas, Ji et al. (2021) reportan que las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ tienen una carga eléctrica superficial dependiente del pH: cuando el pH es menor a 6 la carga superficial es positiva, para pH entre 6 y 8 manifiestan carga cero, y cuando es mayor a 8 es negativa. Con base en lo anterior, el punto de carga cero es una situación indeseable en el caso de los nanofluidos, ya que propicia la inestabilidad, lo cual se debe a que, a escala nanométrica, aumenta el efecto de atracción de las fuerzas de Van der Waals,

y las nanopartículas tienden a atraerse entre sí y, por lo tanto, a la agregación y posterior precipitación por acción de la fuerza de gravedad.

Tomando en cuenta lo antes mencionado, se procedió a medir el pH de los nanofluidos, encontrando que aquellos preparados con aceite nuevo tienen un pH entre 7 y 7.5, mientras que los nanofluidos preparados con aceite usado tienen un pH entre 4 y 4.5. De esto se deduce la razón de la diferencia en el comportamiento presentado: los nanofluidos a base de aceite nuevo caen dentro del rango de carga cero de las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, lo cual contribuye a su aglomeración y baja estabilidad de la dispersión, mientras que los nanofluidos a base de aceite usado caen en el rango que propicia una carga superficial positiva, que genera una repulsión electrostática entre partículas que supera a las fuerzas de Van der Waals, y evita su aglomeración.

Cabe mencionar que, la investigación sólo pretendía evaluar, en una etapa inicial, el impacto del nivel de uso del aceite y la velocidad de agitación del fluido, seguido de fijar el nivel de agitación y la cantidad de surfactante como estabilizador químico, para valorar el impacto de la concentración de nanopartículas en los dos niveles de uso del aceite, manteniendo una temperatura constante de 70°C para todos los fluidos empleados. No obstante, dados los resultados obtenidos, se decidió no seguir trabajando con el aceite nuevo para la elaboración de los nanofluidos, y enfocarse en su producción con aceite usado, dejando la concentración de alúmina como constante en 0.5%*m*, agregando algunas variables como el porcentaje de surfactante y la temperatura, para establecer los parámetros que proveen las mejores condiciones para el proceso de temple.

En la Tabla 3.11 se muestran los resultados correspondientes a un nanofluido preparado con aceite usado y 0.5%*m* de alúmina, sin la adición de surfactante y a una temperatura de 70°C, con la finalidad de identificar el impacto del surfactante en la estabilidad del nanofluido.

Tabla 3.11 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%*m* de Al_2O_3 , sin S80 y 70°C.

<i>rpm</i>	<i>Fluido:</i>		
	<i>dv/dx (1/s)</i>	<i>Nf U3 Día 0</i>	<i>Nf U3 Día 6</i>
130	159	5.32	5.32
150	183	5.33	5.33
170	208	5.35	5.35
190	232	5.36	5.36
210	257	5.39	5.36

230	281	5.43	5.4
250	306	5.43	5.4

Para el nanofluido sin Span 80® el aumento en la viscosidad corresponde a un 0.90%, y seis días después de su preparación conserva un aumento de 0.67% con respecto al fluido sin nanopartículas (Figura 3.25).

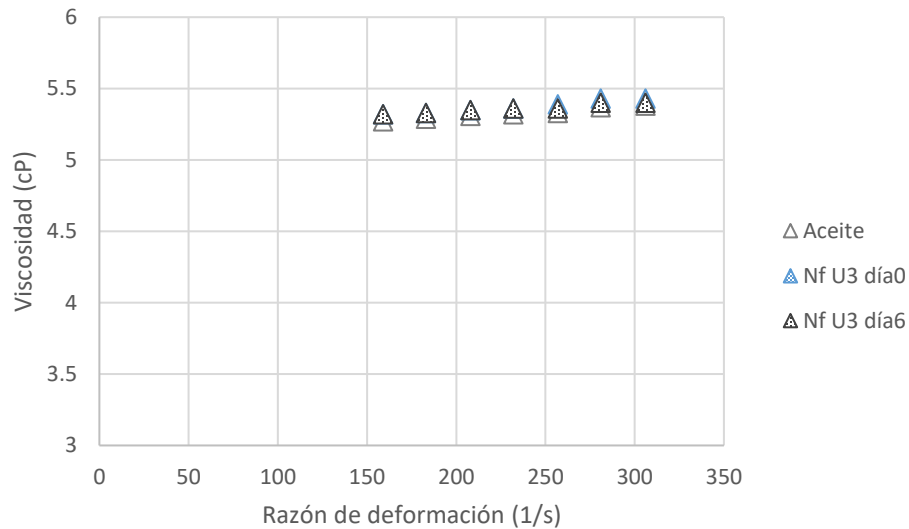


Figura 3.25 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5% m de Al_2O_3 , sin surfactante y 70°C.

De lo anterior, es posible establecer algunas conclusiones: 1) el surfactante tiene cierto efecto en el aumento de la viscosidad, pues el fluido Nf U2 bajo las mismas condiciones, pero con 0.1% m de Span 80® alcanza un aumento de 1.2%, 2) el pH tiene un efecto más sustancial sobre la estabilidad de las nanopartículas que el surfactante, pues aún sin su adición gran parte de las nanopartículas sigue en suspensión 6 días después de la síntesis.

Para confirmar este hecho se realizaron pruebas bajo las mismas condiciones, pero aumentando la concentración de surfactante a 0.5% m , los resultados se encuentran en la Tabla 3.12.

Tabla 3.12 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.5%*m* de S80 y 70°C.

<i>rpm</i>	<i>Fluido:</i>			
	<i>dv/dx</i> (1/s)	<i>Nf U6 Día 0</i> μ (cP)	<i>Nf U6 Día 2</i> μ (cP)	<i>Nf U6 Día 7</i> μ (cP)
130	159	5.37	5.32	5.32
150	183	5.38	5.33	5.33
170	208	5.42	5.35	5.35
190	232	5.42	5.36	5.36
210	257	5.42	5.39	5.39
230	281	5.45	5.43	5.4
250	306	5.48	5.43	5.43

El fluido Nf U6 presenta mayor aumento en la viscosidad (Figura 3.26), 1.8%, con respecto a su similar con menos cantidad de S80 (Nf U2), por tanto, atribuible al aumento en la cantidad de surfactante, que también fue visible al momento de la síntesis; dos días después de la preparación el porcentaje de aumento era de 0.90% y siete días después de 0.83%.

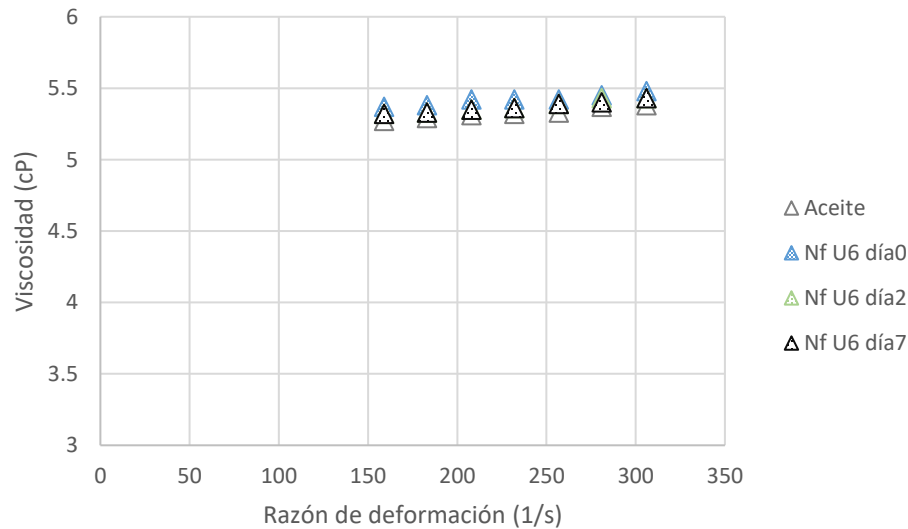


Figura 3.26 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.5%*m* de S80 y 70°C.

Con el fin de determinar si la temperatura tiene algún efecto en el comportamiento de los nanofluidos se desarrollaron dos variantes más, manteniendo constante la concentración de alúmina (0.5%*m*), la agitación (1200 rpm) y el tipo de aceite (usado), bajando la temperatura a 30°C y variando la concentración de surfactante (0.1%*m* y 0.5%*m*); también se midió la viscosidad del aceite usado sin nanopartículas a 30°C, para su comparación, y los resultados se muestran a en las Tablas 3.13 y 3.14.

Tabla 3.13 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.1%*m* de S80 y 30°C.

<i>rpm</i>	<i>Fluido:</i>				
	<i>dv/dx (1/s)</i>	<i>Aceite</i>	<i>Nf U4 Día 0</i>	<i>Nf U4 Día 2</i>	<i>Nf U4 Día 7</i>
	<i>dv/dx (1/s)</i>	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)
50	61.2	18.6	18.8	18.6	18.6
70	85.6	18.6	18.8	18.7	18.6
90	110	18.6	18.8	18.7	18.6
110	135	18.6	18.9	18.7	18.7
130	159	18.6	18.9	18.8	18.7
150	183	18.6	18.9	18.8	18.7
170	208	18.7	18.9	18.8	18.7
190	232	18.7	19	18.8	18.8
210	257	18.7	19	18.9	18.8
230	281	18.8	19	18.9	18.8
250	306	18.8	19	18.9	18.9

En la Figura 3.27 se aprecia una mayor variación en los datos en comparación con las demás gráficas: el aumento en la viscosidad el día de la preparación fue de 1.31%, a los dos días de 0.63% y a los siete días de 0.29%.

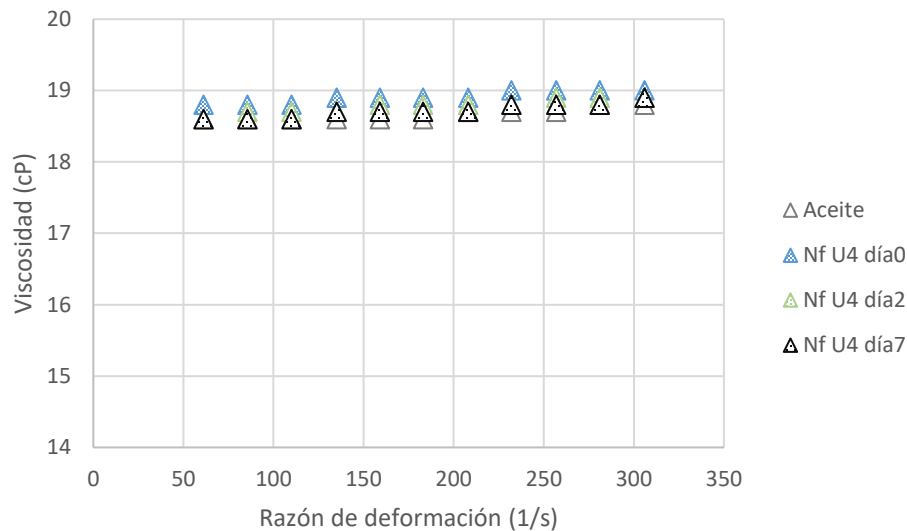


Figura 3.27 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.1%*m* de S80 y 30°C.

De estos resultados se infiere que a temperaturas cercanas a la ambiente, y a bajas concentraciones de surfactante, disminuye la estabilidad, de tal forma que a mayores temperaturas el aumento en la energía de las moléculas de fluido y el movimiento Browniano de las nanopartículas, favorece la permanencia de las partículas en suspensión.

Tabla 3.14 Seguimiento de la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado con 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.5%*m* de S80 y 30°C.

