

**UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ**

**Colegio de Ciencias e Ingenierías**

**Boronizado por Empaquetamiento y Lecho Fluidizado**

**Trabajo Experimental**

**Christian Fernando Barona Freire**

**Ingeniería Mecánica**

Trabajo de titulación presentado como requisito  
para la obtención del título de  
Ingeniero Mecánico

Quito, 8 de enero de 2018

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ

COLEGIO DE CIENCIAS E INGENIERÍA

HOJA DE CALIFICACIÓN DE TRABAJO DE TITULACIÓN

## **Boronizado por Empaquetamiento y Lecho Fluidizado**

**Christian Fernando Barona Freire**

Calificación:

Nombre del profesor, Título académico

David Escudero, Ph.D.

Firma del profesor

---

Calificación:

Nombre del profesor, Título académico

Alfredo Valarezo, Ph.D.

Firma del profesor

---

Quito, 8 de enero de 2018

## Derechos de Autor

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

Firma del estudiante: \_\_\_\_\_

Nombres y apellidos: Christian Fernando Barona Freire

Código: 00112489

Cédula de Identidad: 1722946934

Lugar y fecha: Quito, enero de 2018

## RESUMEN

Los tratamientos termoquímicos son técnicas utilizadas para el endurecimiento superficial de los aceros, los cuales aportan propiedades a los aceros para aplicaciones específicas como: aumentar la dureza, disminuir el coeficiente de fricción, aumentar la resistencia a la corrosión y mejorar las propiedades tribológicas. En el presente trabajo se estudia el proceso de boronizado mediante dos técnicas, utilizando empaquetamiento y utilizando un lecho fluidizado, en un acero AISI 1018. En ambos procesos se forma una capa de boro, se caracteriza la dureza usando microdureza Vickers y el espesor de la capa boronizada, analizando la micrografía de la capa, usando microscopía óptica.

Se realizó el boronizado por empaquetamiento y lecho fluidizado. Se determinó el caudal mínimo de fluidización del proceso de lecho fluidizado en  $Q_{mf} = 3.6 \text{ l/min}$ , usando correlaciones experimentales. La dureza en la capa boronizada es similar en ambos procesos, debido a que la capa posee la misma composición química y por tanto tiene las mismas propiedades, el valor de dureza está en el rango de 1400-1560 HV, mientras que el espesor en el empaquetamiento es mayor al obtenido en el lecho fluidizando; el espesor en fluidización es de 33  $\mu\text{m}$ , mientras que en el empaquetamiento varía entre 80 y 128  $\mu\text{m}$ . El empaquetamiento otorga un mayor espesor en la capa boronizada, la fluidización se vio afectada por las propiedades del polvo de boro, el gas fluidizante y el diseño del reactor para boronizado; en el interior del reactor se generan burbujas de aire, esto ocasiona que la concentración de boro alrededor de la probeta disminuya, y por ende el espesor disminuye.

Palabras claves: boronizado, tratamientos termoquímicos, empaquetamiento, lecho fluidizado, caudal mínimo de fluidización, dureza, espesor.

## ABSTRACT

Thermochemical treatments are techniques used for the surface hardening of steels, which provide properties to steels for specific applications such as: increase the hardness, decrease the friction coefficient, increase corrosion resistance and improve tribological properties.

In the present work the boronizing process is studied by means of two techniques, pack boronizing and fluidized bed boronizing, in an AISI 1018 steel. In both processes a boron layer is formed, the hardness is characterized using Vickers microhardness and the thickness of the boronized layer, analyzing the micrograph of the layer, using optical microscopy. The boronizing process was carried out by packing and using a fluidized bed. The minimum fluidization flow rate of the fluidized bed process was determined in  $Q_{mf} = 3.6 \text{ l/min}$  using experimental correlations. The hardness in the boronized layer is similar in both processes, because the layer has the same chemical composition and therefore has the same properties, the hardness value is in the range of 1400-1560 HV, while the thickness in the packing is greater than that obtained in the fluidizing bed; the thickness in fluidization is of 33  $\mu\text{m}$ , while in the packing varies between 80 and 128  $\mu\text{m}$ . The thickness of the boron layer in the packing is greater than the layer in the fluidized process; the fluidization was affected by the properties of the boron powder, the fluidizing gas and the design of the reactor for boronizing; Air bubbles are generated inside the reactor, this causes the concentration of boron around the specimen to decrease, and therefore the thickness decreases.

Key words: boronizing, packing, thermochemical treatments, fluidized bed, minimum fluidization flow rate, hardness, thickness.

# TABLA DE CONTENIDO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>INTRODUCCIÓN .....</b>                          | <b>9</b>  |
| <b>Tratamientos termoquímicos .....</b>            | <b>9</b>  |
| <b>Boronizado .....</b>                            | <b>11</b> |
| <b>Boronizado por empaquetamiento .....</b>        | <b>15</b> |
| <b>Boronizado por lecho fluidizado .....</b>       | <b>17</b> |
| <b>METODOLOGÍA .....</b>                           | <b>20</b> |
| <b>Boronizado por Empaquetamiento .....</b>        | <b>20</b> |
| <b>Boronizado por lecho fluidizado .....</b>       | <b>22</b> |
| Tamaño de partícula. ....                          | 23        |
| Densidad de partícula. ....                        | 25        |
| Densidad del gas.....                              | 26        |
| Viscosidad del gas. ....                           | 27        |
| Velocidad mínima de fluidización. ....             | 27        |
| <b>Caracterización de las muestras.....</b>        | <b>32</b> |
| <b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN. ....</b>                | <b>35</b> |
| <b>Velocidad mínima de fluidización .....</b>      | <b>35</b> |
| <b>Mediciones de micro dureza. ....</b>            | <b>36</b> |
| <b>Microestructura de la capa boronizada .....</b> | <b>39</b> |
| <b>CONCLUSIONES .....</b>                          | <b>49</b> |
| <b>RECOMENDACIONES .....</b>                       | <b>50</b> |
| <b>REFERENCIAS.....</b>                            | <b>51</b> |

## ÍNDICE DE TABLAS

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Tabla. 1. Propiedades del polvo de boro, gas argón y velocidad mínima de fluidización (920°C) .....</b>         | <b>36</b> |
| <b>Tabla. 2. Comparación de dureza de la capa boronizada obtenida por empaquetamiento y lecho fluidizado .....</b> | <b>37</b> |
| <b>Tabla. 3. Espesor de la capa boronizada por empaquetamiento y lecho fluidizado .....</b>                        | <b>40</b> |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura. 1. Dureza de distintos recubrimientos superficiales .....  | 10 |
| Figura. 2. Esquema de la difusión del boro en el acero .....   | 11 |
| Figura. 3. Diagrama Fe-B .....   | 12 |
| Figura. 4. Esquema del Proceso de Formación de las capas Fe <sub>2</sub> B y FeB   | 13 |
| Figura. 5. Dureza de aceros sometidos a un proceso de boronizado .....   | 15 |
| Figura. 6. Diagrama del empaquetado en la retorta .....  | 16 |
| Figura. 7. Efecto de la temperatura y tiempo en el espesor de la capa<br>difundida mediante boronizado por empaquetamiento ..... | 17 |
| Figura. 8. Sistema de reactor de lecho fluidizado para boronizado .....  | 19 |
| Figura. 9. Geometría de las probetas para boronizado .....   | 20 |
| Figura. 10. Procedimiento boronizado por empaquetamiento .....   | 22 |
| Figura. 11. Morfología del polvo de boro, 100x.....  | 24 |
| Figura. 12. Morfología del polvo de boro, 500x.....  | 24 |
| Figura. 13. Clasificación de las partículas de Gerald .....  | 26 |
| Figura. 14. Esquema retorta para boronizado por lecho .....  | 30 |
| Figura. 15. Distribuidores superior e inferior.....  | 30 |
| Figura. 16. Horno para boronizado por lecho fluidizado .....   | 31 |
| Figura. 17. Contenedor de lecho fluidizado .....   | 32 |
| Figura. 18. Probetas acero AISI 1018, desbaste grueso, y pulido fino .....   | 34 |
| Figura. 19. Medición de microdureza Vickers.....   | 34 |
| Figura. 20. Gráfico de barras comparando la dureza de la capa boronizado<br>mediante los diferentes procesos.....                | 39 |
| Figura. 21. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018, lecho fluidizado   | 41 |
| Figura. 22. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018, lecho fluidizado   | 42 |
| Figura. 23. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018,.....   | 43 |
| Figura. 24. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018,.....   | 44 |
| Figura. 25. Regimes de Fluidización.....   | 45 |
| Figura. 26. Gráfico de barras comparando el espesor de la capa .....   | 46 |
| Figura. 27. Gráfico de espesor vs tiempo de tratamiento para ambos<br>procesos. ....   | 48 |

# INTRODUCCIÓN

## **Tratamientos termoquímicos**

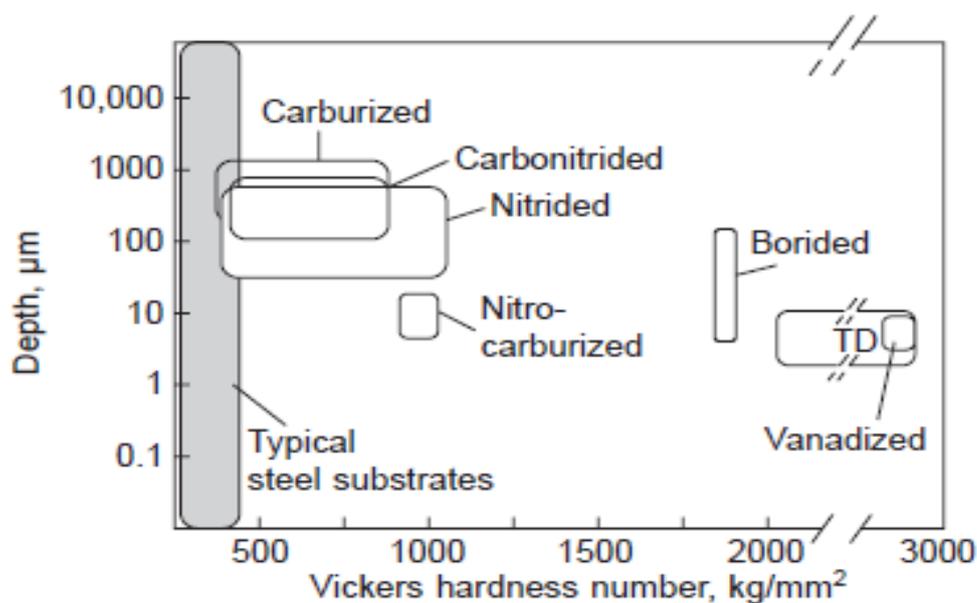
Existe una variedad de técnicas para el endurecimiento superficial de aceros; los tratamientos termoquímicos es una de las técnicas más utilizadas, estos aportan propiedades a los aceros para aplicaciones específicas como: disminuir el coeficiente de fricción, aumentar la resistencia a la corrosión y mejorar las propiedades tribológicas, logrando extender la vida útil en las piezas de acero utilizadas en los sistemas mecánicos (Martínez, Vargas, Arenas, & Gutiérrez, 2016).

La combinación de endurecimiento superficial y la resistencia a la ruptura debido al impacto es útil en partes como ejes y engranes, que deben tener una superficie dura para soportar el desgaste, junto con un interior suave para resistir el impacto que ocurre durante la operación mecánica (ASM International Handbook, 2001).

Además, el endurecimiento superficial de aceros tiene una ventaja sobre el endurecimiento general de las piezas, porque los aceros bajos y medios en carbono pueden ser endurecidos sin que exista problemas de distorsión y agrietamiento de las piezas, problemas comunes cuando se endurece piezas metálicas de un espesor pequeño mediante tratamientos térmicos como el temple (ASM International Handbook, 2001).

La tecnología de los tratamientos termoquímicos para modificar las propiedades de la superficie de los aceros ha sido estudiada a profundidad por las empresas y universidades, ya que el acero es el material más utilizado dentro de la industria

ingenieril en el mundo. Estos métodos donde un material metálico o no metálico tales como: carbón, nitrógeno o boro, penetran en la superficie del metal por termo difusión después de que ocurre una reacción química de adsorción, entre el metal de substrato y el compuesto a difundirse. Debido a este tratamiento termoquímico la capa superficial de los aceros cambia su composición química, estructura y sus propiedades (Krastev, 2012). Un proceso termoquímico incluye calor para que la difusión ocurra en la superficie de la pieza y esta se endurezca, tal como se muestra en la figura 1, donde se observa la dureza de distintos tratamientos termoquímicos, y la capa de espesor que se obtiene; el boronizado otorga una dureza superior que otros procesos como el carburizado o el nitrurado.



**Figura. 1. Dureza de distintos recubrimientos superficiales (Dearnley, Matthews, & Leyland, 2015)**

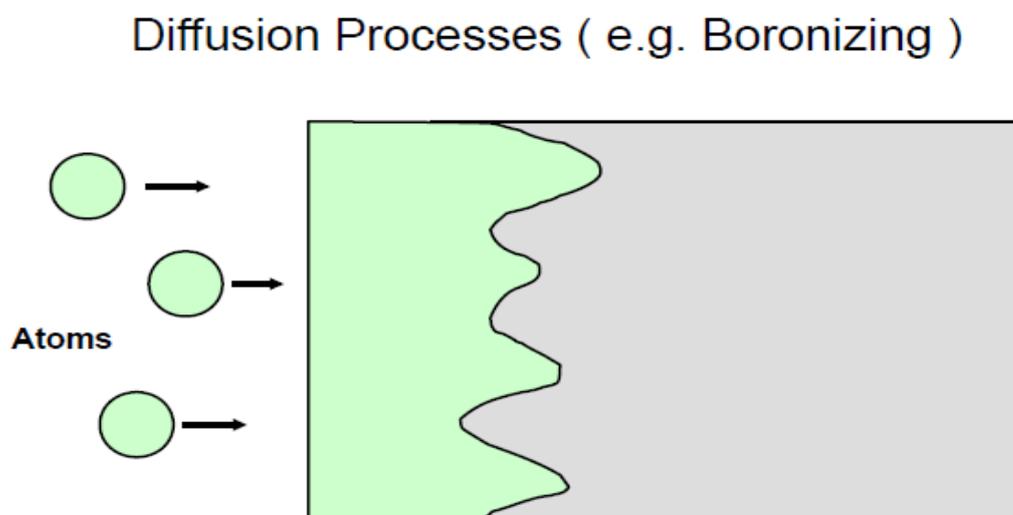
En el presente trabajo se estudia el proceso de boronizado de un acero AISI 1018 mediante dos técnicas, empaquetamiento y lecho fluidizado; dado que con ambas técnicas se obtiene una capa boronizado, se caracteriza el proceso midiendo la dureza y espesor de la capa boronizada, se determina los

parámetros que afecta a cada proceso, temperatura, tiempo, propiedades del polvo, concentración del boro, propiedades del gas fluidizante y velocidad mínima de fluidización.