Fluido:		Nf U5 Día 0	Nf U5 Día 2	Nf U5 Día 7
<i>rpm</i>	<i>dv/dx</i> (1/s)	μ (cP)	μ (cP)	μ (cP)
50	61.2	18.9	18.7	18.7
70	85.6	18.9	18.7	18.7
90	110	18.9	18.8	18.8
110	135	18.9	18.9	18.9
130	159	19	18.9	18.9
150	183	19	18.9	18.9
170	208	19	18.9	18.9
190	232	19.1	18.9	18.9
210	257	19.1	19	19
230	281	19.1	19	19
250	306	19.2	19	19

Nuevamente, al incrementar el porcentaje de S80 se aprecia un aumento en la viscosidad (Figura 3.28), específicamente 1.85% con respecto al aceite usado sin nanopartículas, sin embargo, dos y siete días después de la preparación el aumento en la viscosidad se mantiene en 1.16%, lo que indica que a bajas temperaturas el aumento en la concentración de surfactante sí favorece la estabilidad de las partículas en suspensión.

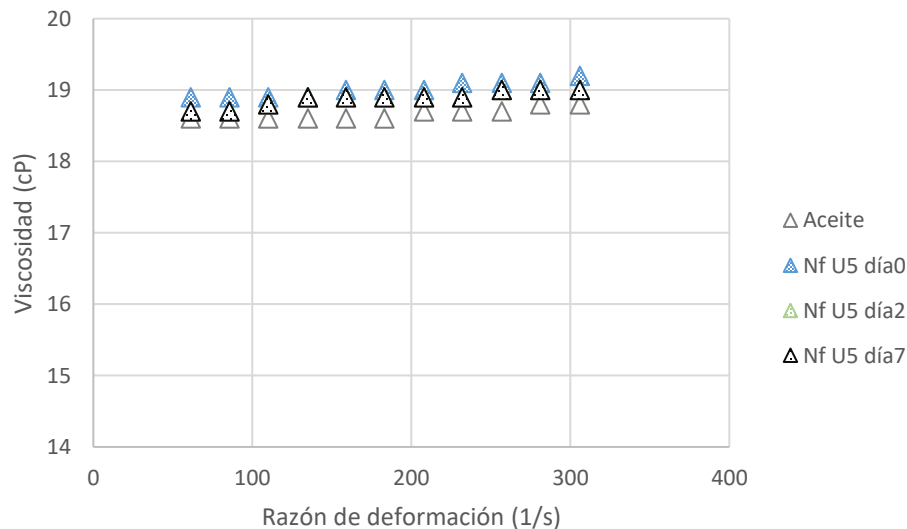


Figura 3.28 Seguimiento del cambio en la viscosidad para nanofluido a base de aceite usado al 0.5%*m* de Al₂O₃, 0.5%*m* de S80 y 30°C.

La tabla 3.15 muestra un condensado de los valores de aumento en la viscosidad con respecto al tiempo para cada nanofluido.

Tabla 3.15 Aumento porcentual de la viscosidad en función del tiempo.

Fluido	Día 0	Día 2	Día 7
Nf N1	0.66%	0.26%	0.20%
Nf N2	1.91%	0.0%	0.0%
Nf N3	2.86%	-	0.0%
Nf U1	0.82%	0.50%	0.50%
Nf U2	1.20%	1.05%	0.75%
Nf U3	0.90%	-	0.67%
Nf U4	1.31%	0.63%	0.29%
Nf U5	1.85%	1.16%	1.16%
Nf U6	1.80%	0.90%	0.83%

3.3 Caracterización de probetas templadas

3.3.1 Pruebas de dureza para piezas templadas con aceite

Las probetas fueron cortadas transversalmente para identificar la penetración del temple. Las pruebas realizadas reportan un perfil de dureza desde el borde de la probeta hasta el centro geométrico de la misma, dando un total de 13 indentaciones por perfil, la primera a 0.15 mm del borde y las siguientes a 0.5 mm entre una y otra, respetando las recomendaciones de la norma ASTM E384 (ASTM International, 2017).

Con la finalidad de tener una referencia del cambio en la dureza del material tratado, se midió la dureza de dos probetas de acero 4140R sin tratamiento térmico, dando un valor promedio de todas las mediciones de **226.4 HV**. La Figura 3.29 muestra el perfil de dureza del blanco.

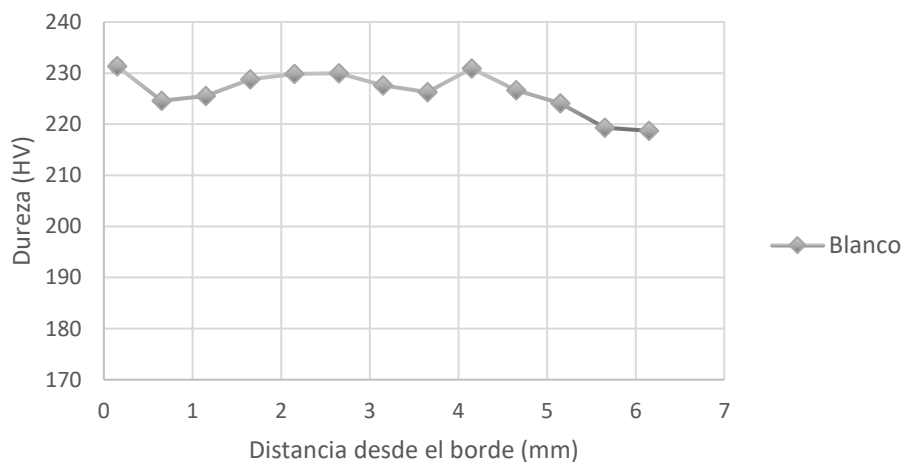


Figura 3.29 Perfil de dureza de probetas sin tratamiento térmico.

Partiendo de lo anterior, la Tabla 3.16 muestra los resultados obtenidos de las piezas templadas en aceite sin nanopartículas, variando el tiempo de uso y el nivel de agitación; los valores representan el promedio de todos los perfiles hechos para cada tipo de fluido.

Tabla 3.16 Valores de dureza promedio y desviación estandar para fluido base sin nanopartículas a diferentes posiciones.

Fluido	N350	N1200	U350	U1200	M350	M1200
<i>d</i> (mm)	HV (x10²)	HV (x10²)	HV (x10²)	HV (x10²)	HV (x10²)	HV (x10²)
0.15	5.98 ± 0.27	6.08 ± 0.30	5.56 ± 0.48	5.74 ± 0.50	5.91 ± 0.21	5.82 ± 0.42
0.65	6.04 ± 0.22	6.06 ± 0.19	5.74 ± 0.56	5.83 ± 0.22	5.90 ± 0.11	5.89 ± 0.27
1.15	5.93 ± 0.21	6.22 ± 0.20	5.77 ± 0.52	5.92 ± 0.35	6.04 ± 0.11	6.00 ± 0.29
1.65	6.07 ± 0.34	6.26 ± 0.20	5.96 ± 0.61	6.05 ± 0.33	6.18 ± 0.22	6.23 ± 0.35
2.15	6.16 ± 0.54	6.41 ± 0.19	6.01 ± 0.65	6.09 ± 0.47	6.40 ± 0.20	6.21 ± 0.30
2.65	6.08 ± 0.41	6.48 ± 0.29	6.02 ± 0.72	5.85 ± 0.51	6.38 ± 0.21	6.26 ± 0.21
3.15	6.15 ± 0.50	6.45 ± 0.24	6.01 ± 0.73	5.79 ± 0.72	6.37 ± 0.20	6.50 ± 0.25
3.65	6.12 ± 0.51	6.37 ± 0.30	5.88 ± 0.67	5.61 ± 0.82	6.34 ± 0.15	6.32 ± 0.25
4.15	5.95 ± 0.55	6.44 ± 0.21	5.88 ± 0.68	5.69 ± 0.96	6.38 ± 0.10	6.16 ± 0.23
4.65	6.02 ± 0.60	6.22 ± 0.12	5.91 ± 0.62	5.61 ± 0.89	6.18 ± 0.16	6.15 ± 0.33
5.15	5.96 ± 0.56	6.12 ± 0.15	5.78 ± 0.57	5.67 ± 0.78	6.08 ± 0.18	5.95 ± 0.19
5.65	5.82 ± 0.46	6.10 ± 0.25	5.68 ± 0.51	5.55 ± 0.73	5.97 ± 0.16	6.18 ± 0.27
6.15	5.91 ± 0.48	6.29 ± 0.15	5.80 ± 0.56	5.86 ± 0.56	5.98 ± 0.35	6.16 ± 0.32

Los datos anteriores permiten hacer una serie de comparaciones, con el objetivo de determinar qué combinación de variables ofrece las mejores prestaciones para el proceso de temple. Con ese propósito se graficaron combinaciones de diferentes perfiles.

En la Figura 3.30 es posible observar el impacto del tratamiento térmico en los valores de dureza con respecto al material sin tratamiento térmico, el cual tiene una dureza promedio de 226.4 HV, en comparación con las piezas templadas en aceite nuevo agitado a 1200 rpm, con dureza promedio de 627.52 HV. También se puede identificar la influencia del nivel de agitación en la severidad del temple con aceite nuevo, obteniendo durezas más altas con una velocidad de agitación de 1200 rpm, en comparación con una de 350 rpm.

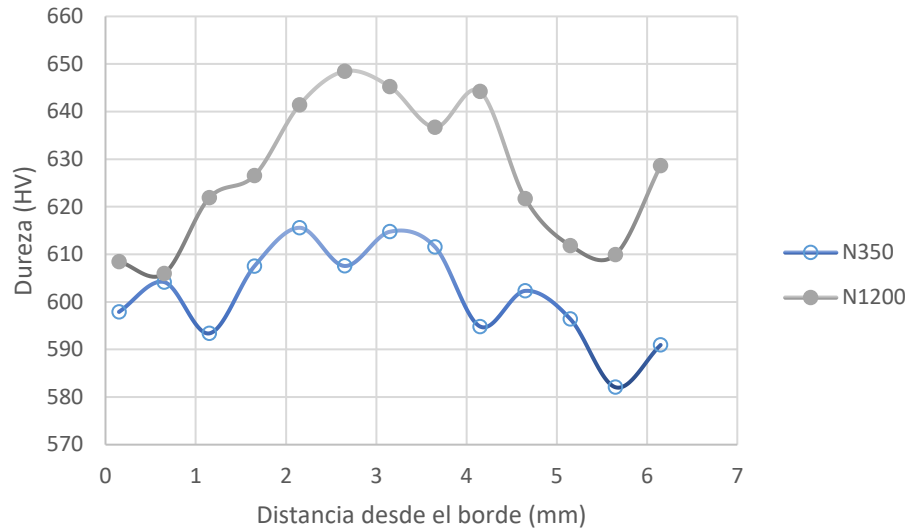


Figura 3.30 Perfiles de dureza para probetas templadas en aceite nuevo a 350 y 1200 rpm.

Al comparar el temple con tres tipos de fluidos sin nanopartículas a agitación baja (350 rpm), se aprecia una separación de los perfiles de dureza dependiendo de la calidad del aceite (Figura 3.31); las piezas templadas con la mezcla de aceites presentan las durezas más altas, las templadas con aceite usado tienen las durezas más bajas, mientras que con aceite nuevo tienen un comportamiento intermedio entre estos dos perfiles.

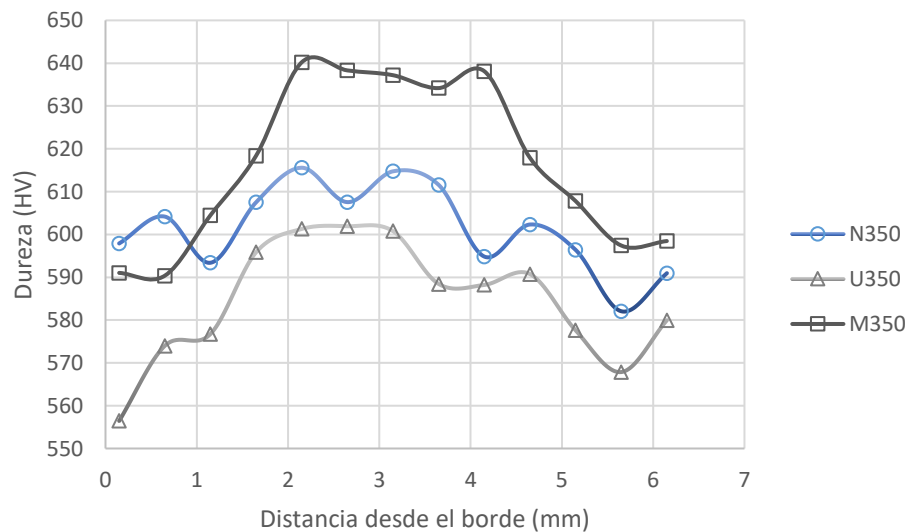


Figura 3.31 Perfiles de dureza para probetas templadas en aceite nuevo, usado y mezcla al 50%v a 350 rpm.