Se analizará también cual es el efecto de un lecho fluidizado en el proceso de boronizado, ya que la fluidización es un proceso que sirve como catalizador, que acelera y mejora las propiedades del boronizado.

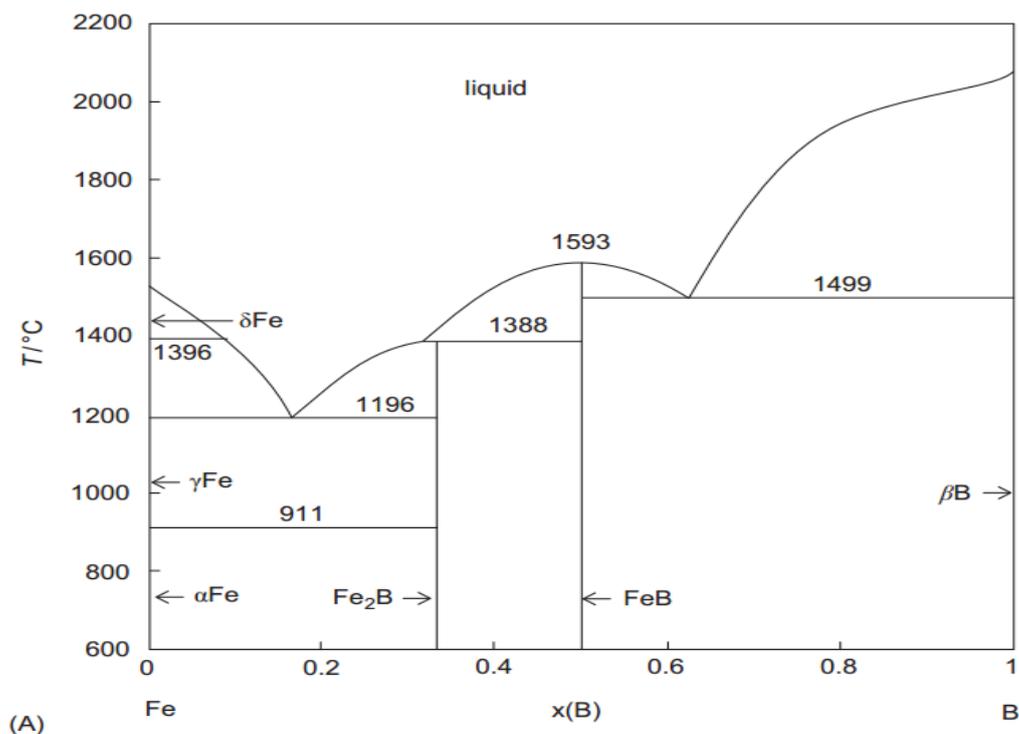
## Boronizado

Como se mencionó anteriormente el objetivo del endurecimiento superficial por difusión es otorgar la máxima protección contra el desgaste y corrosión en los aceros. El término boronizado significa el enriquecimiento de la capa superficial de un material con boro, el cual se lleva a cabo mediante un tratamiento termoquímico. Los átomos de boro se transfieren a las celdas atómicas del sustrato debido a la energía de activación proporcionada por el calor. Poco a poco los átomos van formando una región de difusión de boro en el material base, como se muestra en la figura 2 (Campos-Silva & Rodríguez-Castro, 2015).



**Figura. 2. Esquema de la difusión del boro en el acero (Bortec, 2017)**

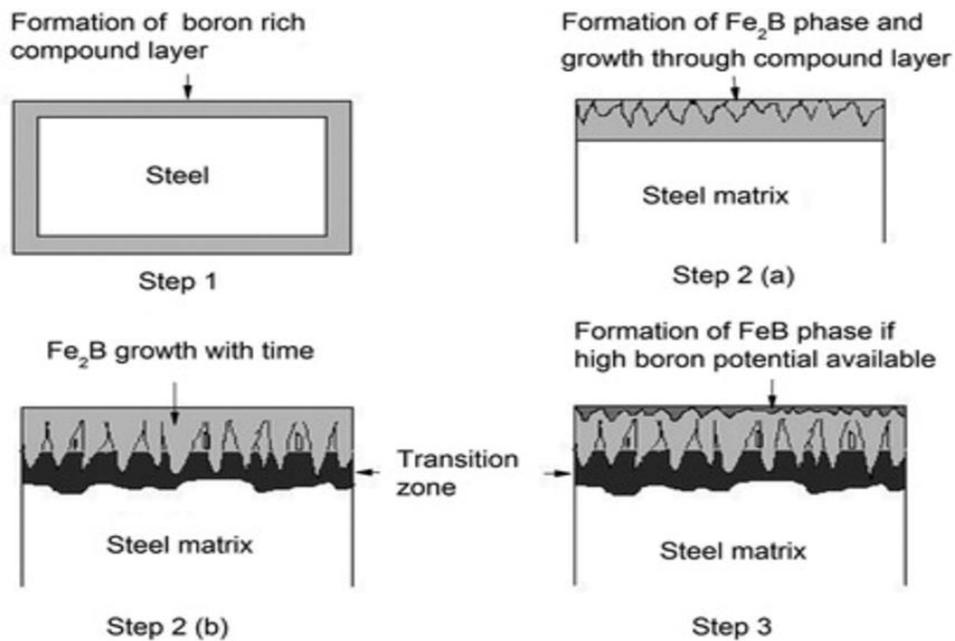
El proceso de boronizado ocurre entre temperaturas de 1123 y 1273 K por un periodo de tiempo de 1 a 12 h. La propiedad más importante que se consigue mediante este proceso es una capa superficial en el material con una dureza entre 1450 y 5000 HV (dureza Vickers); la combinación de una alta dureza superficial y un bajo coeficiente de fricción de las capas de boro, otorgan a los aceros tratados una alta resistencia al desgaste, abrasión y corrosión superior a la alcanzada con otros procesos termoquímicos como el nitrurado y carburación (Krastev, 2012)(Campos-Silva & Rodríguez-Castro, 2015). Entre los principales medios de boronizado se encuentra el líquido, gaseoso, por empaquetamiento, por plasma y por lecho fluidizado; el más desarrollado y utilizado es el boronizado por empaquetamiento. Para entender como ocurre la difusión del boro en el hierro, se analiza el diagrama de fases hierro-boro, el cual nos indica las fases que se forman de acuerdo con la concentración y temperatura empleadas en el proceso, después del boronizado la capa resultante puede estar compuesta por



(A) **Figura. 3. Diagrama Fe-B (Campos-Silva & Rodríguez-Castro, 2015)**

una sola fase  $\text{Fe}_2\text{B}$  o por dos fases  $\text{FeB}$  y  $\text{Fe}_2\text{B}$ , como se observa en la figura 3.

Cuando la capa de boronizado tiene una sola fase esta consiste en  $\text{Fe}_2\text{B}$ , mientras que la fase doble consiste en una fase externa de  $\text{FeB}$  y una fase interna de  $\text{Fe}_2\text{B}$ , como se muestra en la figura 4.



**Figura. 4. Esquema del Proceso de Formación de las capas  $\text{Fe}_2\text{B}$  y  $\text{FeB}$  (Joshi & Hosmani, 2014)**

Al finalizar el tratamiento de boronizado cuando ambas fases están presentes en la capa endurecida, los esfuerzos residuales producidos por las dos capas pueden llevar a la formación de grietas en la interface de las fases de  $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$ , y como consecuencia ocurre la separación de las dos capas, por lo que se recomienda realizar un recocido después del boronizado para reducir los esfuerzos entre las dos capas, es recomendable la formación de una sola capa compuesta por  $\text{Fe}_2\text{B}$ , ya que no se genera esfuerzos en la capa endurecida; el espesor de la capa boronizada es de aproximadamente 0.13mm, para metales ferrosos, en el caso de aceros bajos en carbono la capa puede ser mayor,

mientras que en aceros altos al carbono de alta aleación la capa es menor. (Anthymidis, Stergioudis, & Tsipas, 2002)

Las características y ventajas que otorga el boronizado son varias. Como se mencionó previamente la alta dureza junto con un alto punto de fusión que otorga este recubrimiento da ventajas comparativas respecto a otras técnicas de endurecimiento superficial; de igual manera mejora las propiedades tribológicas de las piezas tratadas. Otras ventajas que otorga el proceso es que la región endurecida no se desprende del sustrato al trabajar a altas temperaturas, una variedad de aceros pueden ser tratados mediante el boronizado, la resistencia a la oxidación a altas temperaturas también aumenta, las partes boronizadas que trabajan en condiciones ambientales de corrosión y oxidación aumentan su vida útil de servicio (ASM International Handbook, 2001).

Existe una alta disponibilidad de materiales a ser tratados mediante el boronizado, excepto por el aluminio y el silicio, ya que el boro no tiene una buena solubilidad en dichos materiales, los aceros bajos en carbono, inoxidable, hierros fundidos y aceros de alta aleación son los más usados para este proceso. De igual manera las propiedades mecánicas de la capa boronizada dependen de la composición química y estructura del metal de sustrato; los elementos aleantes tienden a restringir el crecimiento de la capa boronizada, ya que causan

una restricción en la difusión del boro en el acero debido a barreras que impiden su crecimiento, de acuerdo con la literatura en la fig. 5 se presenta la dureza de los aceros boronizados tanto en el substrato como en la capa boronizada.

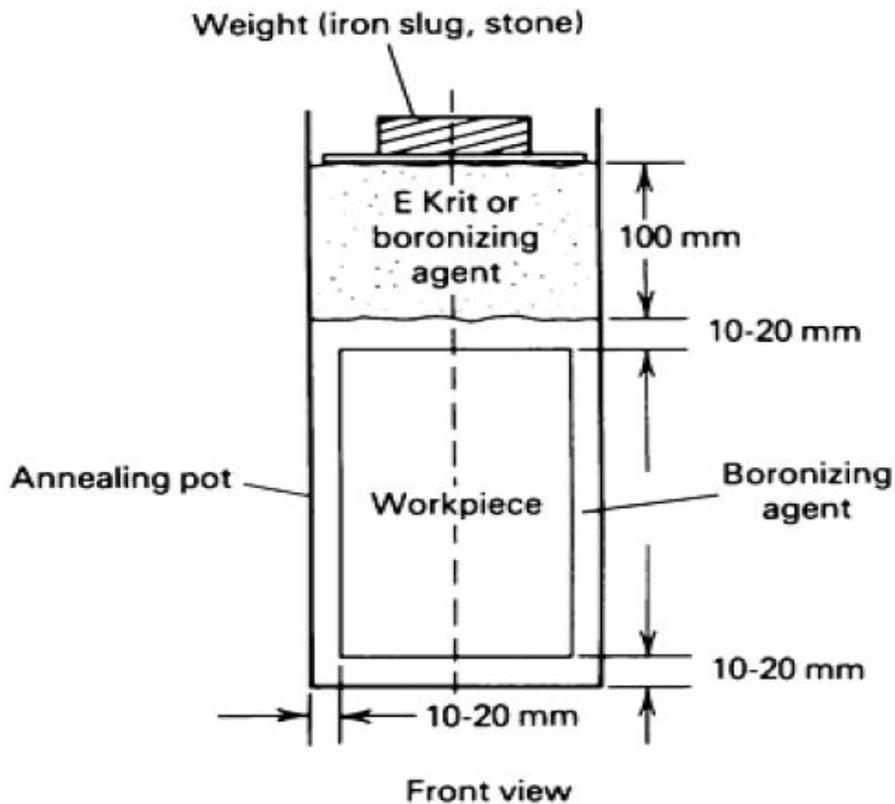
| <b>Borided Steel</b> | <b>Hardness at the surface of borided steel</b> | <b>Hardness at the substrate</b> | <b>References</b>                  |
|----------------------|---|----------------------------------|------------------------------------|
| AISI 1018            | 2250 HK   | 158 HK                           | Petrova <i>et al.</i> , 2008       |
| AISI 1040            | 1500 HV   | 220 HV                           | Uslu <i>et al.</i> , 2007          |
| AISI P20             | 1650 HV   | 320 HV                           | Uslu <i>et al.</i> , 2007          |
| AISI H13             | 1650–2000 HV                                    | 570 HV                           | Genel, 2006                        |
| AISI 4140            | 1397–1848 HV                                    | –                                | Campos-Silva <i>et al.</i> , 2010c |
| AISI 4340            | 2000 HK   | 520 HK                           | Petrova <i>et al.</i> , 2008       |
| AISI W1              | 1690–1800 HV                                    | 260 HV                           | Genel <i>et al.</i> , 2003         |
| AISI 316             | 1700 HV   | 180 HV                           | Ozdemir <i>et al.</i> , 2008       |
| AISI 304             | 2100 HK   | 275 HV                           | Petrova <i>et al.</i> , 2008       |