Comparando los resultados de los mismos fluidos anteriores a velocidades de agitación de 1200 rpm (Figura 3.32), las probetas templadas en aceite usado siguen presentando los

valores de dureza más bajos, aquellas templadas en aceite nuevo ahora tienen los mejores resultados, y la mezcla de aceites genera valores de dureza muy cercanos al aceite nuevo.

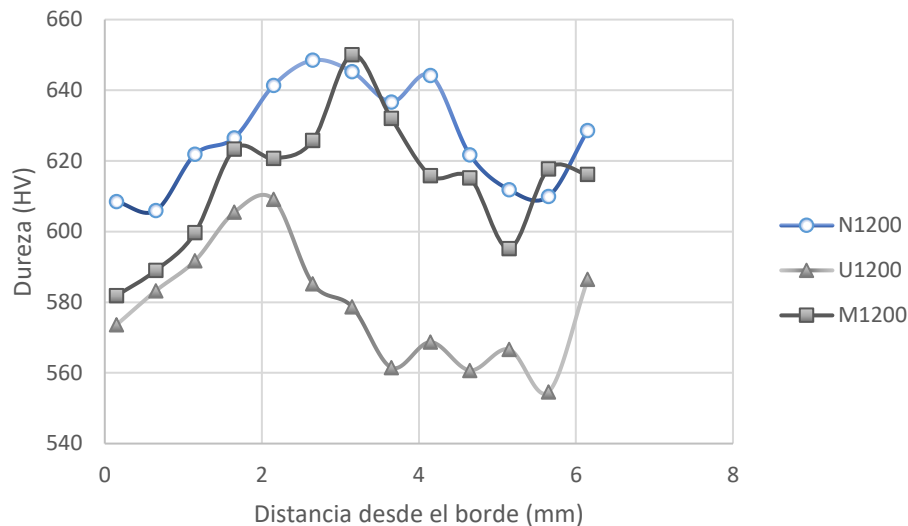


Figura 3.32 Perfiles de dureza para probetas templadas en aceite 50-50% a 350 y 1200 rpm.

Se puede identificar que el nivel de agitación tiene influencia sobre la efectividad del aceite nuevo, además, el uso de mezcla de aceite nuevo y usado, en combinación con una buena agitación, se perfila como una buena opción para mantener los estándares de calidad del proceso, ya que a nivel industrial no es posible reabastecer las tinas de temple con aceite nuevo periódicamente.

A partir de la información mostrada en la Tabla 3.16 se pueden inferir ciertas tendencias:

- La velocidad de agitación es un parámetro importante cuando se trabaja con aceite nuevo, obteniendo mejores resultados a altas velocidades de agitación.
- Un aceite muy gastado resultará en un descenso de la dureza del material, aún con una buena agitación, y una variabilidad de los resultados más grande.
- Al trabajar con mezcla de aceite 50-50%v se mejoran las propiedades térmicas del fluido, obteniendo valores de dureza más cercanos al aceite nuevo, y una tendencia muy homogénea. Sin embargo, los perfiles a 350 y 1200 rpm son muy similares, y lo mismo pasa con los perfiles de aceite usado, lo que indica que la velocidad de agitación no es un factor determinante en el resultado de la dureza cuando el aceite ya está desgastado.

Con base los datos anteriores, es posible tomar decisiones respecto a los parámetros del proceso de temple a nivel industrial, tomando en cuenta la calidad del aceite, la velocidad de agitación de la tina de templado y su efecto sobre el proceso, buscando mantener la calidad de las piezas tratadas en todo momento, por lo cual sería importante evitar seguir operando con un aceite que tiene mucho tiempo en uso.

3.3.2 Pruebas de dureza para piezas templadas con nanofluidos

De la misma forma que se evaluó la dureza de las piezas templadas con aceite sin nanopartículas, se caracterizaron las piezas templadas con todos los tipos de nanofluidos preparados. En la Tabla 3.17, se presentan los resultados obtenidos con los nanofluidos preparados con aceite nuevo a 0.25%*m*, 0.5%*m* y 1.0%*m* de alúmina, manteniendo constante la temperatura del baño a 70°C, la agitación a 1200 rpm y la concentración de surfactante en 0.1%*m*.

Tabla 3.17 Perfiles de dureza promedio y desviación estandar para nanofluidos a base de aceite nuevo a 0.25%*m*, 0.5%*m* y 1.0%*m* de alúmina.

<i>Fluido</i>	<i>Nf N1</i>	<i>Nf N2</i>	<i>Nf N3</i>
<i>d (mm)</i>	HV (x10 ²)	HV (x10 ²)	HV (x10 ²)
0.15	5.28 ± 0.99	5.36 ± 0.71	6.25 ± 0.23
0.65	5.38 ± 0.86	5.61 ± 0.63	6.26 ± 0.26
1.15	5.37 ± 0.89	5.66 ± 0.75	6.12 ± 0.28
1.65	5.41 ± 1.17	5.79 ± 1.01	6.17 ± 0.23
2.15	5.46 ± 1.26	5.46 ± 1.32	6.03 ± 0.25
2.65	5.54 ± 1.22	5.54 ± 1.13	5.86 ± 0.47
3.15	5.43 ± 1.19	5.52 ± 0.98	5.73 ± 0.36
3.65	5.56 ± 1.04	5.45 ± 1.02	5.63 ± 0.19
4.15	5.58 ± 1.06	5.31 ± 0.60	5.48 ± 0.63
4.65	5.46 ± 0.81	5.44 ± 0.90	5.28 ± 0.47
5.15	5.33 ± 0.80	5.31 ± 0.68	5.48 ± 0.11
5.65	5.53 ± 0.91	5.30 ± 0.76	5.41 ± 0.26
6.15	5.40 ± 0.75	5.36 ± 0.53	5.09 ± 0.16

La variación en los resultados de desviación estandar es atribuible a que el acero 4140R es un material diseñado para cambios de fase y dependiendo de la fase en la que se haga la microindentación arrojará valores acordes esa microestructura, aunque habrá una fase dominante, en este caso, la martensita. La Figura 3.33 registra los perfiles de dureza obtenidos con los nanofluidos preparados con aceite nuevo; adicionalmente, se añadió el perfil del aceite nuevo sin nanopartículas, con el fin de comparar el impacto de las nanopartículas en el proceso de temple.

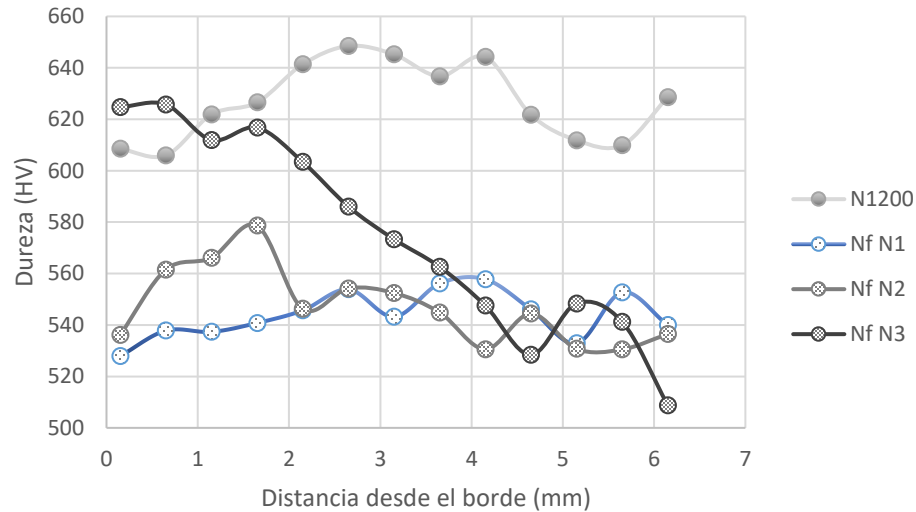


Figura 3.33 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos al 0.25% μ m, 0.5% μ m y 1.0% μ m de Al_2O_3 , 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.

En la figura puede observarse claramente que las piezas templadas con los nanofluidos presentan durezas promedio menores que aquellas templadas en aceite sin nanopartículas. Lo anterior era de esperarse, dados los resultados de estabilidad obtenidos en la sección anterior, al tener un pH dentro del rango de carga cero, que actúa en detrimento del desempeño de las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, las cuales tienden a aglomerarse formando zonas de baja y alta concentración, en adición a la precipitación, que fue visible al término del proceso de temple, causando una transferencia de calor no uniforme entre las piezas y el medio.

Como se mencionó en la sección anterior, con base en el desempeño de los nanofluidos preparados con aceite nuevo se tomó la decisión de seguir la evaluación del proceso de temple únicamente con nanofluidos preparados con aceite usado, ya que presentaron mejores resultados en las pruebas de estabilidad. Las variantes de los nanofluidos preparados comprenden dos concentraciones de nanopartículas, dos concentraciones de surfactante y dos temperaturas de la tina de temple. La Tabla 3.18 presenta los valores de dureza promedio para cada tratamiento en cada posición evaluada desde el borde hasta el centro de las piezas, y sus desviaciones estándar.

Tabla 3.18 Valores de dureza promedio y desviación estándar para nanofluidos a base de aceite usado a diferentes posiciones.

<i>Fluido</i>	<i>Nf U1</i>	<i>Nf U2</i>	<i>Nf U3</i>	<i>Nf U4</i>	<i>Nf U5</i>	<i>Nf U6</i>
<i>d (mm)</i>	HV ($\times 10^2$)	HV ($\times 10^2$)	HV ($\times 10^2$)	HV ($\times 10^2$)	HV ($\times 10^2$)	HV ($\times 10^2$)
0.15	5.87 ± 0.26	5.93 ± 0.17	5.86 ± 0.31	5.82 ± 0.35	6.15 ± 0.07	6.19 ± 0.11
0.65	5.95 ± 0.03	5.92 ± 0.07	5.79 ± 0.11	6.08 ± 0.24	6.00 ± 0.21	6.10 ± 0.19
1.15	6.06 ± 0.17	6.00 ± 0.20	5.99 ± 0.16	6.10 ± 0.30	6.07 ± 0.32	5.94 ± 0.23
1.65	6.22 ± 0.16	6.22 ± 0.17	6.22 ± 0.44	6.25 ± 0.29	6.26 ± 0.25	6.16 ± 0.20
2.15	6.27 ± 0.19	6.34 ± 0.24	6.38 ± 0.19	6.40 ± 0.22	6.32 ± 0.15	6.28 ± 0.22
2.65	6.41 ± 0.10	6.33 ± 0.08	6.40 ± 0.14	6.46 ± 0.29	6.29 ± 0.28	6.40 ± 0.18
3.15	6.43 ± 0.21	6.27 ± 0.07	6.33 ± 0.17	6.50 ± 0.18	6.56 ± 0.46	6.19 ± 0.27
3.65	6.39 ± 0.15	6.27 ± 0.17	6.38 ± 0.03	6.51 ± 0.35	6.25 ± 0.37	6.21 ± 0.19
4.15	6.34 ± 0.20	6.22 ± 0.19	6.10 ± 0.29	6.40 ± 0.34	6.07 ± 0.40	6.17 ± 0.22
4.65	6.09 ± 0.13	6.21 ± 0.13	6.05 ± 0.18	6.28 ± 0.30	6.14 ± 0.49	5.86 ± 0.21
5.15	6.00 ± 0.12	6.03 ± 0.12	5.74 ± 0.14	6.03 ± 0.31	5.94 ± 0.42	5.92 ± 0.36
5.65	6.03 ± 0.29	6.08 ± 0.17	6.07 ± 0.29	6.24 ± 0.16	6.13 ± 0.39	5.71 ± 0.36
6.15	5.97 ± 0.14	6.13 ± 0.12	6.09 ± 0.31	6.23 ± 0.34	6.04 ± 0.16	5.62 ± 0.36

La primera comparación que se realizó fue entre nanofluido a base aceite nuevo y aceite usado a una concentración de nanopartículas de 0.25%_m (Figura 3.34), con el fin de confirmar si el aceite usado produce mejores nanofluidos para el temple.

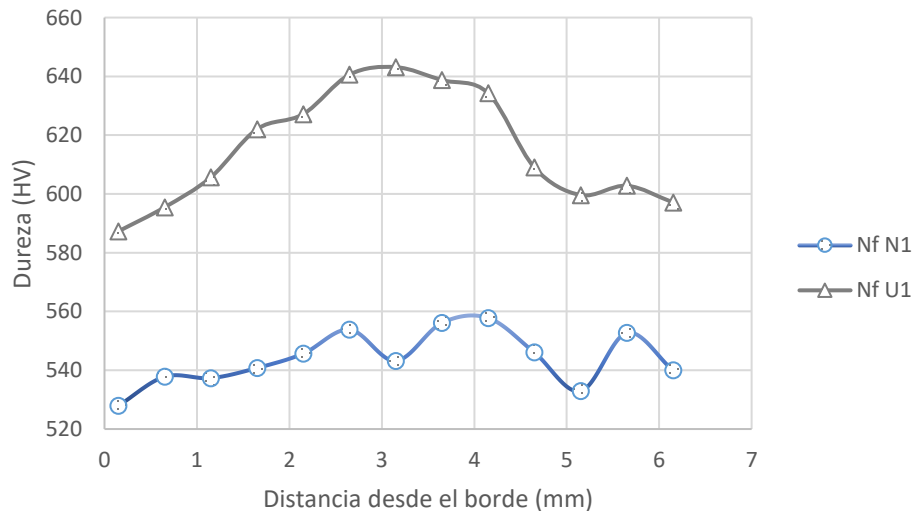


Figura 3.34 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite nuevo y usado al 0.25%_m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.

Es muy evidente que las durezas obtenidas con nanofluido a base de aceite usado son superiores a las alcanzadas con el nanofluido a base de aceite nuevo, con diferencias de, al menos, 50 HV entre mediciones a una misma distancia, situación que se repite a lo largo del perfil.

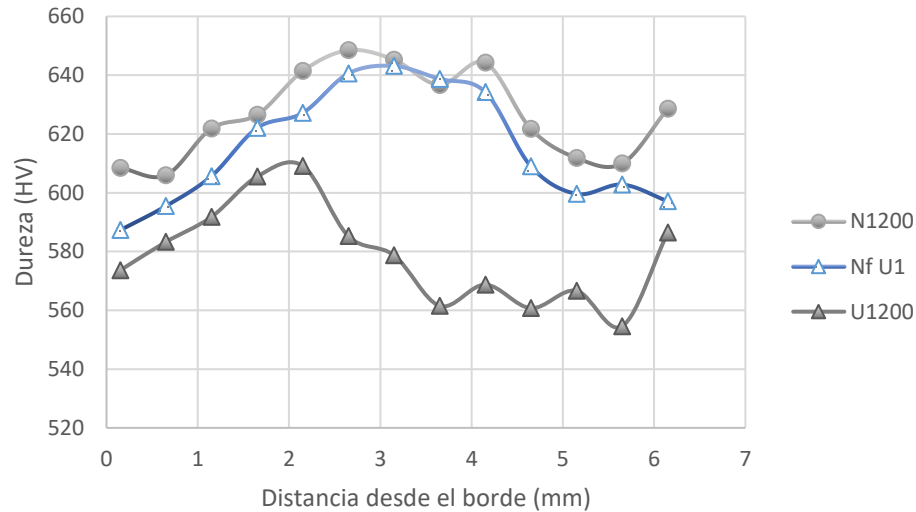


Figura 3.35 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con aceite nuevo, usado y nanofluido a base de aceite usado al 0.25% m de Al_2O_3 , 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.

La Figura 3.35 se hizo con el fin de diferenciar el efecto de las nanopartículas en el fluido con respecto al aceite nuevo y usado sin alúmina a una misma velocidad de agitación. Es necesario puntualizar que ninguno de los nanofluidos preparados supera los perfiles de dureza alcanzados con el temple en aceite nuevo con alto nivel de agitación, sin embargo, es interesante resaltar que con el aceite usado se alcanzan durezas promedio de 578.9 HV, mientras que con el nanofluido a base de aceite usado se logran durezas promedio de 616.4 HV, lo cual constituye un aumento considerable, además de que el perfil formado es muy similar y cercano al del aceite nuevo. Este es un resultado importante para esta investigación, pues, aunque no se superó la dureza del aceite nuevo sin alúmina, al superar los resultados logrados con aceite usado sería factible recomendar el uso de nanopartículas de $\gamma-Al_2O_3$ para mejorar el desempeño de un proceso de temple a nivel industrial, ya que se lograría mantener los estándares de calidad disminuyendo el costo de inversión en miles de litros de aceite nuevo para sustituir el volumen total de fluido deteriorado por el uso.

En la Figura 3.36 se contrastan los perfiles obtenidos con un nanofluido a base de aceite usado bajo las mismas condiciones de trabajo, únicamente variando la concentración de nanopartículas de 0.25% m a 0.5% m . Aunque los perfiles son muy similares, es evidente que en la parte intermedia del perfil el nanofluido con menor concentración presenta durezas promedio más altas, de tal forma que se puede trabajar con concentraciones bajas y obtener buenos valores de dureza, generando un ahorro sobre la inversión en las nanopartículas.

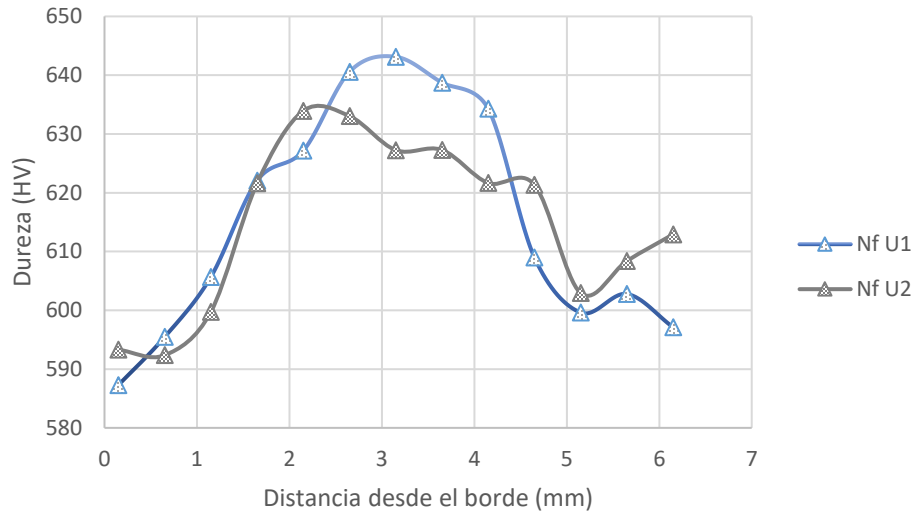


Figura 3.36 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.25% m y 0.5% m de Al_2O_3 , 0.1% de S80, 1200 rpm y 70°C.

También se evaluó el efecto del surfactante (Figura 3.37), preparando nanofluidos a condiciones constantes de calidad de aceite (usado), concentración de alúmina (0.5% m), nivel de agitación (1200 rpm) y temperatura (70°C), variando la concentración de Span 80® a 0%, 0.1% m y 0.5% m .

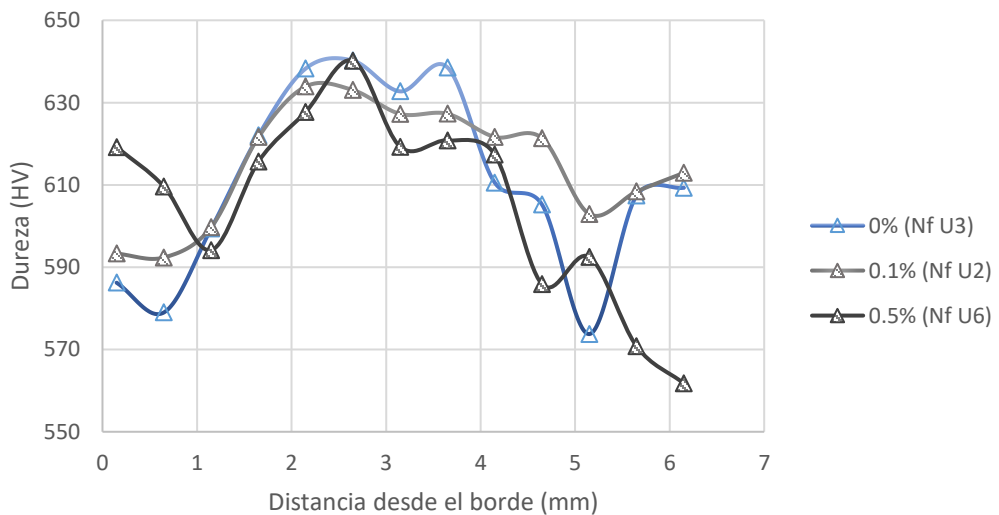


Figura 3.37 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.5% m de Al_2O_3 , 1200 rpm, 70°C a diferentes concentraciones de S80.

Es posible notar que, aunque el nanofluido sin surfactante sigue teniendo buena estabilidad, causada por el efecto del pH del fluido base, al ver los resultados de dureza se identifica que hay más variación en sus valores que en los del fluido que tiene 0.1% m de S80; lo anterior se

observa también, al tener una concentración más alta de surfactante: un aumento en la variación de los datos. Por lo tanto, aunque el surfactante no es el responsable principal de mantener las nanopartículas en suspensión, en este caso en particular, su presencia en bajas concentraciones ayuda a que la dispersión sea más uniforme en el seno del fluido, propiciando una mejor transferencia del calor y una menor desviación en los datos de dureza de las diferentes muestras.

Se realizaron pruebas similares variando la concentración de surfactante, pero bajando la temperatura del baño de temple a 30°C (Figura 3.38). La dureza promedio presenta valores más altos, no obstante, el comportamiento observado en la Figura 3.37 se repite: a concentración baja de surfactante la variación de los valores de dureza es menor, mientras que a la concentración más alta los valores de dureza son más dispersos.

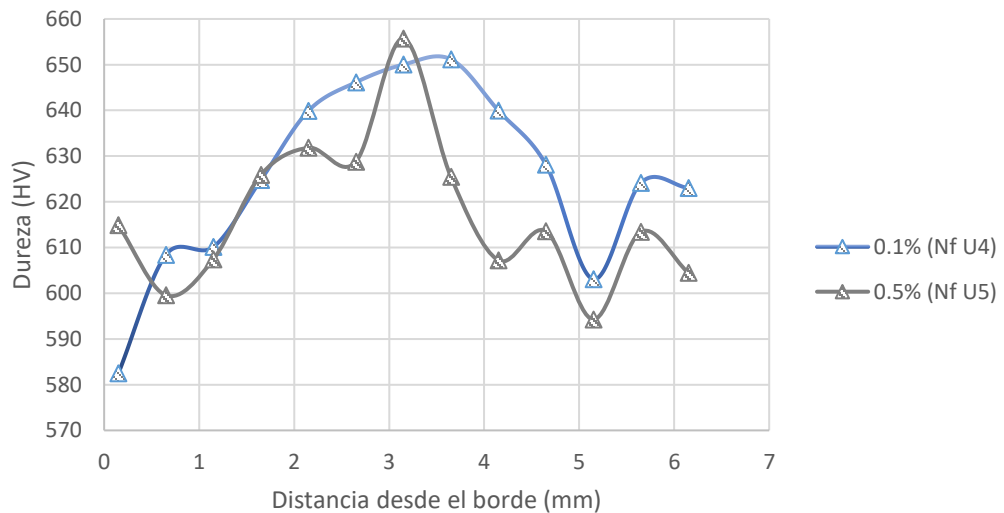


Figura 3.38 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.5% m de Al_2O_3 , 1200 rpm, 30°C a diferentes concentraciones de S80.