**Figura. 5. Dureza de aceros sometidos a un proceso de boronizado (Campos-Silva & Rodríguez-Castro, 2015)**

### **Boronizado por empaquetamiento**

El boronizado por empaquetado es el proceso más usado en la industria para este tratamiento termoquímico debido a la facilidad y seguridad que conlleva el proceso, además los costos económicos son menores en comparación con otros procesos de boronizado. El proceso se lleva a cabo empaquetando las piezas previamente limpias de grasas e impurezas en una retorta fabricada de acero resistente a altas temperaturas y aproximadamente de unos 3 a 5 mm de espesor, el polvo de boronizado se pone en la retorta y este debe cubrir por completo las piezas a tratarse con un espesor de entre 10 a 20 mm. El proceso

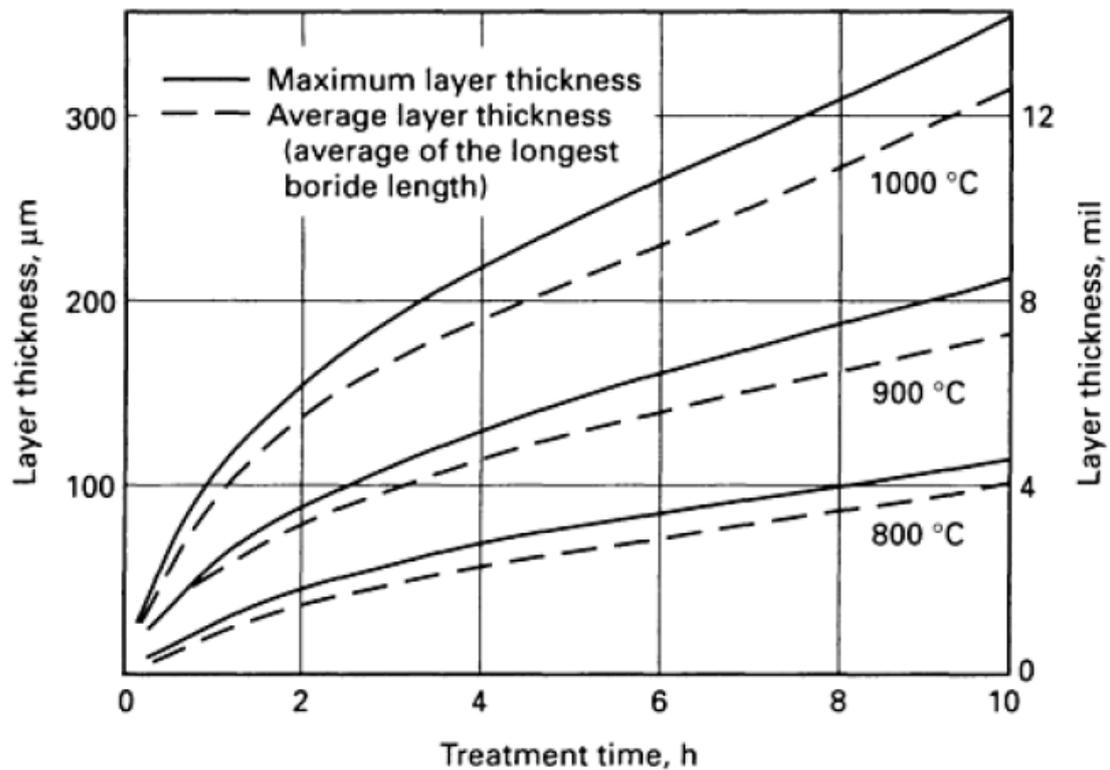
se lleva a cabo poniendo las piezas a tratarse como se muestra en la figura 6, donde una tapa se coloca en el interior de la retorta y se coloca un peso en la tapa para que se mantenga el empaquetado durante todo el proceso, después se coloca la retorta dentro de un horno para realizar el tratamiento; el contenedor no debe exceder 60% el volumen del honor.



**Figura. 6. Diagrama del empaquetado en la retorta (ASM International Handbook, 2001)**

El espesor de la capa boronizada depende del material de sustrato, el potencial de boro del compuesto, la temperatura y tiempo del proceso. Para materiales ferrosos la temperatura del proceso es de 800 a 1000°C. En la práctica el espesor que se desea obtener va de la mano con la aplicación que se requiere y de acuerdo con el material base. Capas delgadas entre 15 y 20  $\mu\text{m}$  son usadas para el desgaste adhesivo, en cambio las capas gruesas son recomendadas

para el desgaste erosivo, comúnmente se utilizan capas de 0.05 a 0.25 mm de espesor para bajas aleaciones y aceros bajos en carbono, un ejemplo del efecto en la profundidad de la capa boronizada se presenta en la figura 7.



**Figura. 7. Efecto de la temperatura y tiempo en el espesor de la capa difundida mediante boronizado por empaquetamiento (ASM International Handbook, 2001)**

### **Boronizado por lecho fluidizado**

La tecnología de lecho fluidizado es otro proceso utilizado para realizar el boronizado de metales. Este proceso fue patentado en 1985.

La fluidización es un método en donde una masa de pequeñas partículas granuladas se comporta como un líquido. Esto se logra cuando un flujo de aire o un gas pasa a través de un distribuidor y las partículas empiezan a moverse.

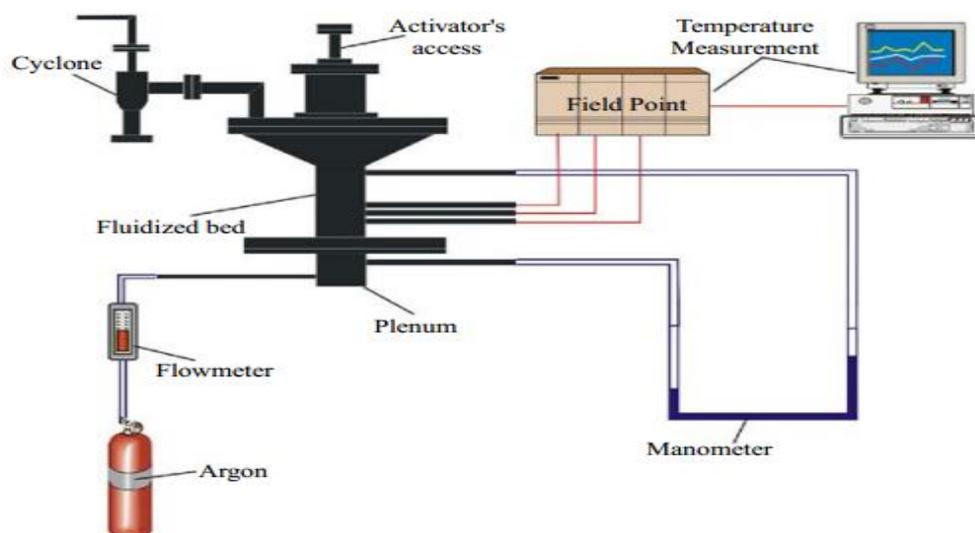
Cuando la velocidad del flujo del gas se incrementa existe una resistencia por parte de la masa de las partículas, cuando el flujo de gas logra superar esta fuerza las partículas empiezan a moverse y empiezan a flotar, cuando esto ocurre se considera que las partículas están fluidizando. La velocidad cuando esto ocurre se conoce como velocidad mínima de fluidización, mientras se aumenta la velocidad, se crean burbujas en el interior del reactor, esto causa que las partículas adquieran un movimiento turbulento, en este instante es donde el lecho fluidizado parece y se comporta como un líquido (Lettieri & Macrì, 2016)

Existen diversos tipos de reactores de lecho fluidizado, cuya principal ventaja radica en las altas tasas de transferencia de calor y masa que otorgan, esto conlleva a que exista una uniformidad en la temperatura a través del reactor y que exista una mezcla uniforme de los compuestos en el mismo, otras ventajas que ofrece este proceso es que se puede implementar fácilmente en los hornos para tratamientos térmicos, un costo bajo para su implementación y operación, y que es amigable para el medio ambiente (Tsipras & Tsipras, 2016) .

Los parámetros que afectan la calidad de la fluidización en un reactor de lecho fluidizado son las propiedades del sólido y gas utilizado, la geometría del reactor, la tasa del flujo de gas, el tipo de distribuidor del gas y el diseño del reactor. Durante el boronizado en un reactor de lecho fluidizado, los materiales y los polvos para boronizado otorgan una excelente transferencia de masa y calor, en cuya atmósfera son suspendidas las piezas a ser boronizadas. Se utiliza un gas inerte como Ar o N<sub>2</sub> para fluidizar el reactor, la alta tasa de calentamiento que otorga el gas hace que el proceso de boronizado sea rápido. El proceso se

caracteriza por tener una temperatura uniforme, se puede reproducir fácilmente, otorga buenas tolerancias de las piezas, y un acabado uniforme de las piezas (Tsipias & Tsipias, 2016). El proceso tiene un costo de operación bajo, por lo cual puede ser implementado en masa. El único problema que presenta este método de boronizado, son los gases de salida del reactor, formados por compuestos de halógenos, los cuales pueden ser eliminados usando un filtro que contenga  $\text{CaCO}_3$  (ASM International Handbook, 2001).

Se han realizado pocos estudios comparativos entre el proceso de boronizado por lecho fluidizado y por empaquetamiento. Como resultados se ha encontrado que en ambos casos se formó una capa de boro que tenía una sola fase  $\text{Fe}_2\text{B}$ , la diferencia entre los procesos consiste en que el recubrimiento producido por el empaquetamiento tiene esfuerzos residuales, ya que se sus granos tienen una orientación preferencial, mientras que los recubrimientos por lecho fluidizado no existen esfuerzos residuales, debido a que la orientación de los granos es al azar, y no se produce una deformación en los mismos (Anthymidis, Maragoudakis, Stergioudis, Haidar, & Tsipias, 2003).



**Figura. 8. Sistema de reactor de lecho fluidizado para boronizado (David, Anthymidis, Agrianidis, & Petropoulos, 2008)**

## METODOLOGÍA

### Boronizado por Empaquetamiento

Para la fase experimental se utilizó un acero bajo en carbono (AISI 1018), cuya composición química es: C 0,18% Si 0,25% Mn 0,70%, es un acero para endurecimiento por difusión, tiene una baja tenacidad y presenta una buena soldabilidad. Para las pruebas de boronizado se utilizó probetas con forma de media luna, con un diámetro de 0,025 m y un espesor de 0,010m, como se muestra en la figura 9. Para la preparación de las muestras se desbaste las caras laterales de las probetas para que sean planas y paralelas, se utilizaron lijas de (120, 220, 400 y 600 granos/pulgada), para quitar el óxido y suciedad de la superficie. Posterior a esto se realizó un desbaste fino con lijas de 15 y 9  $\mu\text{m}$ , esto con la finalidad de lograr medir la dureza de las probetas posterior al tratamiento.

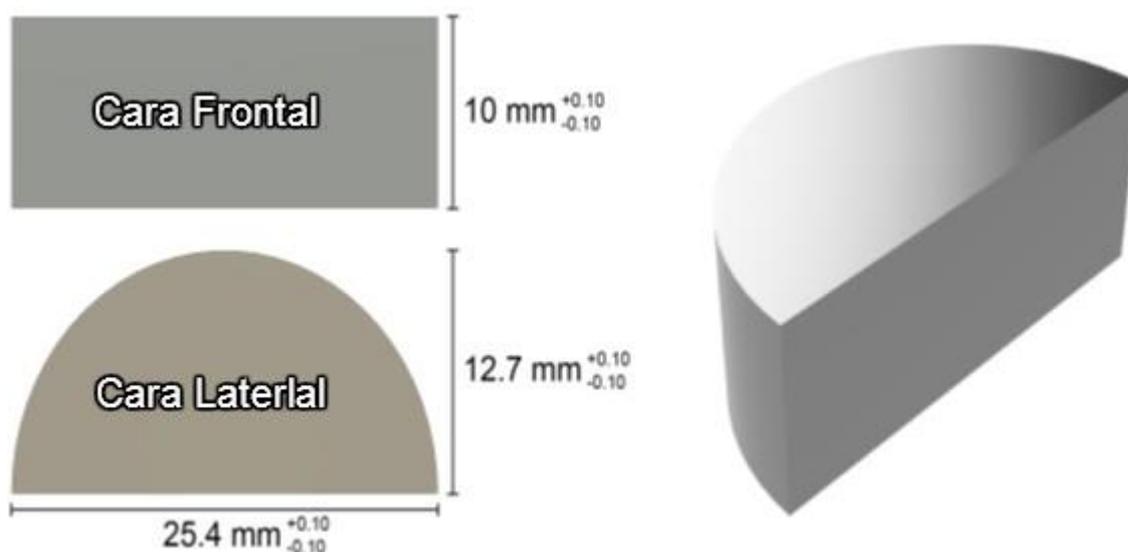


Figura. 9. Geometría de las probetas para boronizado (Carrillo, 2015)

Como polvo con una alta concentración de boro se utilizó el compuesto Ekabor®2, comúnmente el compuesto de boro tiene la siguiente composición química: carburo de boro  $B_4C$ , es el compuesto que tiene el boro, carburo de silicio  $SiC$  y alúmina  $Al_2O_3$ , como diluyentes, y como activador de la reacción química se utiliza  $KBF_4$ , todos estos compuestos se utilizan en diferentes porcentajes para formar el polvo que se utiliza en el proceso de Boronizado (ASM International Handbook, 2001).

Las probetas una vez limpias de grasas y óxido se colocan en una retorta diseñada y construida para realizar tratamientos de cementado; la cual fue diseñada y construida en una tesis anterior (Iza, 2013) para tratamientos térmicos, la retorta fue fabricada de un acero AISI 304, tiene forma de cilindro con una altura de 10.5, diámetro de 11.3 cm y un espesor de 6 mm, consta de dos tapas distribuidoras para el gas, y con una tapa con bridas para sellar el contenedor, tiene un tubo interno para el flujo del gas y consta de dos tubos externos, uno para el ingreso y otro para salida del gas.

En el contenedor primero se coloca hasta la mitad el polvo de boro y se apisona para que quede compacto, se coloca las muestras y se llena por completo la retorta asegurándose que las probetas queden totalmente cubiertas por el polvo, se coloca la tapa y se sella con pernos, posteriormente se coloca la retorta dentro del horno eléctrico, para tratamientos térmicos, la temperatura de los tratamientos fue de  $920^{\circ}C$  y se realizaron pruebas a 3 y 5 h, el enfriamiento de la retorta debe ser dentro del horno, como se muestra en la figura 10 . El espesor

de la capa difundida del compuesto depende tanto del tiempo y temperatura del proceso, y puede ser calculado usando la ecuación:

$$d = k\sqrt{t} \quad (1)$$

Donde  $d$  es el espesor de la capa a tratarse;  $k$  es la constante de difusividad, la cual depende de la temperatura, la composición del acero, del gradiente de concentración del compuesto a difundirse, y  $t$  es el tiempo en segundos.



**Figura. 10. Procedimiento boronizado por empaquetamiento**

### **Boronizado por Lecho fluidizado**

Previo a realizar el proceso de boronizado por lecho fluidizado se debe determinar los parámetros para que la fluidización ocurra y el proceso de como resultado un acero con una capa boronizada. Como se explicó previamente la velocidad mínima de fluidización es uno de los parámetros hidrodinámicos más

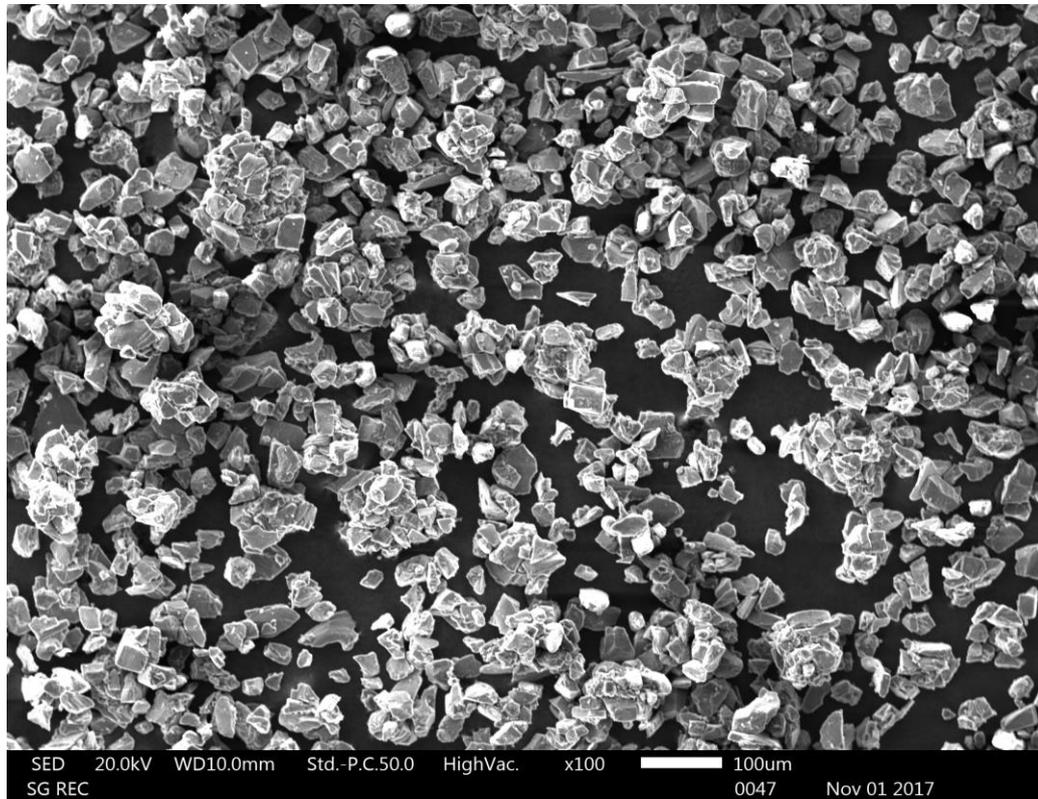
importantes de un lecho fluidizado. En el presente trabajo se calcula la velocidad mínima de fluidización a altas temperaturas usando correlaciones experimentales. La velocidad mínima de fluidización aumenta cuando el diámetro de partícula y la densidad de partícula son mayores, de igual manera depende de la densidad y viscosidad del gas, ya que son función de la temperatura, cuando aumenta la temperatura la densidad del gas disminuye, mientras que su viscosidad aumenta (ASM International Handbook, 2001). Un esquema del proceso de boronizado por lecho fluidizado se presenta en la figura 8.

#### **Tamaño de partícula.**

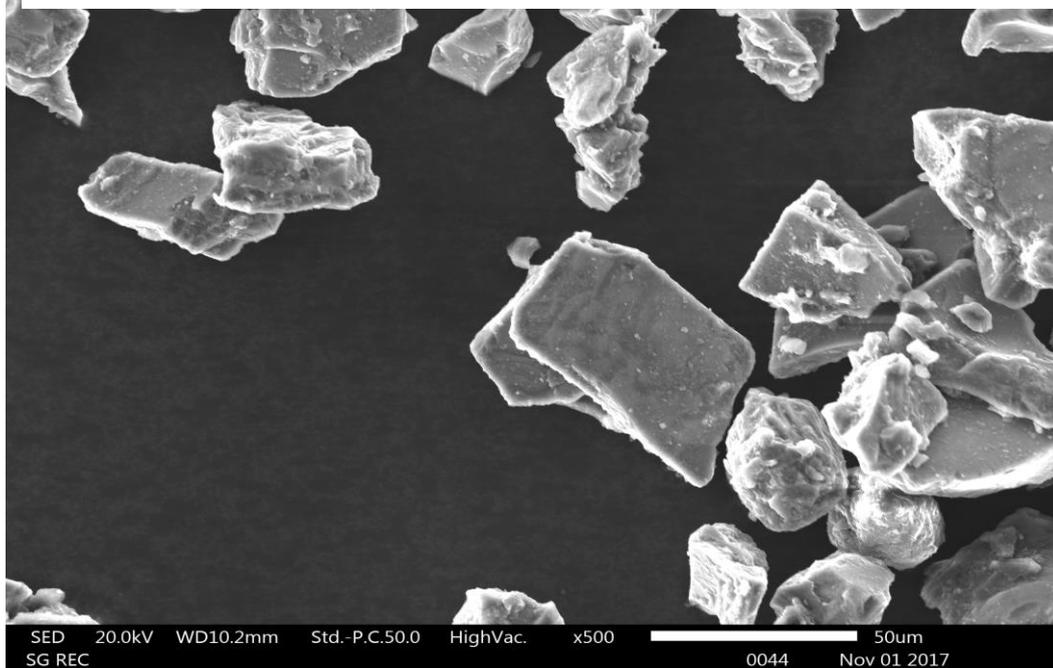
Se analizó el tamaño de partícula del polvo de boro usando microscopía electrónica de barrido (SEM). En las figuras 11 y 12 se observa que la morfología del boro no es esférica sino irregular, de igual manera se observa que el polvo está aglomerado y las partículas tienen distintos tamaños, en la figura 12 se observa que el tamaño del boro se encuentra entre un rango de 30-70  $\mu\text{m}$ , por lo que no se puede determinar el tamaño exacto de la partícula; para poder hacerlo se debe determinar la distribución del tamaño de partícula, así se podrá saber de una manera más exacta el tamaño del boro, para ello se encontró en experimentos realizados, el tamaño de partícula para el polvo Ekabor 2, el cual se encuentra en un rango de 75-106  $\mu\text{m}$  (Cevdet, 2000).

De acuerdo con (Lin, Wey, & You) se ha encontrado evidencia experimental donde partículas con distintas distribución es de tamaño presentan una similar velocidad mínima de fluidización a elevadas temperaturas; de igual manera concluyen que los parámetros del polvo que más influyen para el cálculo de la

velocidad mínima de fluidización son el tamaño promedio de partícula y las fuerzas de cohesión entre partículas.



**Figura. 11. Morfología del polvo de boro, 100x**



**Figura. 12. Morfología del polvo de boro, 500x**

### Densidad de partícula.

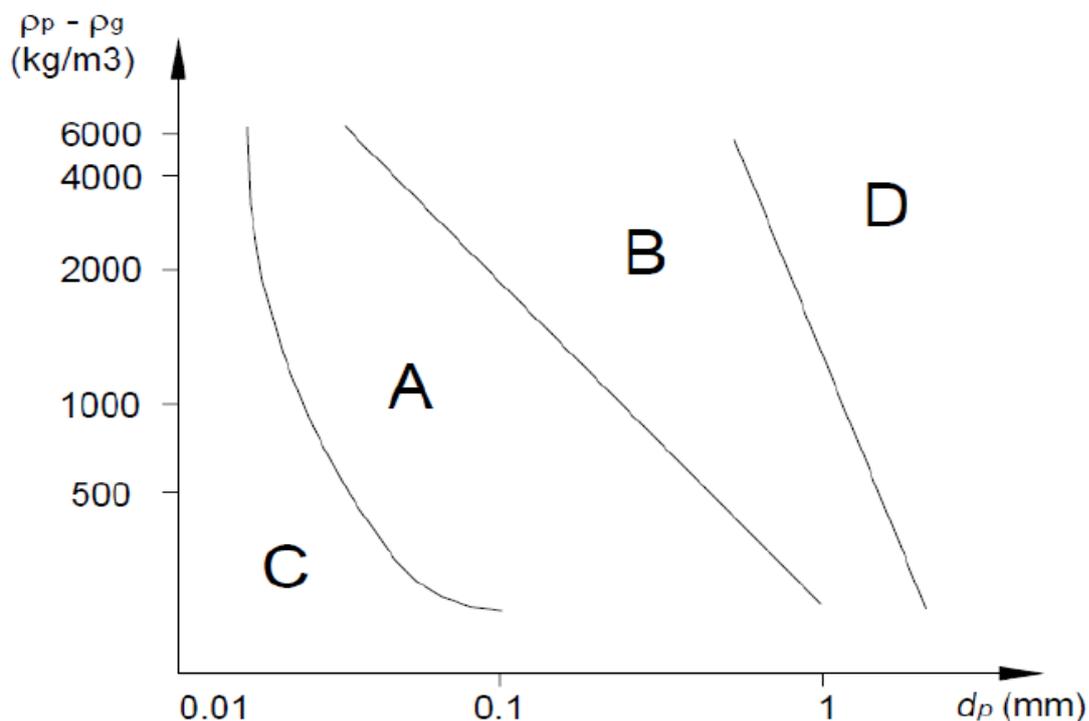
Para calcular la densidad de partícula se uso la siguiente ecuacion.

$$\rho_p = \frac{\rho_b}{1 - \varepsilon} \quad (2)$$

Donde  $\rho_p$  es la densidad de la partícula,  $\rho_b$  es la densidad aparente del boro, y  $\varepsilon$  es la porosidad que se asumió 0.42 para el caso de partículas granulares con forma irregular. La densidad aparente es de  $900 \text{ kg/m}^3$  (Seo et al., 2014).

El tamaño de partícula esta en un rango de 75-106  $\mu\text{m}$ , y la densidad de partícula es  $1552.75 \text{ kg/m}^3$ , una vez calculados estos parámetros se puede catalogar las partículas de acuerdo a la clasificaion de Gerald (Ferrer, 1998) como se muestra en la figura 13, donde se determina que las partículas son del tipo A, de acuerdo a (Knox & Vagdik) el tamaño promedio de estas partículas está entre 20 y 100  $\mu\text{m}$  con una densidad de partícula entre  $1400\text{-}4500 \text{ kg/m}^3$ . Cuando se utiliza una velocidad 2 o 3 veces la velocidad mínima de fluidización, las burbujas empiezan a flotar, y la cama fluidizada empieza a expandirse, en ese instante es donde el polvo empieza a comportarse como un fluido.

A partir de esta clasificación se utilizan las diferentes correlaciones experimentales para determinar la velocidad mínima de fluidización a temperatura elevadas, la velocidad mínima se calcula a partir de la ecuación de Ergun (Seo et al., 2014)



**Figura. 13. Clasificación de las partículas de Gerald (Ferrer, 1998)**

Como se mencionó en un lecho fluidizado se utiliza un gas para mover las partículas, en el presente experimento se utilizó argón (Ar), como gas fluidizante, ya que al ser un gas inerte este no reacciona con el boro al momento de realizar el tratamiento de boronizado, de igual manera al realizar un tratamiento térmico la temperatura del gas cambia y por ende sus propiedades, en este caso su densidad y viscosidad, parámetros que influyen en la velocidad mínima de fluidización, por lo que son calculados con ecuaciones que dependen de la temperatura.

#### **Densidad del gas.**

Se utilizó la siguiente ecuación para determinar la densidad del gas en función de la temperatura (Sangeetha, Swathy, Narayanamurthy, Lakshmanan, & Miranda, 2000).

$$\rho_g = \frac{361,3}{T(K)} \quad (3)$$

Donde  $\rho_g$  es la densidad del gas y  $T(K)$  es la temperatura en kelvin

### Viscosidad del gas.

Para la viscosidad del gas en función de la temperatura se calcula mediante la ecuación (White, n.d.)

$$\mu_g = 2,24 \times 10^{-5} \left[ \frac{T(K)}{293} \right]^{0,72} \quad (4)$$

Donde  $\mu_g$  es la viscosidad del gas,  $T(K)$  es la temperatura en kelvin.