Por lo anterior, puede concluirse que el aumento en la proporción de Span 80 tiene un efecto negativo en el desempeño del nanofluido, lo cual es atribuible a que el surfactante actúa como un recubrimiento sobre las nanopartículas, ayudándolas a incorporarse en el medio, aunque, cuando se encuentra en exceso, puede actuar como puente entre las nanopartículas, provocando su aglomeración y alterando la dinámica del fluido (Ji et al., 2021).

Así mismo se evaluó el efecto de la temperatura del baño sobre la efectividad del temple, manteniendo todas las demás variables fijas, la Figura 3.39 muestra los perfiles obtenidos.

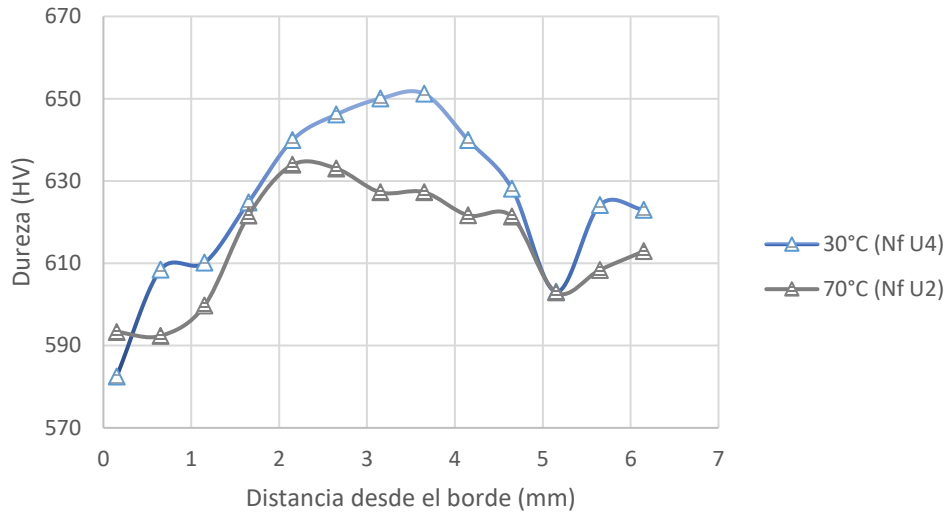


Figura 3.39 Comparación de perfiles de dureza para probetas templadas con nanofluidos a base de aceite usado a 0.5% m de Al₂O₃, 0.1% de S80, 1200 rpm, a diferentes temperaturas.

Como era de esperarse, a menor temperatura del medio de temple se mejoran los valores de dureza es mayor es su severidad; sin embargo, es posible que esta opción no sea favorable para el proceso industrial, ya que el mismo fabricante recomienda calentar el medio de temple a 60°C para disminuir el riesgo de fracturas en el acero y posibles fallas posteriores.

En la Tabla 3.19, se recopila un resumen de los datos más relevantes obtenidos de los tratamientos usados para el proceso de temple, entre ellos los valores de dureza máxima alcanzada con cada tipo de experimento y su dureza promedio.

Tabla 3.19 Valores de dureza máxima, dureza promedio, desviación estandar mínima y máxima para todos los fluidos empleados.

<i>Fluido</i>	<i>HV máx</i>	<i>HV prom</i>	<i>σ min</i>	<i>σ máx</i>
<i>N350</i>	662.9	601.45	20.58	59.7
<i>N1200</i>	691.9	627.52	12.34	29.9
<i>U350</i>	665.2	584.6	48.51	73.14
<i>U1200</i>	668.2	579.17	21.57	96.07
<i>M350</i>	675.4	616.44	10.45	34.82
<i>M1200</i>	679.2	614.05	19.09	42.47
<i>Nf N1</i>	668.9	544	75.26	126.03
<i>Nf N2</i>	669.1	546.09	53.16	132.14
<i>Nf N3</i>	652.3	575.29	11.16	63.17
<i>Nf U1</i>	675.4	616.4	3.31	29.28
<i>Nf U2</i>	661.3	615.1	7.2	24.29
<i>Nf U3</i>	652.5	610.06	3.09	44.27
<i>Nf U4</i>	688.4	626.85	15.76	35.13

Nf U5	692.1	617.18	7.27	48.99
Nf U6	661.1	605.3	11.17	36.33

En la Figura 3.40 se puede ver que los valores de dureza máxima son congruentes con las pruebas de caracterización revisadas en las secciones anteriores, teniendo los puntos más altos con el temple en aceite nuevo agitado a 1200 rpm, con el nanofluido con 0.1%*m* de S80 a 30°C y con el nanofluido con 0.5%*m* de S80 a 30°C. Sin embargo, el uso de los nanofluidos Nf U4 y Nf U5 puede no ser la mejor opción, pues la baja temperatura podría ser perjudicial para el material tratado; en ese caso, las mejores opciones serían el uso de la mezcla de aceites al 50%*v* (M350 y M1200) y del nanofluido Nf U1 (ac. usado/0.25%*m* γ -Al₂O₃, 0.1%*m* S80, 1200 rpm, 70°C), ya que se operan a las condiciones estándar del proceso a nivel industrial, y presentan los resultados más cercanos al fluido más eficiente: el aceite nuevo agitado a altas velocidades.

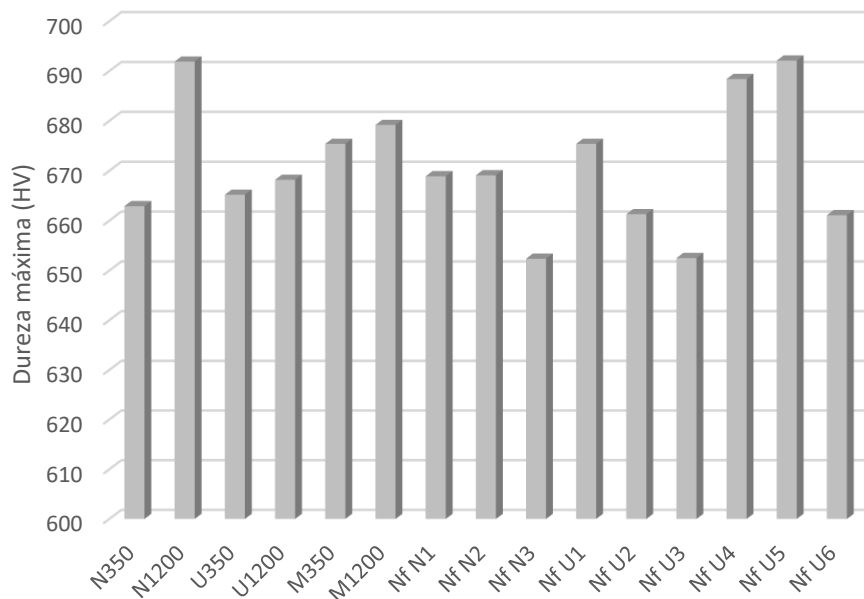


Figura 3.40 Valores de dureza máxima para cada tipo de fluido.

La Figura 3.41 permite ver una relación entre la dureza y la desviación estándar: las probetas que tienen una dureza promedio mayor presentan una desviación estándar menor, mientras que las probetas con menor dureza promedio tienen una desviación estándar más grande, en parte, a que entre menor sea la dureza es más factible la presencia de fases blandas del acero.

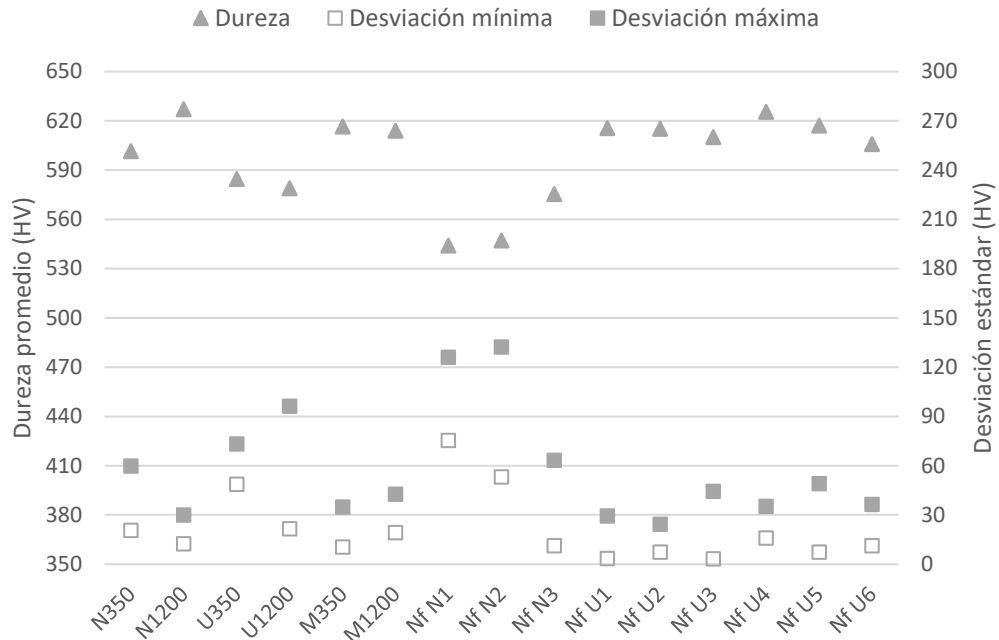


Figura 3.41 Comparación de dureza promedio, desviación estándar mínima y máxima para todos los fluidos empleados.

Debido a que, como ya se ha mencionado, se fue modificando la investigación conforme se fue desarrollando la etapa de experimentación, y a que se fueron seleccionando las diferentes combinaciones de variables en base a los resultados más prometedores y la disponibilidad de laboratorios, al final no se encontró un diseño experimental que pudiera adaptarse a los datos generados, por lo cual se decidió usar la prueba de hipótesis para diferencia de medias con varianzas conocidas y muestras grandes, para hacer comparaciones entre los tratamientos aplicados y determinar su influencia en el proceso.

Para estos cálculos se tomó como referencia el esquema propuesto por Montgomery (2003).

Procedimiento:

- Se establece la hipótesis nula como $H_0: \mu_1 = \mu_2$ ó $H_0: \mu_1 - \mu_2 = 0$ (No hay diferencia significativa entre las medias de las durezas alcanzadas con los fluidos 1 y 2).
- Se establece la hipótesis alternativa como $H_1: \mu_1 > \mu_2$ (La media de las durezas alcanzadas con el fluido 1 es significativamente mayor que la alcanzada con el fluido 2).
- Se establece el nivel de significancia como $\alpha = 0.05$, por lo tanto, el valor crítico es $Z_{0.05}=1.645$.

- Se calcula el estadístico de prueba con la ecuación (6):

$$Z_0 = \frac{X_1 - X_2 - (\mu_1 - \mu_2)}{\sqrt{\left(\frac{\sigma_1^2}{n_1} + \frac{\sigma_2^2}{n_2}\right)}} \quad (6)$$

- Se rechaza $H_0: \mu_1 = \mu_2$ si $Z_0 > Z_{\alpha} = 1.645$.
- Se establece la conclusión.

Se aplicó el mismo criterio para todas las comparaciones; la Tabla 3.20 muestra los datos usados para el cálculo de los estadísticos de prueba, mientras que la Tabla 3.21 muestra las comparativas realizadas.

Tabla 3.20 Valores de dureza promedio, desviación estandar y tamaño de muestra para todos los fluidos preparados.

Fluido	X	σ	n
N350	601.45	43.24	91
N1200	627.52	25.24	87
U350	584.6	58.59	91
U1200	579.17	61.76	90
M350	616.44	25.89	91
M1200	614.05	32.44	91
Nf N1	544	91.55	65
Nf N2	546.09	80.16	62
Nf N3	575.29	46.97	39
Nf U1	616.4	24.61	63
Nf U2	615.1	19.83	65
Nf U3	610.06	30.48	37
Nf U4	626.85	31.60	63
Nf U5	617.18	34.93	63
Nf U6	605.3	32.14	63

Tabla 3.21 Resultados de las pruebas de hipótesis.