### Velocidad mínima de fluidización.

Para calcular la velocidad mínima en función de la temperatura se usó la siguiente ecuación (Jiliang, Xiaoping, & Daoyin, 2013).

$$U_{mf} = \frac{d_p^2 (\rho_p - \rho_g) g}{150 C \mu_g} \quad (5)$$

Donde  $U_{mf}$  es la velocidad mínima de fluidización,  $d_p$  es el diámetro de partícula,  $\rho_p$  es la densidad de partícula,  $\rho_g$  es la densidad del gas,  $g$  es la gravedad,  $\mu_g$  es la viscosidad del gas,  $C$  es una constante que se calcula de la siguiente manera (Seo et al., 2014):

$$C = \frac{1 - \varepsilon_{mf}}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s^2} \quad (6)$$

Donde  $\varepsilon_{mf}$  es la porosidad de la partícula a la velocidad mínima de fluidización y  $\phi_s$  es la esfericidad que se asume 0.6 para materiales granulares.  $\varepsilon_{mf}$  se calcula de la siguiente manera:

$$\varepsilon_{mf} = (0.586\phi_s^{-0.72}) \left( \frac{\mu_g^2}{\rho_g \eta d_p^3} \right)^{0.029} \left( \frac{\rho_g}{\rho_p} \right)^{0.021} \quad (7)$$

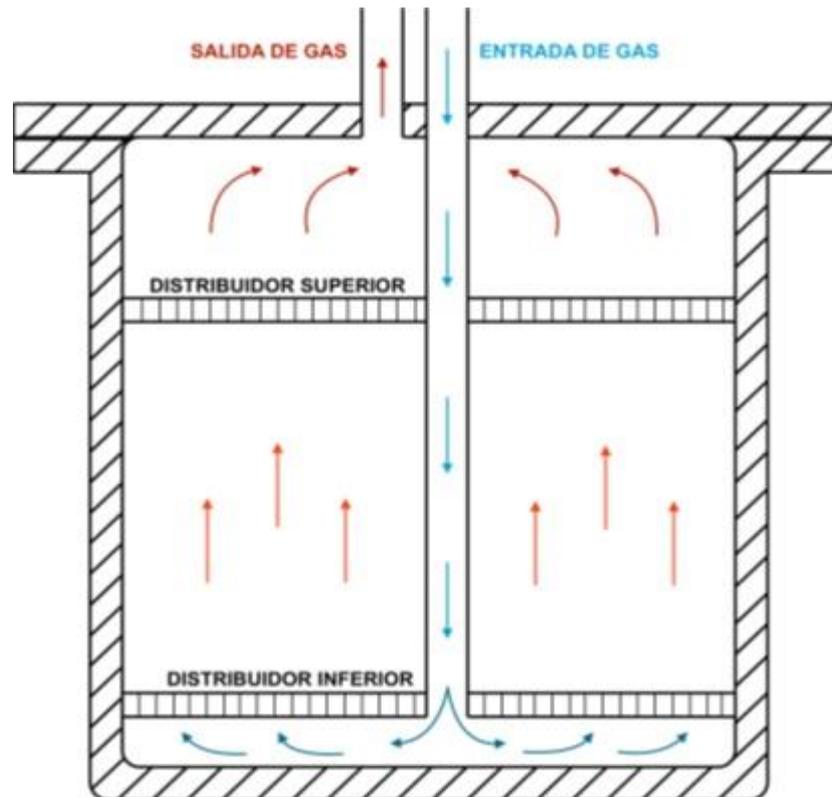
Donde  $\eta$  se conoce como término de gravitación y es igual  $(\rho_p - \rho_g)g$

Una vez conocida la velocidad mínima de fluidización se puede realizar el tratamiento de boronizado en un lecho fluidizado. Para esta fase experimental se utilizó el mismo acero AISI 1018, y las probetas fueron de las mismas dimensiones que en la fase experimental anterior, de igual manera se realizó un pulido grueso y fino, para una posterior limpieza de grasas y óxidos.

Para el tratamiento de boronizado se utiliza la misma retorta que se usó en el empaquetamiento, en esta ocasión se adecuaron las tapas distribuidores del gas así como los tubos de conexión para el argón, los cuales se muestran en la figura 15.

En la parte inferior de la retorta se coloca el primer distribuidor de gas, posterior a eso se enrosca el tubo de distribución de gas al distribuidor, ya que el gas pasa por toda la retorta hasta llegar al fondo, en donde rebota con la parte inferior del reactor y sube por los huecos del distribuidor; como se muestra en la figura 14, posteriormente se coloca el polvo para el bornizado, en la parte superior se coloca el segundo distribuidor, en los orificios de este distribuidor se coloca un alambre de acero inoxidable del cual cuelga la pieza que será boronizada, de esta manera se garantiza que la pieza este completamente en contacto con el polvo y que al momento de la fluidización exista una transferencia de calor y de masa desde el boro hacia el acero.

Una vez que se colocó el segundo distribuidor se debe colocar la tapa y la retorta debe ser sellada con pernos para evitar que el polvo salga por algun orificio. Para finalizar se introduce el reactor dentro del horno para tratamientos térmicos como el que se muestra en la figura, el horno debe constar de los orificios para la entrada y salida del gas, como se muestra en la figura 16, en donde se debe colocar los tubos tanto para el ingreso como para la salida del gas, estos tubos deben ser roscados de tal manera que no existan fugas al momento de la entrada y salida del argón. Todos el equipo usado para el lecho fluidizado se muestra en la figura. Una vez que se colocan estos tubos se debe conectar el tubo entrada hacia el tanque de argón mediante una manguera; el tanque cuenta con un medidor de flujo, el cual permite establecer el flujo volumétrico de gas que se desee.



**Figura. 14. Esquema retorta para boronizado por lecho fluidizado (Carrillo, 2015)**



**Figura. 15. Distribuidores superior e inferior**

Para esta fase experimental se estableció una temperatura de 920°C y se realizaron pruebas a 2 h con una velocidad de fluidización de 12  $l/min$ , y a 4 h con una velocidad de 18  $l/min$ , el enfriamiento de la retorta se realizó dentro del mismo horno. Fotografías del horno y la retorta para lecho fluidizado se muestran en las figuras 16 y 17.



**Figura. 16. Horno para boronizado por lecho fluidizado**



**Figura. 17. Contenedor de lecho fluidizado**

### **Caracterización de las muestras.**

Una vez realizadas las fases experimentales se caracterizó las muestras, en donde se observó la microestructura de las probetas, se midió el espesor de la capa boronizada y se midió la dureza de la misma.

Para observar la microestructura y capa de espesor de las muestras se realiza un ensayo metalográfico. Para obtener una capa uniforme y lisa se realiza un desbaste en las muestras. El desbaste grueso se realiza a mano en la cara frontal de las probetas usando las lijas de (240, 320, 400 y 600 granos/pulgada), el lijado se realiza en una sola dirección con la finalidad de obtener líneas en una sola dirección, después de cada avance se debe girar la probeta noventa grados para eliminar las rayas de las anteriores pasadas, hasta completar los trescientos sesenta grados. Para el pulido fino se utilizan las lijas de 15 y 9  $\mu\text{m}$ , y se termina

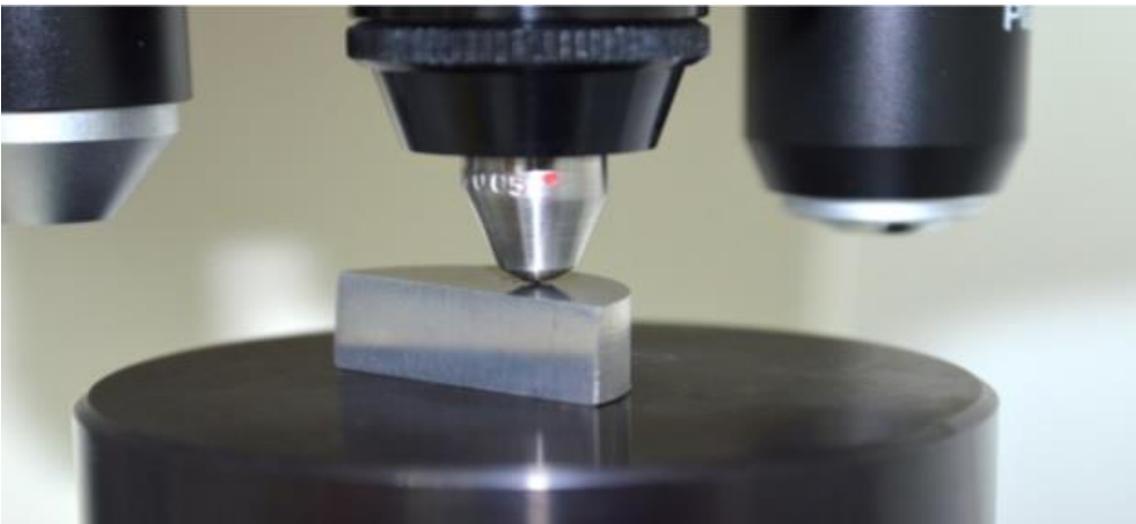
con el pulido de paños de 5, 1, 0.3 y 0.05  $\mu\text{m}$ , de esta manera se elimina las rayas que existen en la muestra hasta que tenga un aspecto tipo espejo y brillante (Iza, 2013).

Para observar la microestructura del acero, se realiza un ataque químico de la muestra la cual revela los granos del material, para aceros bajos en carbono se utiliza una solución de Nital al 3%. Una vez que se realiza el ataque químico, se observa en el microscopio óptico la microestructura de la muestra; al realizar el desbaste de la cara frontal la capa boronizada es borrada, por lo que en el microscopio se observa la capa boronizada de las caras laterales adjuntas, y se visualiza el espesor de la capa boronizada con el software ImageJ, de esta manera es posible medir la profundidad de la capa y así determinar cuál proceso otorga la capa con mayor de boro, ya que al no variar la temperatura, las variables que determinan el espesor de la capa, son el tiempo y la constante de difusión que cambia dependiendo si se utilizó un empaquetamiento o un lecho fluidizado.

La micro dureza de las probetas se midió con un durómetro Vickers, marca Wilson Hardness, usando una carga de 300g, estas mediciones se realizaron en las caras laterales de las probetas boronizadas, previo a esto se realizó un desbaste fino de las probetas con la lija de 9  $\mu\text{m}$  y los paños de 5, 1, 0.3 y 0.05  $\mu\text{m}$ , como se muestra en la figura 18 para limpiar las superficie de las probetas de cualquier suciedad y sin quitar la capa boronizada; ya que para realizar la medición de dureza se necesita que la superficie este brillante y sin rayones, tal como se muestra en la figura 19.



**Figura. 18. Probetas acero AISI 1018, desbaste grueso, y pulido fino**



**Figura. 19. Medición de microdureza Vickers.**

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### Velocidad mínima de fluidización

Se determinó las propiedades del polvo de boro y del gas argón, usando las ecuaciones de la sección anterior, de esta manera se calculó el caudal mínimo de fluidización, todos los resultados presentes fueron calculados a una temperatura de 920°C, la cual fue la temperatura a la que se realizaron los tratamientos de boronizado. Para calcular el flujo volumétrico que se usó, se multiplica la velocidad mínima de fluidización por el área transversal del distribuidor de gas de la retorta, se calculó el caudal mínimo para 75 y 106  $\mu\text{m}$ , dando 2.12  $\text{l}/\text{min}$  y 3.6  $\text{l}/\text{min}$  respectivamente. El caudal usado se basó en los cálculos para el tamaño de 106  $\mu\text{m}$ .

Para los dos experimentos de boronizado por lecho fluidizado se usaron dos flujos, el primero fue un flujo 3.5 veces el flujo de mínimo de fluidización de 12  $\text{l}/\text{min}$ , mientras que en el segundo experimento se usó un flujo 5 veces el flujo mínimo de fluidización de 18  $\text{l}/\text{min}$ , esto con el fin de asegurar una correcta fluidización dentro de la retorta y también para comprobar si un cambio en la velocidad mínima de fluidización afecta los resultados del boronizado.

Para la velocidad mínima de fluidización los parámetros que cambian y afectan el proceso son la densidad y viscosidad del gas; de igual manera la porosidad del material cambia, ya que está en función de la viscosidad y densidad del gas. Las propiedades del boro no varían con la temperatura, sin embargo se ha encontrado evidencia experimental donde la atracción entre partículas cambia, y

la fuerza de cohesión entre ellas varía cuando la temperatura del lecho fluidizado aumenta, por lo que la porosidad puede variar de manera más significativa si se incluye esta variable (Lettieri & Macrì, 2016).

**Tabla. 1. Propiedades del polvo de boro, gas argón y velocidad mínima de fluidización (920°C)**

| Parámetro                                  | Resultado                     |
|--|-------------------------------|
| Densidad del gas (Ar), $\rho_g$            | 0.30 $kg/m^3$                 |
| Viscosidad del gas, $\mu_g$                | 6.1558 $\times 10^{-5} kg/ms$ |
| Diámetro de Partícula, $d_p$               | (75 – 106 $\mu m$ )           |
| Densidad de Partícula, $\rho_p$            | 1552.75 $kg/m^3$              |
| Esfericidad, $\phi_s$                      | 0.6 (asumida)                 |
| Término de gravitación, $\eta$             | 15229.6 $kg/s^2m^2$           |
| Porosidad, $\varepsilon_{mf}$              | 0.70                          |
| Constante, $C$                             | 2.43                          |
| Velocidad mínima de fluidización, $U_{mf}$ | 0.76 $cm/s$                   |
| Caudal mínimo de fluidización, $Q$         | 3.6 $l/min$                   |

### Mediciones de micro dureza.

Una vez realizado el proceso de boronizado por empaquetamiento y lecho fluidizado se caracterizó las muestras, esto con el fin de corroborar los resultados experimentales con los que se encuentran en la literatura.

Para medir la dureza de la capa boronizada se siguió el procedimiento descrito en la sección anterior; el procedimiento para medir la dureza de la capa

boronizada se realizó con sumo cuidado, ya que, al realizar un pulido fino en las caras laterales, existe la posibilidad de que la capa boronizada sea borrada, por tal motivo al realizar la indentación en el durómetro Vickers la marca indentada es difícil observar y medir.