Comparación	Resultado	Conclusión
N1200 vs N350	$Z_0 = 4.938 > Z_{\alpha} = 1.645$	Para el temple con aceite nuevo, el nivel de agitación alto <i>si</i> genera durezas significativamente mayores que el nivel de agitación bajo.
U350 vs U1200	$Z_0 = 0.606 < Z_{\alpha} = 1.645$	Para el temple con aceite usado, el nivel de agitación bajo <i>no</i> genera durezas significativamente mayores que el nivel de agitación alto.
M350 vs M1200	$Z_0 = 0.549 < Z_{\alpha} = 1.645$	Para el temple con mezcla al 50%v, el nivel de agitación bajo <i>no</i> genera durezas

		significativamente mayores que el nivel de agitación alto.
<i>N1200 vs U1200</i>	$Z_0=6.858 > Z_\alpha=1.645$	El temple con aceite nuevo a 1200 rpm si genera durezas significativamente mayores que el temple con aceite usado a 1200 rpm.
<i>N1200 vs M1200</i>	$Z_0=3.099 > Z_\alpha=1.645$	El temple con aceite nuevo a 1200 rpm si genera durezas significativamente mayores que el temple con mezcla 50%v a 1200 rpm.
<i>Nf N2 vs Nf N1</i>	$Z_0=0.137 < Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido nuevo/0.5% alúmina no genera durezas significativamente mayores que el nanofluido nuevo/0.25% alúmina.
<i>Nf U1 vs Nf N3</i>	$Z_0=5.053 > Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido usado/0.25% alúmina si genera durezas significativamente mayores que el nanofluido nuevo/1% alúmina.
<i>Nf U1 vs Nf U2</i>	$Z_0=0.328 < Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido usado/0.25% alúmina no genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado/0.5% alúmina.
<i>Nf U2 vs Nf U3</i>	$Z_0=0.902 < Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido usado/0.1% Span 80 no genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado/sin Span 80.
<i>Nf U2 vs Nf U6</i>	$Z_0=2.068 > Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido usado/0.1% Span 80 si genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado/0.5% Span 80.
<i>Nf U4 vs Nf U2</i>	$Z_0=2.510 > Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido usado a 30°C si genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado a 70°C.
<i>Nf U4 vs Nf U5</i>	$Z_0=1.629 < Z_\alpha=1.645$	El temple con nanofluido usado/0.1% Span 80 y 30°C no genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado/0.5% Span 80 y 30°C.
<i>N1200 vs Nf U1</i>	$Z_0=2.702 > Z_\alpha=1.645$	El temple con aceite nuevo a 1200 rpm si genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado/0.25% alúmina.
<i>N1200 vs Nf U4</i>	$Z_0=0.139 < Z_\alpha=1.645$	El temple con aceite nuevo a 1200 rpm no genera durezas significativamente mayores que el nanofluido usado/0.1% Span 80 y 30°C.

3.3.3 Análisis cualitativo de la microestructura

Empleando un microscopio óptico se tomaron micrografías de las probetas templadas, las cuales sirven como referencia para visualizar el cambio en la microestructura con el tratamiento térmico aplicado. La Figura 3.42 muestra la microestructura de una probeta antes

del tratamiento térmico; es notorio que la microestructura no es uniforme, y que presenta granos gruesos e irregulares.

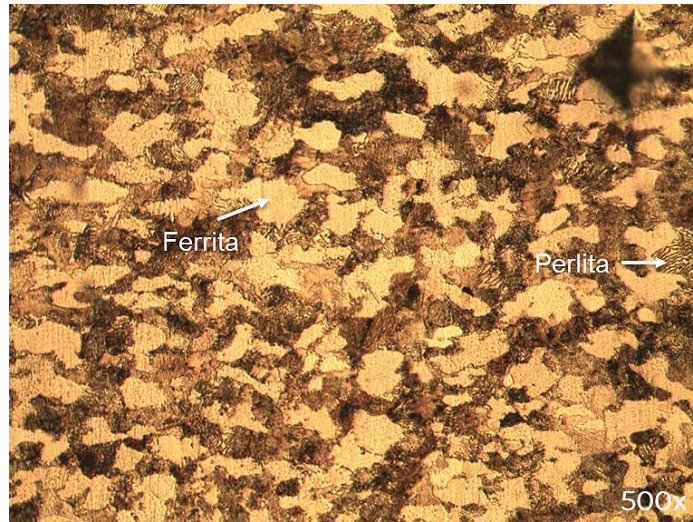


Figura 3.42 Microestructura acero 4140R sin templar.

En la Figura 3.43 se presenta la microestructura de un acero con fases ferrita-perlita obtenida de la literatura; es clara la similitud con la probeta estudiada, la cual contiene principalmente ferrita (zonas café claro) con presencia de perlita (zonas oscuras y tipo huella dactilar).

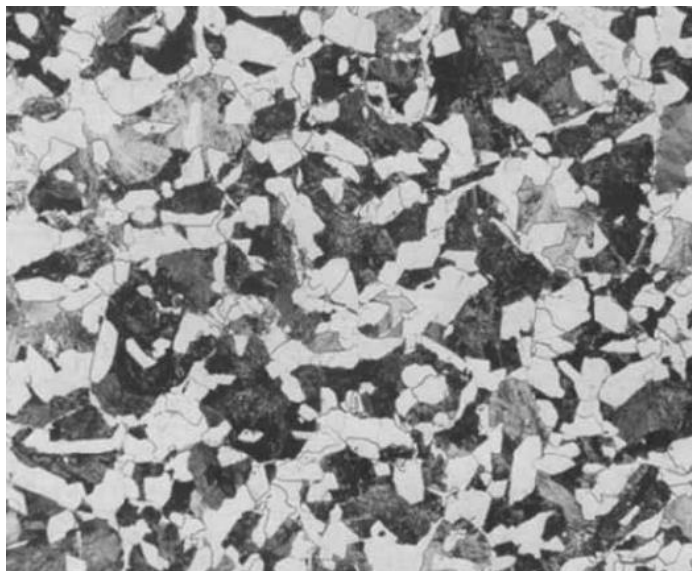


Figura 3.43 Microestructura típica ferrita-perlita para acero 0.25%C (Metals Handbook, 1998).

La importancia de la microestructura reside en que esta tiene un rol fundamental en la aplicación del material, pues le confiere propiedades específicas. La ferrita y la perlita son fases relativamente blandas, por lo cual no son deseables para aplicaciones que requieren

resistencia al impacto y al desgaste. Para los fines de esta investigación, la fase de interés es la martensita (Figura 3.44), que es dura y resistente, útil para la fabricación de maquinaria y herramientas.



Figura 3.44 Microestructura típica de listones de martensita (Metals Handbook, 1998).

La imagen de la Figura 3.45 corresponde a una de las piezas que alcanzó las durezas promedio más altas de todos los fluidos usados. Al contrastar esa imagen con aquella de la Figura 3.44 es posible observar cierta similitud; además, por el valor de dureza alcanzado (627.52 HV) se puede establecer que se trata, principalmente de la fase martensita.



Figura 3.45 Microestructura probeta templada en aceite nuevo a 1200 rpm.

La Figura 3.46 presenta la microestructura de una pieza templada en aceite usado, con una de las menores durezas promedio de las pruebas (579.17 HV). En la imagen se aprecian también los listones de martensita, sin embargo, su distribución es menos uniforme y evidente sobre el área de la probeta; las manchas oscuras son óxidos generados al momento del ataque químico, y se aprecian también ciertas áreas con manchas blancas.

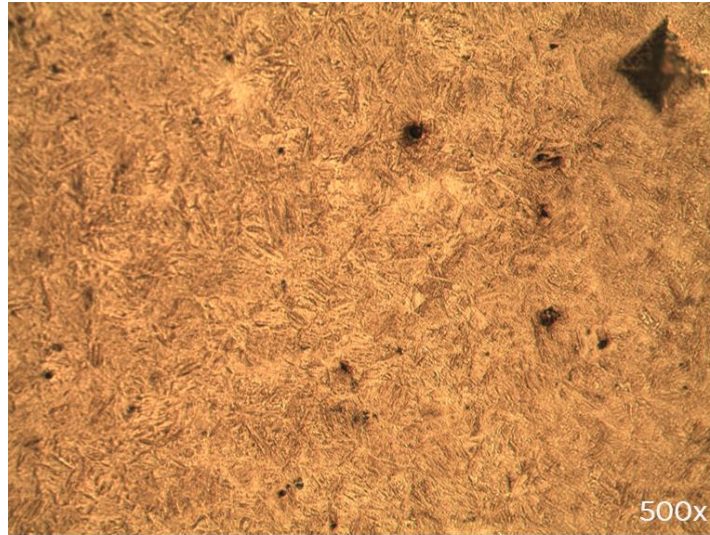


Figura 3.46 Microestructura probeta templada en aceite usado a 1200 rpm.

Chuaipan, et al. (2013) reportaron la microestructura para un acero 4140 templado en agua (Figura 3.47), la cual presenta martensita (color café) y austenita retenida (zonas claras). De lo mostrado en esa imagen puede deducirse que las zonas blancas de las probetas templadas en este estudio corresponden a austenita retenida, que es aquella que no alcanzó a ser transformada en martensita durante el temple.

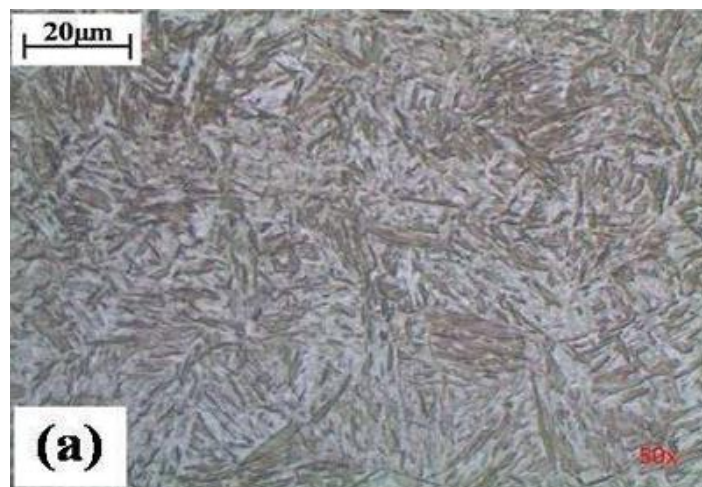


Figura 3.47 Microestructura martensita/austenita retenida acero 4140 (Chuaipan, 2013).

La Figura 3.48 corresponde a una pieza templada con nanofluido a base de aceite usado y 0.5%_m de alúmina, uno de los fluidos con mejores prestaciones al trabajar a una temperatura del medio de temple de 70°C. Es clara la presencia de listones de martensita, distribuida muy uniformemente sobre toda el área de la micrografía, razón por la cual se recomienda como alternativa al proceso de temple convencional.



Figura 3.48 Microestructura probeta templada con fluido Nf U2.

La Figura 3.49 muestra la micrografía de una pieza templada con nanofluido a base de aceite usado con 0.5%_m de alúmina, pero a una temperatura de 30°C; se trata del nanofluido que dio el valor de dureza promedio más alto, 626.85 HV, y el único que prácticamente iguala los resultados del aceite nuevo. La imagen también presenta la fase martensita con una distribución de los listones muy uniforme, sin embargo, pensando en su utilización industrial, aún es necesario realizar más pruebas para verificar que no se afecté la calidad de las piezas en pro de conseguir durezas altas.



Figura 3.49 Microestructura probeta templada con fluido Nf U4.

Adicionalmente, se seleccionaron algunas probetas para análisis por medio de microscopía electrónica de barrido, las pruebas fueron realizadas con el apoyo de CENAM, Querétaro, mediante el uso de un microscopio marca JEOL modelo JSM-6390LV; todas las imágenes fueron tomadas con una resolución de 1500 aumentos. La Figura 3.50 muestra la micrografía correspondiente a una de las probetas templadas en aceite usado sin nanopartículas de alúmina. Es posible observar que la microestructura presenta secciones con menor presencia de las estructuras tipo listón y una distribución irregular de éstas.