Se realizaron diez mediciones de dureza en cada probeta boronizada; los resultados de dureza se presentan en la tabla 2, con un promedio de durezas y su respectiva desviación estándar, los resultados presentes son tanto de los tratamientos por empaquetamiento, como por lecho fluidizado, también se presenta el resultado de una tesis anterior de boronizado (Iza, 2013), en donde se usó un flujo de fluidización menor al calculado para el presente trabajo.

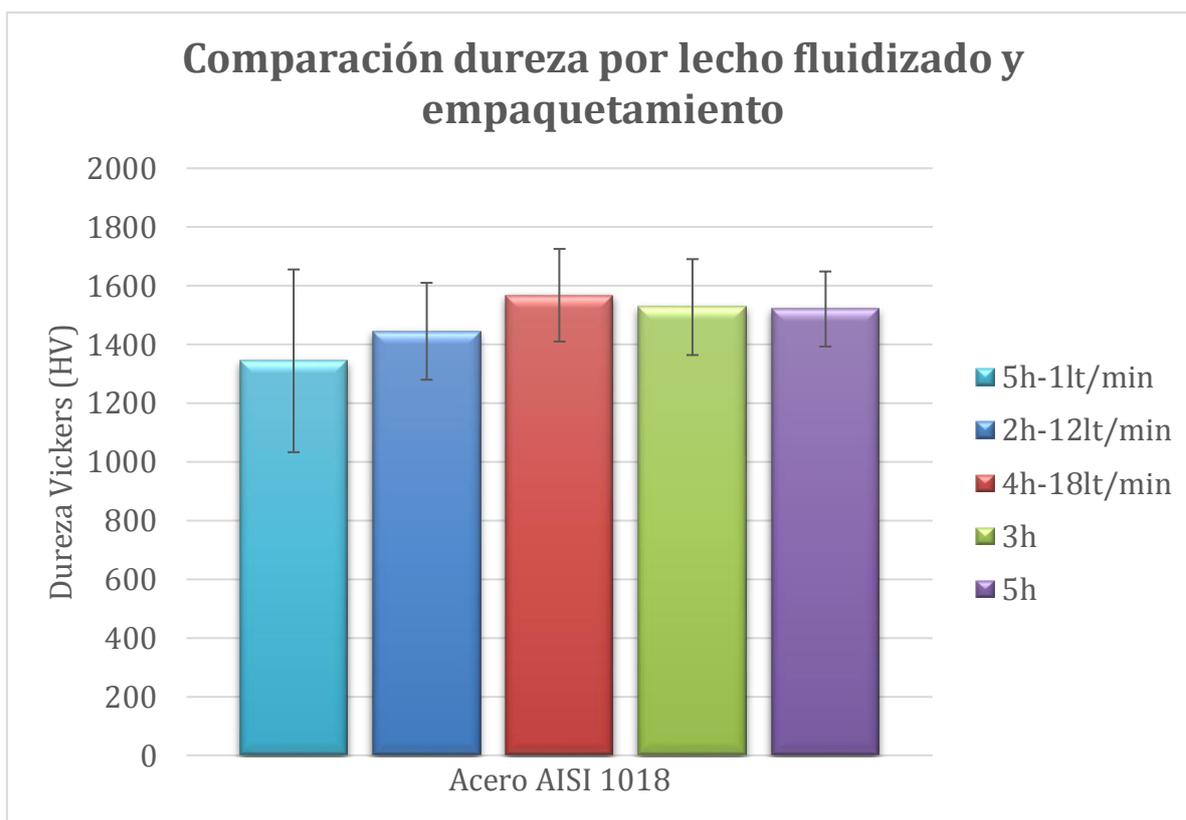
**Tabla. 2. Comparación de dureza de la capa boronizada obtenida por empaquetamiento y lecho fluidizado**

| T=920°C       | 5h-1 l/min* | 2h-12 l/min | 4h-18 l/min | 3h-Empaq. | 5h-Empaq. |
|---------------|-------------|-------------|-------------|-----------|-----------|
| Medición      | Dureza(HV)  |             |             |           |           |
| 1             | 1117        | 1608        | 1509        | 1786      | 1311      |
| 2             | 1254        | 1486        | 1736        | 1557      | 1398      |
| 3             | 1322        | 1391        | 1582        | 1652      | 1405      |
| 4             | 1146        | 1626        | 1557        | 1377      | 1736      |
| 5             | 1881        | 1324        | 1652        | 1215      | 1557      |
| 6             |             | 1139        | 1463        | 1384      | 1608      |
| 7             |             | 1324        | 1343        | 1617      | 1462      |
| 8             |             | 1377        | 1463        | 1541      | 1517      |
| 9             |             | 1501        | 1891        | 1525      | 1634      |
| 10            |             | 1670        | 1478        | 1617      | 1578      |
| Promedio      | 1344        | 1444.60     | 1567.40     | 1527.10   | 1520.60   |
| Des. Estándar | 311.32      | 165.07      | 157.82      | 163.40    | 127.93    |

Como se observa la tabla 2, los valores de dureza obtenidos están dentro del rango esperado que se muestra en la literatura que está dentro de 1450-5000 HV, la primera columna muestra la dureza de una pieza boronizada en una tesis anterior (Iza, 2013), donde se utilizó un flujo de gas menor al flujo de fluidización y el cual no fue constante (fue intermitente) durante todo el proceso, las dos siguientes columnas muestran la dureza de las probetas boronizadas mediante lecho fluidizado variando el tiempo y caudal de gas, las dos últimas columnas muestran la dureza de las probetas boronizadas mediante empaquetamiento, en donde se varió el tiempo del proceso.

Se observa que las durezas entre los diferentes procesos no tienen una gran diferencia por lo que el proceso de boronizado se realizó exitosamente; es decir que la dureza de la capa de boro no cambia sustancialmente con el tiempo de tratamiento.

Al comparar los resultados de boronizado tanto por lecho fluidizado y empaquetamiento, las durezas que se obtuvieron están dentro de rango que se muestra en la literatura debido en que los dos procesos la capa boronizada tiene la misma composición química, por lo que sus propiedades son las mismas. En la figura 20 se muestra un cuadro de barras comparativas de los distintos procesos y su respectiva dureza, se muestra un cuadro de barras comparativas de los distintos procesos y su dureza.



**Figura. 20. Gráfico de barras comparando la dureza de la capa boronizado mediante los diferentes procesos**

### **Microestructura de la capa boronizada**

Para determinar el espesor de la capa boronizada se realizan micrografías de las probetas, de esta manera se observa la microestructura del acero tratado, en donde se ve las fases de la capa de boro, su morfología y también su espesor. Para establecer cuál de los dos tipos de tratamientos tiene una mayor capa de boro se mide el espesor de la misma; la cual depende del tipo de tratamiento realizado (empaquetado o fluidizado), lo cual afecta la concentración de boro durante el proceso y el tiempo del mismo, estas son las variables que influyen en el espesor de la capa de boro.

En la tabla 3 se presenta los diferentes espesores del boronizado, así como el tipo de proceso que se llevó a cabo.

**Tabla. 3. Espesor de la capa boronizada por empaquetamiento y lecho fluidizado**

| <b>T= 920°C</b> | <b>5h-1 l/min*</b> | <b>2h-12 l/min</b> | <b>4h-18 l/min</b> | <b>3h-Empa.</b> | <b>5h-Empa.</b> |
|-----------------|--------------------|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| Medición        | Espesor (um)       |                    |                    |                 |                 |
| 1               | 161.53             | 34.52              | 29.27              | 83              | 150.32          |
| 2               | 153.21             | 31.91              | 31.71              | 84.96           | 127.45          |
| 3               | 136.74             | 30.71              | 44.39              | 74.51           | 137.25          |
| 4               | 144.97             | 35.00              | 31.22              | 83              | 126.79          |
| 5               | 145.01             | 41.91              | 27.81              | 88.88           | 100.65          |
| 6               |                    | 32.14              | 31.46              | 81.69           | 128.75          |
| 7               |                    | 22.38              | 39.51              | 73.20           | 111.76          |
| 8               |                    | 38.10              | 35.12              | 69.93           | 133.98          |
| 9               |                    | 34.29              | 28.54              | 86.27           | 138.56          |
| Promedio        | 148.29             | 33.44              | 33.22              | 80.61           | 128.40          |
| Desv. stand     | 9.42               | 5.38               | 5.53               | 6.50            | 14.76           |

Se observa en la tabla 3 que los espesores de las capas boronizadas varían de acuerdo con el tiempo y tipo de proceso que se llevó a cabo.

En la primera columna se muestra el espesor de la capa boronizada para un tratamiento realizado en una tesis anterior (Iza, 2013), donde se utilizó un flujo bajo y no constante, en las dos siguientes columnas se presenta el espesor de la capa boronizada mediante lecho fluidizado, y en las dos últimas columnas se muestra el espesor de la capa boronizada por empaquetamiento. Todos los experimentos se

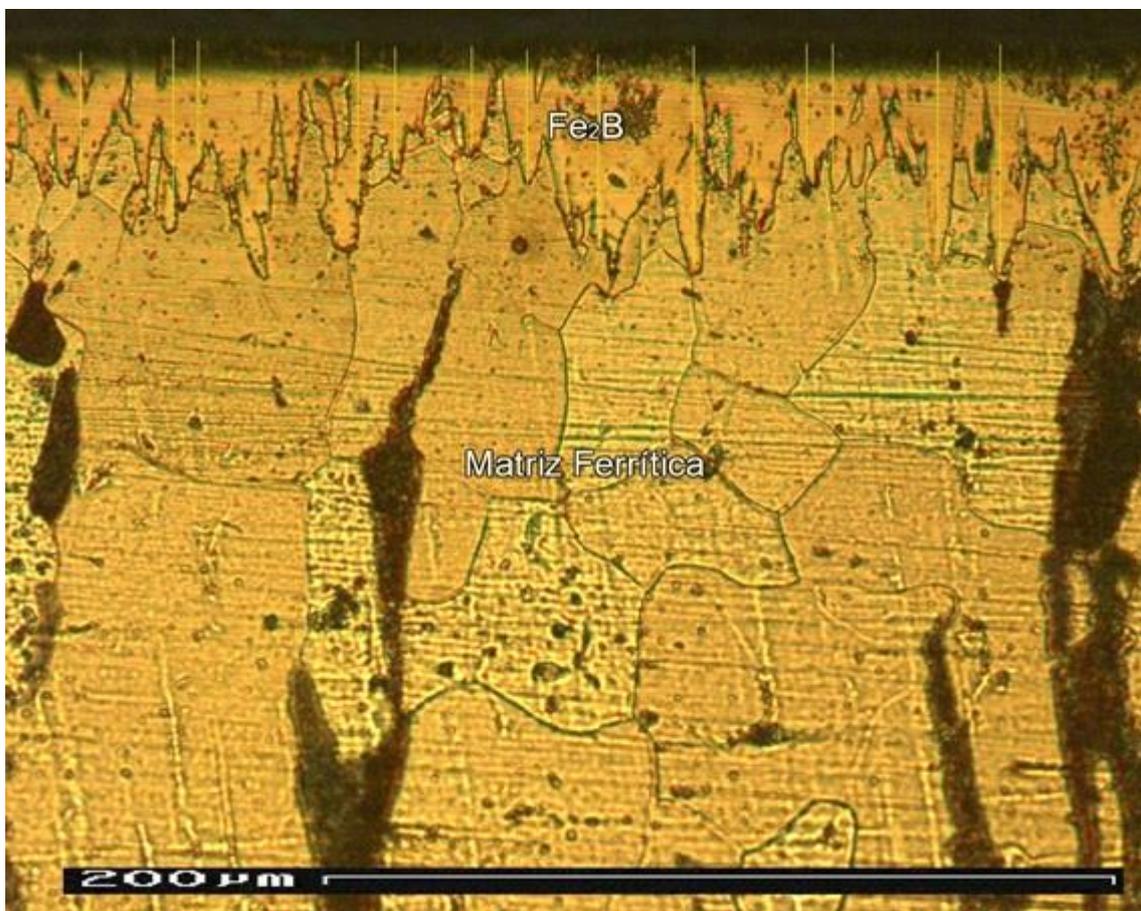
llevaron a cabo a 920°C. A continuación, se muestra la microestructura de las probetas boronizadas mediante lecho fluidizado:



**Figura. 21. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018, lecho fluidizado  
2h-12 l/min (920°C), 400x**

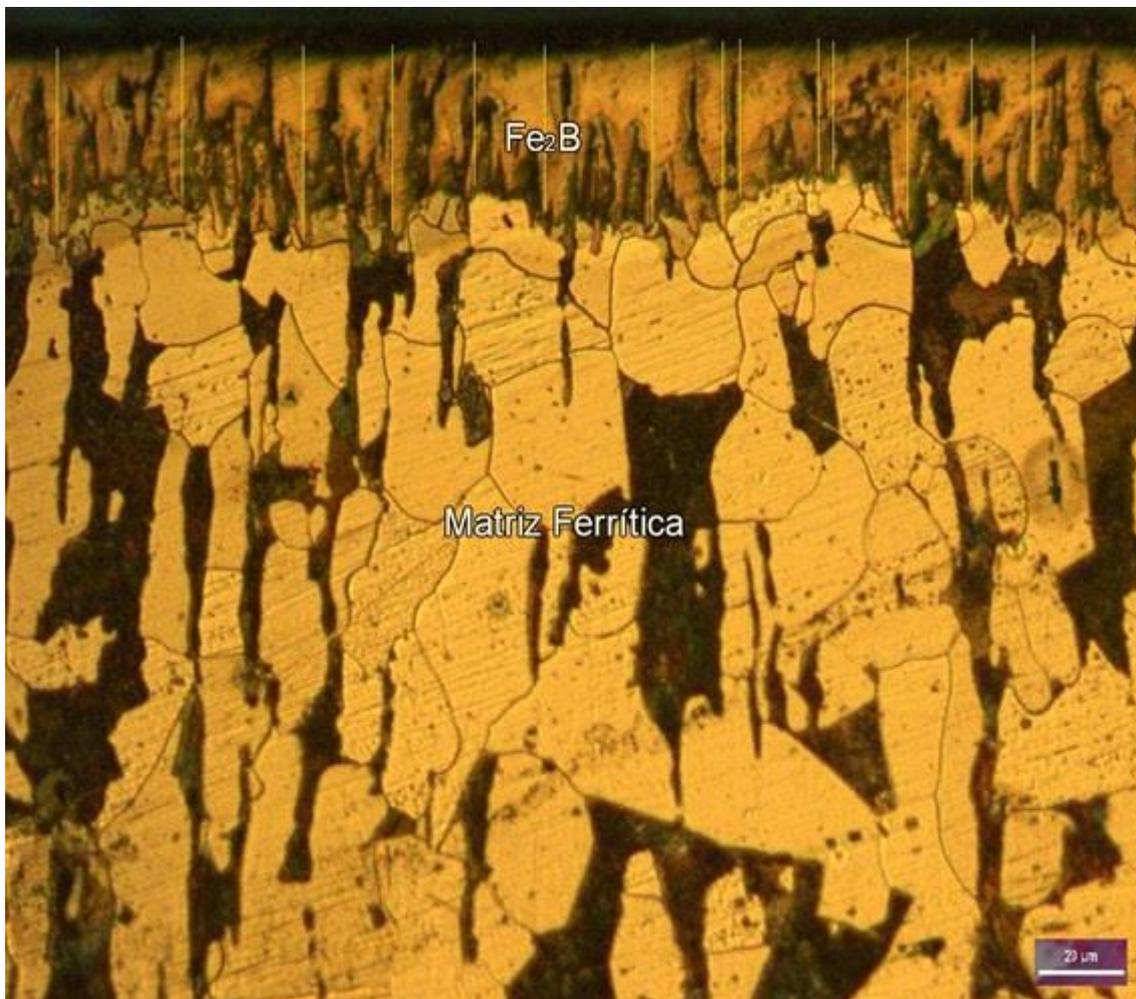
Después de realizar el ataque químico, se muestra la microestructura del acero 1018 en la figura 21, con una matriz ferrítica, se observa la difusión del boro en la superficie del acero, y como es característico este proceso de difusión tiene una morfología en forma de dientes de sierra, el espesor promedio de esta capa es de 33.44  $\mu\text{m}$ , al medir el espesor de la capa se observó que la capa de boro está presente en toda la muestra y es uniforme a lo largo de la misma. El flujo utilizado es 12 l/min, lo cual es el flujo para que el polvo de boro este fluidizando, el proceso se llevó a cabo durante 2h.

En la figura 22, se muestra la microestructura del acero 1018, con una matriz ferrítica, en este caso también existió difusión del boro en la superficie del sustrato, se observa la morfología de la capa de boro en forma de dientes de sierra, , su espesor promedio es de 33.22  $\mu\text{m}$ , se usó un flujo de 18 l/min por 4h, al comparar el espesor de los dos procesos es claro que no hubo variación alguna, a pesar que el tiempo se duplicó y el flujo de argón se incrementó. Al aumentar el flujo de gas se garantiza que el polvo estará en completa fluidización.



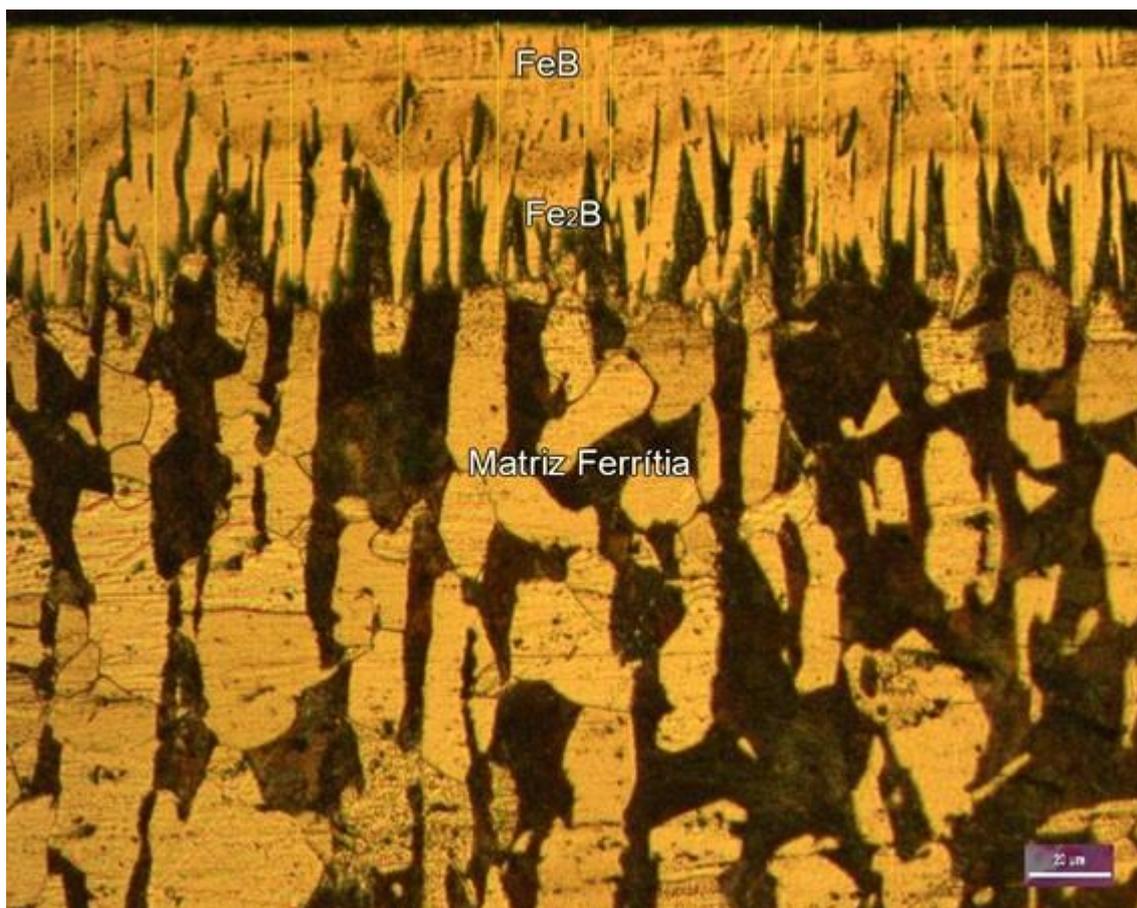
**Figura. 22. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018, lecho fluidizado  
4h-18l/min (920°C), 400x**

En la figura 23 se muestra el proceso de Boronizado por empaquetamiento, se observa una microestructura igual a los dos procesos anteriores, con una matriz ferrítica, se observa la capa de boro con los dientes de sierra, la capa de boro es uniforme a lo largo de toda la superficie, en este caso la muestra solo fue empaquetada durante 3h, el espesor promedio de la capa boronizada fue de 80.61  $\mu\text{m}$ . El espesor que se obtuvo es mayor que al realizar el tratamiento por lecho fluidizado.



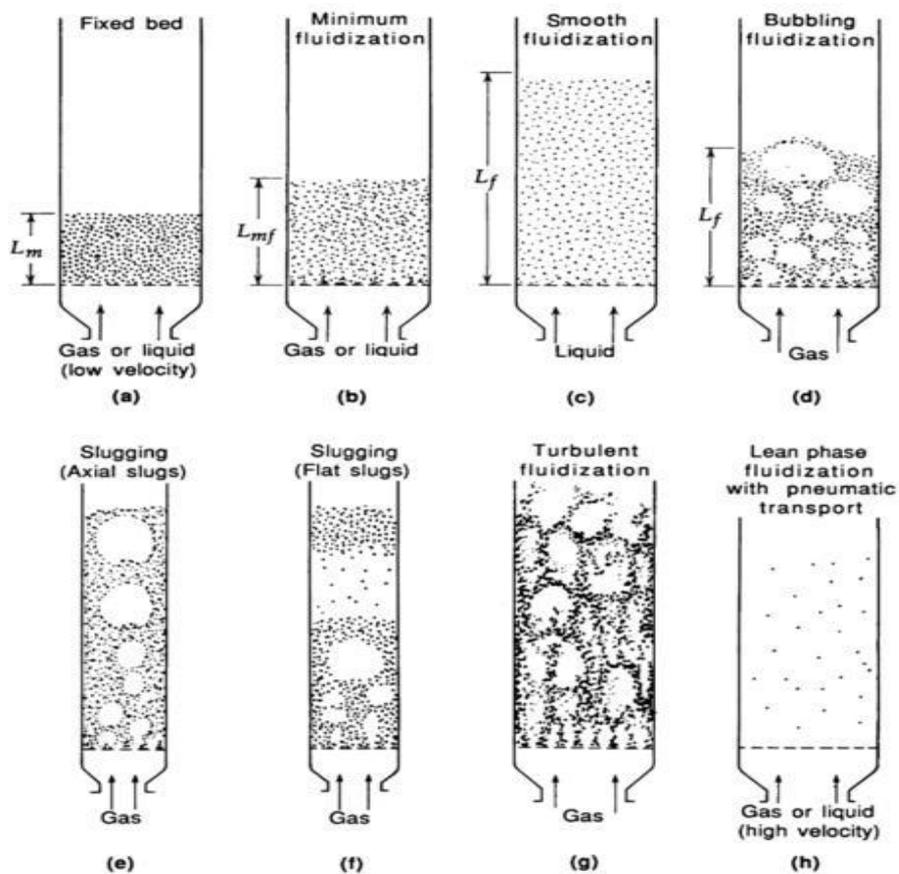
**Figura. 23. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018, empaquetamiento, 3h (920°C), 200x**

En la figura 24 se muestra la segunda probeta tratada mediante Boronizado por empaquetamiento, la matriz del acero es una matriz ferrítica, la capa de boro está presente en toda la superficie de la probeta, tiene la forma típica de dientes de sierra, y la capa de boro es uniforme a lo largo de toda la probeta. El espesor promedio de es de 128.22  $\mu\text{m}$ . La temperatura del proceso fue de  $920^{\circ}\text{C}$  por 5h; se observa que existe un aumento en el espesor de la capa comparado a las 3h de proceso; así mismo al comparar el proceso con los experimentos de lecho fluidizado con el empaquetamiento se observa un mayor aumento en el espesor de la capa de boro a las 5h.



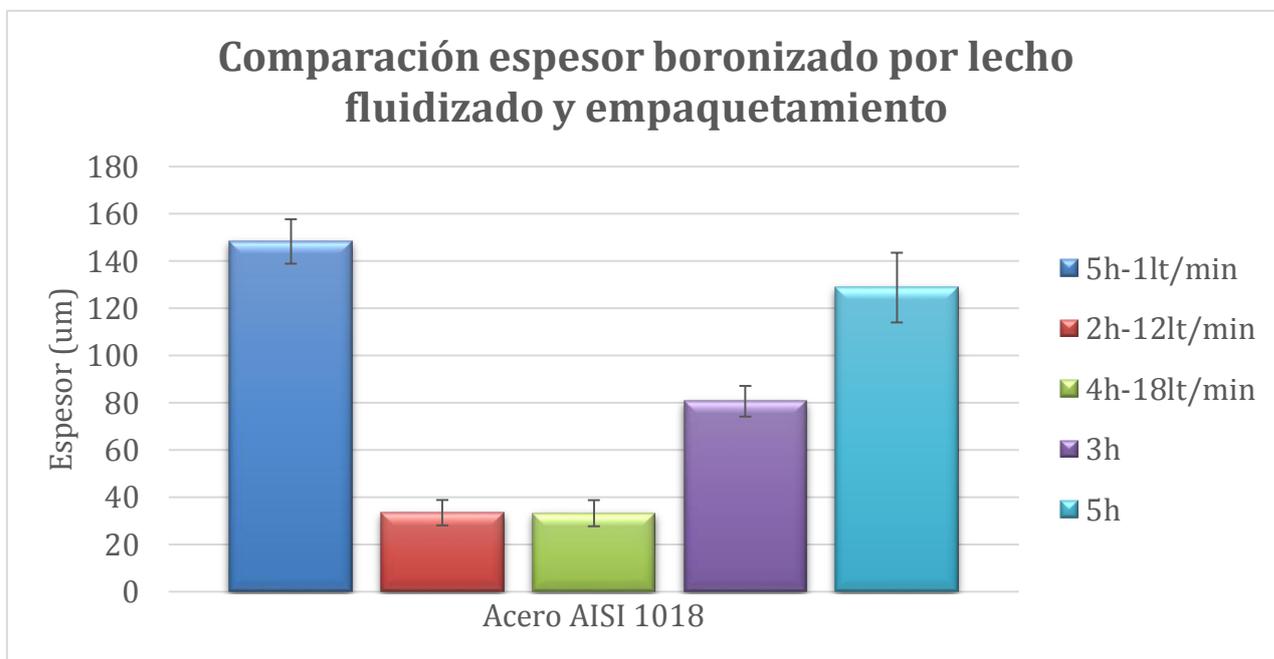
**Figura. 24. Metalografía, espesor boronizado AISI 1018, empaquetamiento, 5h ( $920^{\circ}\text{C}$ ), 200x**

Es decir que en el caso del empaquetamiento se cumple lo esperado, que el espesor de la capa boronizada se mas mayor al aumentar el tiempo del proceso, lo cual no ocurre en el caso del lecho fluidizado; de acuerdo a la ecuación (1) al aumentar el tiempo del proceso, el espesor debe aumentar, esto se debe a que la concentración durante el proceso disminuye, debido a que durante la fluidización se crean burbujas de aire dentro del reactor, como se muestra en la figura 25, donde se observa que al aumentar la velocidad del gas, el comportamiento del boro es aleatorio y se crean espacios de aire, por lo que la concentración de boro alrededor de la probeta disminuye, y por ende el espesor también lo hace. Es decir que un aumento en el flujo de gas no genera capaz de boro con mayor espesor, por lo que se debe determinar un flujo optimo que permita tener una mayor concentración dentro del reactor.



**Figura. 25. Regimes de Fluidización (Daizo Kunii, 1991)**

La diferencia de espesor se puede observar de mejor manera en la figura 26 de barras comparativas



**Figura. 26. Gráfico de barras comparando el espesor de la capa boronizado mediante los diferentes procesos**

Al comparar las diferentes microestructuras de ambos procesos se puede observar que en el caso del lecho fluidizado y el empaquetamiento a 3h, la capa boronizada está compuesta por una sola fase de  $Fe_2B$ , en el caso del lecho fluidizado se han encontrado resultados experimentales en donde se observa el crecimiento de una sola fase, esto se debe al crecimiento aleatorio de los granos de boro (Anthymidis et al., 2003).

Mientras que en el caso de la micrografía de boronizado por empaquetamiento a 5h se observa que existe una doble fase, la cual está compuesta de  $FeB/Fe_2B$ , lo cual es característico de una capa boronizada por empaquetamiento; por tal

motivo puede existir un problema de agrietamiento entre la interface de las dos capas y como consecuencia puede existir un desprendimiento de la capa de boro; esto se soluciona realizando un post tratamiento térmico a las piezas para que se forme una sola fase.

Como se observa la diferencia entre los dos procesos es notable en cuanto al espesor de la capa, como se muestra en la figura 26, por lo que se debe analizar los factores que afectan el boronizado por lecho fluidizado. Para que exista una correcta fluidización además de determinar la velocidad mínima de fluidización y las propiedades del material, se debe realizar un correcto diseño del reactor donde ocurre el proceso; en el diseño actual de la retorta la entrada y salida del gas son por la parte superior de la tapa, como se muestra en la figura 14; mientras que en los diseños encontrados en la literatura se observa que la entrada de gas se encuentra en el inferior del horno y la salida en la parte superior. Esto puede afectar la fluidización del boro, ya que el gas no está en contacto directo con el polvo cuando entra a la retorta, sino que este choca con las paredes inferiores de la retorta y la dirección de la velocidad del gas cambia; esto ocasiona que la velocidad que entra a la cámara donde se encuentra el boro sea distinta a la velocidad que entra por las tomas superiores de la retorta

Otro factor que afecta el proceso y que se observó durante los experimentos fue que los huecos del distribuidor eran demasiado grandes, y la distribución de los mismos no es la más óptima, esto puede llevar a que, durante el proceso, el material de boro tapone los orificios del distribuidor inferior gas por lo que el flujo puede no ser uniforme en toda la retorta. De igual manera se observó que en la

parte superior de la tapa de la retorta existen fugas de material, por lo que no hay un hermetismo completo al interior del reactor.

En la figura 27 se puede observar una comparación entre el espesor de la capa boronizada y el tiempo para ambos procesos, en donde se nota que el empaquetamiento otorga una mayor profundidad en la capa boronizada; los resultados a las 5h de proceso son similares, debido a que el tiempo es el mismo y la concentración del material es similar.

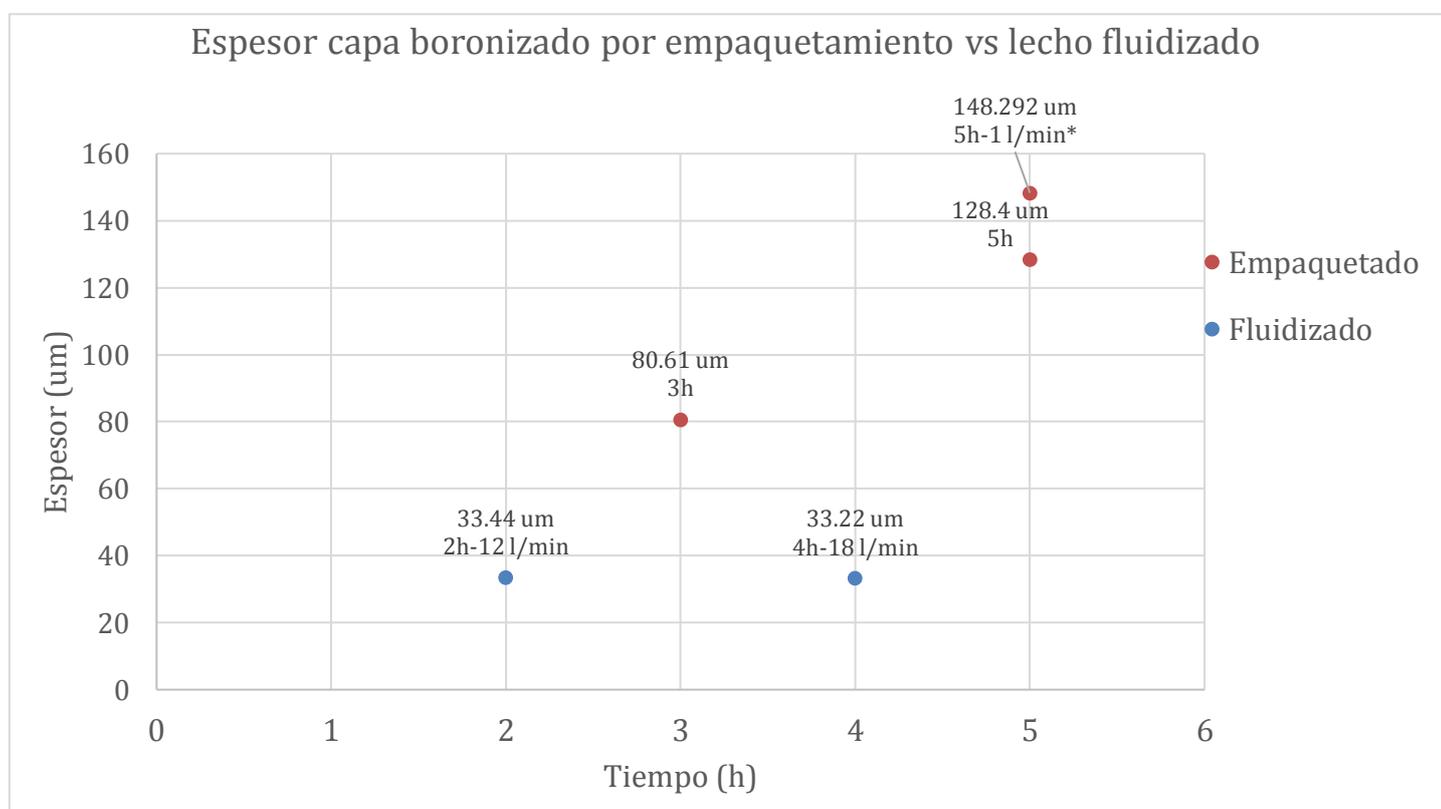


Figura. 27. Gráfico de espesor vs tiempo de tratamiento para ambos procesos.

## CONCLUSIONES

Se determinó los parámetros del polvo de boro, gas fluidizante y velocidad mínima de fluidización, usando correlaciones matemáticas para realizar el boronizado por lecho fluidizado.

Se realizó el proceso de boronizado mediante ambos procesos, tanto por empaquetamiento y lecho fluidizado; los resultados muestran una capa boronizada en los dos procesos, la dureza del boronizado en ambos casos es similar, esta se encuentra en un rango de 1400-1560 HV y aumenta considerablemente en comparación con la dureza del sustrato 120 HV; mientras que el espesor del empaquetamiento es mayor al lecho fluidizado, para el empaquetado el espesor está en un rango de 80-128  $\mu\text{m}$  y para lecho fluidizado es 33  $\mu\text{m}$

El boronizado por empaquetamiento otorga una mayor capa de espesor, por lo que es el más recomendado para realizar el proceso de boronizado; sin embargo no se realizó un post tratamiento térmico a las probetas para aliviar las tensiones residuales por lo que la capa boronizada por empaquetamiento presenta una doble fase de FeB/Fe<sub>2</sub>B y la capa por lecho fluidizado presenta una sola capa Fe<sub>2</sub>B.

La fluidización de la retorta se vio afectada por las propiedades del polvo de boro, el gas fluidizante y el diseño del reactor para lecho fluidizado. Un alto flujo de gas crea burbujas de aire dentro del reactor lo que ocasiona una disminución en la concentración de boro y por ende el espesor de la capa de boro disminuye.

## RECOMENDACIONES

En futuros estudios experimentales de boronizado por lecho fluidizado se debe determinar los factores que afectan la fluidización de manera experimental, para poder realizar un mejor tratamiento de boronizado, por lo que se debería diseñar y construir un reactor de lecho fluidizado que funcione a altas temperaturas y que permita determinar la velocidad mínima de fluidización, utilizando un manómetro, para medir la diferencia de presión, de igual manera se debe usar incluir una cama de precalentamiento para el el gas y el polvo, y un sistema de recirculación del gas, esto con la finalidad de disminuir los costos de operación del proceso.

Se necesita un rediseño y remanufactura de la retorta para boronizado, la cuál permita una correcta fluidización del polvo de boro dentro del reactor, ya que se evidenciaron problemas en la fase experimental, como falta de hermeticidad en el reactor, lo que ocasionó fugas del polvo. Los distribuidores de gas deben ser rediseñados, así como los tubos de entrada del gas, ya que se observó problemas con estos sistemas al momento de realizar los experimentos.

## REFERENCIAS

- Anthymidis, K. G., Maragoudakis, N., Stergioudis, G., Haidar, O., & Tsipas, D. N. (2003). A comparative study of boride coatings obtained by pack cementation method and by fluidized bed technology. *Materials Letters*, 57(16–17), 2399–2403. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)01243-0](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)01243-0)
- Anthymidis, K. G., Stergioudis, G., & Tsipas, D. N. (2002). Boride coatings on non-ferrous materials in a fluidized bed reactor and their properties. *Science and Technology of Advanced Materials*, 3(4), 303–311. [https://doi.org/10.1016/S1468-6996\(02\)00038-4](https://doi.org/10.1016/S1468-6996(02)00038-4)
- ASM International Handbook, V. 4. (2001). ASM Handbook: Heat Treating. *Technology*, 4, 3470. [https://doi.org/10.1016/S0026-0576\(03\)90166-8](https://doi.org/10.1016/S0026-0576(03)90166-8)
- Campos-Silva, I. E., & Rodríguez-Castro, G. A. (2015). 18 – Boriding to improve the mechanical properties and corrosion resistance of steels. *Thermochemical Surface Engineering of Steels*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857096524.5.651>
- David, K. ., Anthymidis, K. G. ., Agrianidis, P. ., & Petropoulos, G. . (2008). *Characterization and tribological properties of boride coatings of steels in a fluidized bed reactor. Industrial Lubrication and Tribology* (Vol. 60). <https://doi.org/10.1108/00368790810839918>
- Dearnley, P. A., Matthews, A., & Leyland, A. (2015). *Tribological behaviour of thermochemically surface engineered steels. Thermochemical Surface Engineering of Steels*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857096524.2.241>
- Ferrer, J. a C. (1998). Reactores de lecho fluidizado, 14–100.
- Jiliang, M., Xiaoping, C., & Daoyin, L. (2013). Minimum fluidization velocity of particles with wide size distribution at high temperatures. *Powder Technology*, 235, 271–278. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.10.016>
- Joshi, A. A., & Hosmani, S. S. (2014). Pack-boronizing of AISI 4140 Steel: Boronizing mechanism and the role of container design. *Materials and Manufacturing Processes*, 29(9), 1062–1072. <https://doi.org/10.1080/10426914.2014.921705>
- Knox, J., & Vagdik, K. A. (1974). Fluidized bed technology, 6(3), 52–54.
- Krastev, D. (2012). Improvement of Corrosion Resistance of Steels by Surface

- Modification. *Corrosion Resistance*, 295–316. Retrieved from [http://cdn.intechopen.com/pdfs/34491/InTech-Improvement\\_of\\_corrosion\\_resistance\\_of\\_steels\\_by\\_surface\\_modification.pdf](http://cdn.intechopen.com/pdfs/34491/InTech-Improvement_of_corrosion_resistance_of_steels_by_surface_modification.pdf)
- Lettieri, P., & Macrì, D. (2016). Effect of process conditions on fluidization. *KONA Powder and Particle Journal*, 2016(33), 86–108. <https://doi.org/10.14356/kona.2016017>
- Lin, C. L., Wey, M. Y., & You, S. Da. (2002). The effect of particle size distribution on minimum fluidization velocity at high temperature. *Powder Technology*, 126(3), 297–301. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(02\)00074-8](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(02)00074-8)
- Martínez, J. M., Vargas, M., Arenas, A., & Gutiérrez, V. H. (2016). Energía de activación para la difusión del boro durante la borurización de un acero de bajo carbono.
- Sangeetha, V., Swathy, R., Narayanamurthy, N., Lakshmanan, C. M., & Miranda, L. R. (2000). Minimum fluidization velocity at high temperatures based on Geldart Powder Classification. *Chemical Engineering & Technology*, 23(8), 713–719. [https://doi.org/10.1002/1521-4125\(200008\)23:8<713::AID-CEAT713>3.0.CO;2-X](https://doi.org/10.1002/1521-4125(200008)23:8<713::AID-CEAT713>3.0.CO;2-X)
- Seo, M. W., Goo, J. H., Kim, S. D., Lee, J. G., Guahk, Y. T., Rho, N. S., ... Song, B. H. (2014). The transition velocities in a dual circulating fluidized bed reactor with variation of temperatures. *Powder Technology*, 264, 583–591. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.05.059>
- Tsipas, D. N., & Tsipas, S. A. (2016). Boronizing of Iron-Based Alloys. *Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys*, 376–400. <https://doi.org/10.1081/E-EISA-120049849>
- White, F. (n.d.). Fluid Mechanics. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2004.09.010>