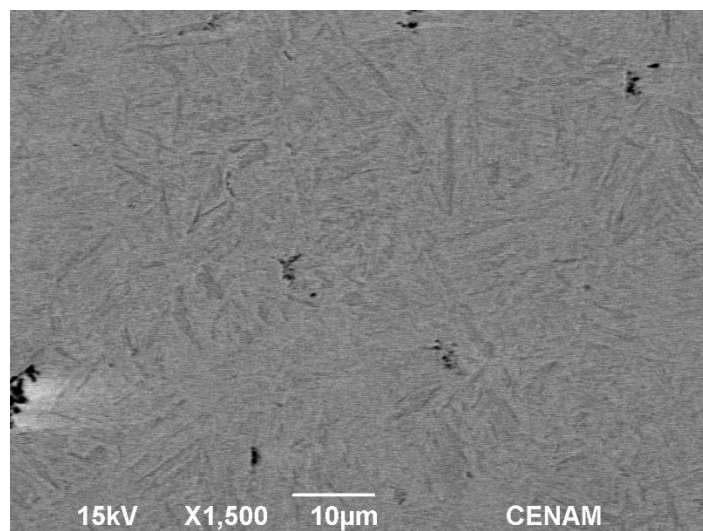


Figura 3.50 Micrografía SEM probeta templada con fluido U1200.

La imagen de la Figura 3.51 corresponde a una probeta templada en aceite usado con una concentración de nanopartículas de 0.5%_m, se observa que la distribución de fases es más uniforme a lo largo del área de la micrografía.

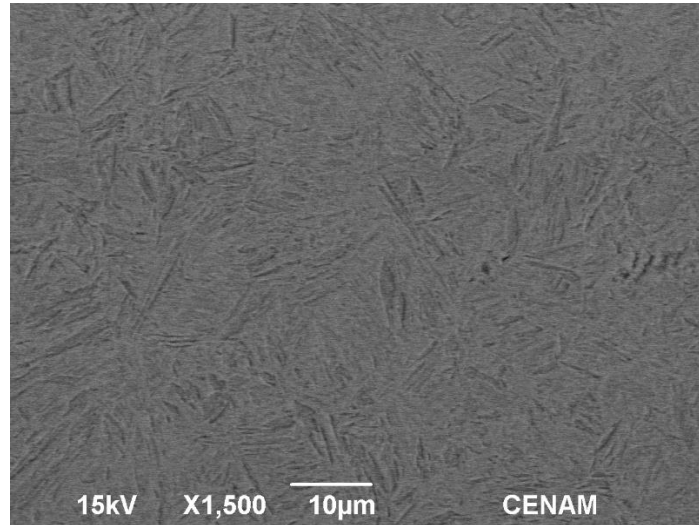


Figura 3.51 Micrografía SEM probeta templada con fluido Nf U2.

La Figura 3.52 representa una pieza templada en aceite usado con 0.25%_m de alúmina, la cual, al igual que la probeta anterior, tiene una microestructura con morfología uniforme y distribución regular, siendo la pieza que presenta las mejores características microestructurales a la temperatura de operación del proceso industrial (70°C), por lo tanto, con base en los resultados puede atribuirse a la presencia de las nanopartículas de γ -Al₂O₃ en el seno del fluido base.

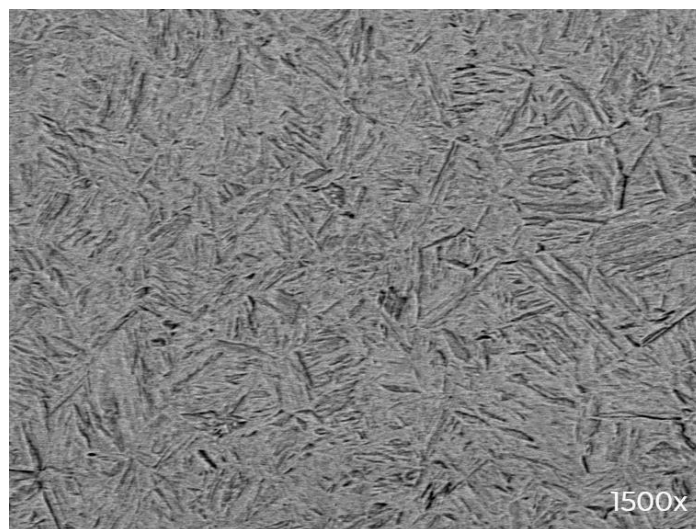


Figura 3.52 Micrografía SEM probeta templada con fluido Nf U1.

Las figuras anteriores confirman la relación entre la microestructura y las propiedades mecánicas del material, ya que se corresponden con los valores de dureza obtenidos; las piezas con distribución más uniforme a lo largo de la sección transversal de la probeta, son las que presentan los valores de dureza promedio más altos y menor desviación estándar, y las piezas que presentan una distribución irregular de las fases y mayores secciones con áreas claras (presumiblemente austenita retenida), son las que tienen menores durezas promedio y mayor desviación estándar en las mediciones.

Por tanto, con base en los resultados presentados en esta sección, se puede establecer que el temple con todos los tipos de fluidos evaluados promueve la transformación de fase del acero estudiado, ya que el material base tiene una estructura con presencia de fases ferrita-perlita, y después del temple se encuentra, principalmente la fase martensita, que es la responsable de los valores de dureza obtenidos. No obstante, mediante el uso de nanofluidos a base de aceite Termoil 79® usado dopado con nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ como medio de temple, se consigue mejorar la microestructura de las piezas templadas y, por ende, las propiedades mecánicas del acero 4140R, en este caso la dureza.

CONCLUSIONES

En esta sección se presentan las conclusiones derivadas de esta investigación a partir de los resultados experimentales y los cálculos estadísticos realizados. Se evaluó el desempeño de un proceso de temple, reproduciendo las condiciones de operación de un sistema industrial y haciendo cambios en diferentes variables para determinar su efecto en la dureza y microestructura del acero 4140R.

Conclusión general

Si bien no se logró obtener durezas mayores a las alcanzadas con aceite Termoil 79® nuevo mediante el uso de los nanofluidos producidos, los nanofluidos a base de aceite usado y bajas concentraciones de alúmina gamma presentan potencial para ser implementados como medio de temple cuando el fluido ha sido deteriorado por el uso, permitiendo obtener resultados de dureza y microestructura cercanos a los del aceite nuevo, manteniendo los estándares de calidad del proceso.

Conclusiones particulares

- El aceite térmico en su estado de nuevo, usado y mezcla 50-50%v, así como todos los nanofluidos sintetizados tienen comportamiento de fluido Newtoniano en todos los rangos de concentración y temperatura estudiados.
- La velocidad de agitación del baño de temple no es un factor que influya significativamente cuando el aceite está desgastado, no obstante, cuando el aceite está nuevo una velocidad de agitación alta aumenta significativamente la dureza promedio.
- Los nanofluidos a base de aceite térmico nuevo presentan poca estabilidad y prestaciones térmicas debido a que el pH neutro del fluido base, sitúa a las nanopartículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ en su punto de carga cero, contribuyendo a su aglomeración y sedimentación.
- El aceite usado brinda una mayor estabilidad para la producción de nanofluidos adicionados con $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, ya que su pH ácido favorece la formación de carga superficial positiva en las nanopartículas, lo que aumenta la repulsión electrostática entre partículas.

- Las durezas promedio más altas se consiguen templando las probetas en aceite Termoil 79® nuevo sin nanopartículas a altas velocidades de agitación (627.52 HV).
- Bajo condiciones de trabajo sin nanopartículas, la mezcla de aceite nuevo-usado al 50%v a bajo nivel de agitación (M350) alcanza la dureza promedio más cercana al aceite nuevo (616.44 HV), por lo que es una buena opción para mantener la calidad del proceso con un menor coste de operación.
- Todos los nanofluidos sintetizados presentan precipitación evidente a las 24 horas de su preparación, con todo, los resultados indican una precipitación cercana al 100% para los nanofluidos a base de aceite nuevo en ese periodo, mientras que aquellos a base de aceite usado permanece en suspensión un promedio de 60% de las nanopartículas 7 días después de la preparación.
- La adición de surfactante Span 80® en bajas concentraciones (0.1%m), mejora la distribución de las nanopartículas de alúmina en el seno del fluido, propiciando menor dispersión en las mediciones de dureza de las probetas templadas.
- El nanofluido Nf U4 (aceite usado/0.5%m Al_2O_3 , 30°C) logra la dureza promedio más cercana al aceite nuevo (626.85 HV), sin embargo, es necesaria más investigación para descartar efectos negativos en las piezas templadas (estrés residual, agrietamiento).
- Todos los fluidos empleados producen estructuras martensíticas en el acero templado, sin embargo, las piezas templadas con aceite nuevo, mezcla 50%v y nanofluidos Nf U1, Nf U2, Nf U4 y Nf U5 tienen granos más finos y homogéneos, con una distribución más uniforme.
- El nanofluido con mejores prestaciones bajo las condiciones de operación del proceso industrial, es el Nf U1 (aceite usado/0.25%m Al_2O_3 , 1200rpm, 70°C) que consigue durezas promedio de 616.4 HV, aumentando significativamente la dureza con respecto al aceite usado sin nanopartículas (579.17 HV), por lo cual se propone como alternativa para aumentar la eficiencia del proceso cuando el aceite está desgastado.
- El uso de nanofluidos a base de aceite usado y nanopartículas de $\gamma-Al_2O_3$ (a bajas concentraciones) como medio de temple, mejora la microestructura de las piezas templadas y, por ende, las propiedades mecánicas del acero (en este caso la dureza), en comparación con el temple en aceite usado sin nanopartículas.

Recomendaciones

A partir de los resultados obtenidos se propone para futuros trabajos:

- Realizar pruebas en equipo especializado para determinar al menos una propiedad térmica de los nanofluidos preparados (coeficiente de transferencia de calor, conductividad térmica, calor específico), para tener una caracterización más completa de los mismos.
- Llevar a cabo pruebas con otro tipo de surfactantes no-iónicos (ej. Tween 60®, Ácido Oléico) para determinar si tienen mejores prestaciones que el Span 80®, o con surfactantes iónicos para identificar si en base al aumento de la repulsión electrostática entre partículas se generan nanofluidos más estables en el tiempo.
- Llevar a cabo una revisión de la literatura sobre las técnicas de modificación de pH para fluidos no polares, sin afectar sus propiedades intrínsecas, para su aplicación en la síntesis de nanofluidos a base de aceite Termoil 79 ® nuevo que sean estables y alcancen durezas más altas que el aceite sin nanopartículas.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

World Steel Association. (2022). World Steel in Figures 2022. Consultado el 13 de julio de 2022. Recuperado de: https://worldsteel.org/publications/bookshop/world-steel-in-figures-2022/?do_download_id=74c6ae4c-36ed-438f-99e5-1bdfec92b3e3

World Steel Association. (2019). Steel Facts. Consultado el 26 de octubre de 2020. Recuperado de: https://www.worldsteel.org/en/dam/jcr:ab8be93e-1d2f-4215-9143-4eba6808bf03/20190207_steelFacts.pdf

CANACERO. (2021). Radiografía de la industria del acero en México 2021. Consultado el 13 de julio de 2021. Recuperado de: https://www.canacero.org.mx/aceroenmexico/descargas/Radiografia_de_la_Industria_del_Acero_en_Mexico_2021.pdf

Babu, K., Arularasan, R., y Srinath, S. (2017). Quenching performance of AISI 1010 in CNT nanofluids. *Materials Today: Proceedings* 4, 11044-11049.

Ramech, G. y Prabhu, N. K. (2011). Review of thermo-physical properties, wetting and heat transfer characteristics of nanofluids and their applicability in industrial quench heat treatment. *Nanoscale Research Letters* 6(1), article 334.

Mahiswara, E., Harjanto, S., Putra, W., Ramahdita, G., Yahya and Kresnodrianto, S. (2018). Characterization of oil based nanofluid for quench medium. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 299.

Herring, D. H. (2005). A Discussion of Retained Austenite. The Heat Treat Doctor. Consultado el 15 de abril de 2020. <http://www.heat-treat-doctor.com/documents/RetainedAustenite.pdf>

Angayarkanni, S. A., y Philip, J. (2015). Review on thermal properties of nanofluids: Recent developments. *Advances in Colloid and Interface Science* 225, 146-176.

Raja, M., Vijayan, R., Dineshkumar, P. y Venkatesan, M. (2016). Review on nanofluids characterization, heat transfer characteristics and applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 64, 163 -173.

Lomascolo, M., Colangelo, G., Milanese, M. y De Risi, A. (2015). Review of heat transfer in nanofluids: Conductive, convective and radiative experimental results. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 43, 1182-1198.

Babu, K., Prasanna, T. (2011). Effect of CNT concentration and agitation on surface heat flux during quenching in CNT nanofluids. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 54, 106-117.

Devendiran, D. K. y Amirtham, V. A. (2016). A review on preparation, characterization, properties and applications of nanofluids. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 60, 21-40.

Díaz, F. (2015). Tecnología de Materiales. FES Cuautitlán. UNAM.

Kumar, A., Wu, C., Liu, G. (2006). Steel nomenclature. Steel Heat Treatment – Metallurgy and Technologies. 2 ed. Taylor & Francis Group. Florida, USA.

Digges, T., Rosenberg, S. (1960). Heat treatment and Properties of iron and steel. National Bureau of Standards Monograph 18. Washington, USA.

Totten, G. (2007). Steel Heat Treatment Handbook. 2ª Ed. Taylor and Francis Group. USA.

Babu, S. (2006). Classification and mechanisms of steel transformation. Steel Heat Treatment – Metallurgy and Technologies. 2 ed. Taylor & Francis Group. Florida, USA.

ASM International. (2004). ASM Handbook Volume 9 – Metallography and Microstructures. Materials Park, OH: ASM International.

Askeland, D., Wright, W. (2017). Ciencia e ingeniería de materiales. 7ª Ed. Cengage Learning. México, D.F. Mx.

Pérez, J. (1996). Tratamientos térmicos de los aceros (Tesis de grado). Universidad Autónoma de Nuevo León, México.

Díaz, F., Reyes, A. (2012). Aceros, Estructuras y Tratamientos Térmicos. FES Cuautitlán. UNAM.

Tratamiento de los metales. (2015, 14 de noviembre). Diagramas de fases (hierro-carbono). Consultado el 19 de noviembre de 2020. Tomado de:

<https://tratamientodelosmetales.wordpress.com/2015/11/14/diagramas-de-fases-hierro-carbon-y-regla-de-la-palanca/>

Sturla, A. (2002). Tratamientos térmicos de los aceros – Teoría y práctica. Tomo I. Nueva Librería SLR. Buenos Aires, Ar.

KloecknerMetals. (2020). The 3 stages of heat treatment - Overview of heat treatment. Consultado el 11 de mayo de 2021, tomado de: <https://www.kloecknermetals.com/blog/the-three-stages-of-heat-treatment/#:~:text=Heat%20treatment%20is%20the%20process,to%20abrasion%20or%20more%20ductile.>

Groover, M. (2007). Fundamentos de Manufactura Moderna. 3ª Ed. McGraw-Hill. México, D.F.

Mackenzie, S. (2019, july). Back to basics: The mechanism of quenching. *Gear Solutions*, 30-31.

Aceros SISA. (s.f.). Acero SISA 4140R Recocido. Consultado el 11 de mayo de 2021. Tomado de: <http://sisa1.com.mx/pdf/Acero%20SISA%204140R.pdf>

Márquez, C. (2012). Tratamiento térmico de anillos de acero AISI 4140 (Tesis). Universidad Autónoma de Nuevo León. México.

Hasan, H. (2009). Evaluation of heat transfer coefficient during quenching of steels (Tesis). University of Technology. Baghdad, Iraq.

Cruz, H., González, C. A., Camacho, C. A., Juanico, J. A. y García, J. A. (2018, 19-20 de abril). Control de la calidad de aleaciones comerciales mediante el análisis térmico de curvas de enfriamiento asistido por computadora. *Memorias del II Congreso Internacional de Investigación e Innovación*. Guanajuato, México.

Choi, S., Eastman, J. (1995, 12-17 noviembre). Enhancing thermal conductivity of fluids with nanoparticles. ASME International Mechanical Engineering Congress & Exposition. San Francisco, CA.

Das, S., Choi, S., Yu, W., Pradeep, T. (2007). Nanofluids - Science and Technology. John Wiley & Sons. New Jersey, USA.

Rajaraman, R., Arul, R., Sunil, J., Vijayan, V. (2021). Methodology to estimate the thermal properties of nanofluids. *Materials Today: Proceedings* 37(2), 2921-2923.

Saidur, R., Leong, K., Mohammad, H. (2011). A review on applications and challenges of nanofluids. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 15, 1646-1668.

Rubbi, F., Das, L., Habib, K., Asfattahi, N., Saidur, R., Alam, S. (2021). A comprehensive review on advances of oil-based nanofluids for concentrating solar thermal collector application. *Journal of Molecular Liquids* 338, 116771.

Metha, B., Subhedar, D. (2022). Review on mechanism and parameters affecting thermal conductivity of nanofluid. *Materials Today: Proceedings* 56(4), 2031-2037.

Asadi, A., Aberoumand, S., Moradikazerouni, A., Pourfattah, F., Zyla, G., Estelle, P., Mahian, O., Wongwises, S., Nguyen, H., Arabkoohsar, A. (2019). Recent advances in preparation methods and thermophysical properties of oil-based nanofluids: A state-of-the-art review. *Powder Technology* 352, 209-226.

Nekabari, L., Barifcani, A., Sarmadivaleh, M., Iglauer, S. (2017). Nanofluids as novel alternative smart fluids for reservoir wettability alteration. *Novel Nanomaterials-Synthesis and Applications*. IntechOpen. London, U.K.

Sezer, N., Atieh, M., Koc, M. (2019). A comprehensive review on synthesis, stability, thermophysical properties, and characterization of nanofluids. *Powder Technology* 344, 404-431.

Okonkwo, E., Wole-Osho, I., Almanassra, I., Abdullatif, Y., Al-Ansari, T. (2020). An updated review of nanofluids in various heat transfer devices. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*.

Sousa, R., Goncalves, I., Rodrigues, R., Minas, G., Miranda, J., Moreira, A., Lima, R., Coutinho, G., Pereira J., Moita, A. (2020). Recent advances on the thermal properties and applications of nanofluids: From nanomedicine to renewable energies. *Applied Thermal Engineering* 201, 117725.

Kim, H., DeWitt, G., McKrell, T., Buongiorno, J., Hu, L. (2009). On the quenching of steel and zircaloy spheres in water-based nanofluids with alumina, silica and diamond nanoparticles. *International Journal of Multiphase Flow* 35, 427-438.

Chakraborty, S., Chakraborty, A., Das, S., Mukherjee, T., Bhattacharjee, D., Ray, R. (2010). Application of water based-TiO₂ nano-fluid for cooling of hot steel plate. *ISIJ International* 50(1), 124-127.

Chun, S., Bang, I., Choo, Y., Song, C. (2011). Heat transfer characteristics of Si and SiC nanofluids during a rapid quenching and nanoparticles deposition effects. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 54, 1217-1223.

Ciloglu, D., Bolukbasi, A. (2011). The quenching behavior of aqueous nanofluids around rods with high temperature. *Nuclear Engineering and Design* 241, 2519-2527.

Zhang, L., Fan, L., Yu, Z., Cen, K. (2014). An experimental investigation of transient pool boiling of aqueous nanofluids with graphene oxide nanosheets as characterized by the quenching method. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 73, 410-414.

Khoshmmehr, H., Saboonchi, A., Shafii, M. (2014). The quenching of silver rod in boiling carbon nano tube-water nanofluid. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 75, 95-104.

Fan, L., Li, J., Wu, Y., Zhang, L., Yu, Z. (2017). Pool boiling heat transfer during quenching in carbon nanotube (CNT)-based aqueous nanofluids: Effects of length and diameter of the CNTs. *Applied Thermal Engineering* 122, 555-565.

Patra, N., Gupta, V., Singh, R., Singh, R., Ghosh, P., Nayak, A. (2017). An experimental analysis of quenching of continuously heated vertical rod with aqueous Al₂O₃ nanofluid. *Resource-Efficient Technologies* 3, 378-384.

Kresnodrianto, S., Harjanto, S., Putra, W., Ramahdita, G., Yahya, s., Mahiswara, E. (2018). Characterization of wáter based nanofluid for quench médium. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 348.

Oktavio, L., Ramadhani, C., Rachman, D, Harjanto, S., Putra, W. (2019). Effect of sodium dodecylbenzene sulfonate as anionic surfactant on water based carbon nanofluid performance

as quench medium in heat treatment. *IOP Conference Series: Material Science and Engineering* 622.

García-Salas, L.D., Rodríguez, E., Montes, J.J. y Maldonado, Y. G. (2019, 18-20 de septiembre). Efecto de la cantidad de surfactante y del tiempo de ultrasonido sobre la microestructura y dureza de un acero 1045 templado en nanofluidos con γ - Al₂O₃. *Memorias del XXV Congreso Internacional Anual de la SOMIM*. Sinaloa, México.

John, G., Sreeneesh, C., Soorej, E., Sreejitha, N., Noona, C., Sreekanth, M. (2020). Enhancement of cooling rate using nanofluid and hybrid nanofluid in cooling hot titanium plate. *Materials Today: Proceedings*.

Rahimian, A., Kazeminejad, H., Khalafi, H., Mirvakili, S., Akhavan, A. (2020). An experimental study of the steel cylinder quenching in water-based nanofluids. *International Journal of Engineering Transactions A: Basics* 33(1), 20-33.

Sigma-Aldrich. (s.f.). Aluminum oxide 544833. Consultado el 22 de noviembre de 2020. Tomado de: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/544833?lang=es®ion=MX#productDetailSafetyRelatedDocs>

OTAI. (s.f.) AISI 4140 steel bar. Consultado el 11 de mayo de 2021. Tomado de: <http://www.astmsteel.com/product/aisi-alloy-4140-steel-bar/>

Cardarelli, F. (2008). *Materials Handbook. A concise desktop reference*. 2nd Ed. Springer. USA.

Mukherjee, S., Chakrabarty, S., Chanda, P., Chaudhuri, P. (2020). Transient heat transfer characteristics and process intensification with Al₂O₃-water and TiO₂-water nanofluids: An experimental investigation. *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification* 150:107887.

Newell, J. (2011). *Ciencia de Materiales. Aplicaciones en Ingeniería*. 1ª Ed. Alfaomega Grupo Editor. México.

ASTM International. (2017). ASTM E384 – Standard test method for microindentation hardness of materials. <https://www.astm.org/e0384-17.html>

ASTM International. (2017). ASTM E3 – Standard guide for preparation of metallographic specimens. <https://www.astm.org/e0003-11r17.html>

Sandle, T. (2016). Microbiology laboratory techniques. *Pharmaceutical Microbiology*, 63–80.

Asadi, A., Asadi, M., Rezaniakolaei, A., Rosendahl, L., Afrand, M., Wongwises, S. (2018). Heat transfer efficiency of Al₂O₃-MWCNT/thermal oil hybrid nanofluid as a cooling fluid in thermal and energy management applications: An experimental and theoretical investigation. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 117, 474-486.

Ji, J., Yao, X., Gao, J., Lu, W., Wang, W., Chu, D. (2021). Effect of surfactants and pH values on stability of γ -Al₂O₃ nanofluids. *Chemical Physics Letters* 781, 138996.

Montgomery, D., Runger, G. (2003). Probabilidad y estadística aplicada a la ingeniería. 2^a Ed. Editorial Limusa. México, D.F.

Davis, J. R. (1998). Metals Handbook Desk Edition. 2nd Ed. ASM International.

Chuaiphan, W., Srijaroenpramong, L., Pinpradub, D. (2013). Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of AISI 4140 for base cutter cane harvest. *Advanced Materials Research* 774-776, 1059-1067.