



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE MORELIA

“José María Morelos y Pavón”

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA ELECTRÓNICA

TESIS

“IDENTIFICACIÓN DE PARÁMETROS ELÉCTRICOS
PARA EL ESTUDIO DE LA CINÉTICA QUÍMICA Y
MECANISMOS DE REACCIONES SÓLIDO-GAS EN UN
REACTOR CON ATMÓSFERA CONTROLADA A ALTA
TEMPERATURA”

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA
ELECTRÓNICA

PRESENTA:

ING. ROLANDO MENA ONTIVEROS

DIRECTOR: GERARDO MARX CHÁVEZ CAMPOS

CODIRECTOR: JUAN A. SALAZAR TORRES

REVISOR: ENRIQUE REYES ARCHUNDIA

REVISOR: HÉCTOR J. VERGARA HERNÁNDEZ

MORELIA, MICHOACÁN, MÉXICO – SEPTIEMBRE 2020 – REV 1.0

Ing. Rolando Mena Ontiveros: *Identificación de Parámetros Eléctricos para el Estudio de la Cinética Química y Mecanismos de Reacciones Sólido-Gas en un Reactor con Atmósfera Controlada a Alta Temperatura* © Septiembre 2020

MESA DE REVISIÓN:

Gerardo Marx Chávez Campos

Juan A. Salazar Torres

Enrique Reyes Archundia

Héctor J. Vergara Hernández

LOCALIDAD:

Morelia, Michoacán, México

IMPRESA:

Septiembre 2020

Modificación final

Ohana significa familia.
Y tu familia nunca te abandona ni te olvida.

— Lilo & Stitch —

– Dedicado en memoria de George Simon Ohm –
1789 – 1854

PRÓLOGO

– Gerardo Marx Chávez Campos –

RESUMEN

En la presente investigación se analizan los efectos de la decarburización y sus efectos en las propiedades eléctricas del acero al carbono en un reactor sólido-gas a través de datos experimentales de temperatura, concentración de oxígeno, voltaje y corriente aplicados al sistema. El diseño experimental extrae información representativa de los parámetros eléctricos mediante un sistema de caracterización eléctrica donde se inyecta corriente a especímenes de acero AISI-1045 y se realizan mediciones de voltaje y corriente. Después, las muestras se someten a tratamientos térmicos con atmósfera controlada para propiciar la decarburización. Una vez realizado este calentamiento, se lleva a cabo una segunda caracterización eléctrica para analizar el impacto de la capa decarburada en las propiedades eléctricas del acero. Finalmente, se realiza un revelado óptico mediante metalografías para cuantificar la profundidad de capa decarburada.

Al sistema de caracterización eléctrica se le incorpora una aplicación en Tiempo-Real que asegura la reproducibilidad y sincronía en la obtención de los datos experimentales de voltaje y corriente sobre los especímenes de acero, esta aplicación permite excitar al sistema con señales discretizadas de corriente y analizar la respuesta implementando técnicas de identificación de sistemas y estadística inferencial. A partir de estos datos, se propone un estimador que calcula un valor de resistencia eléctrica del acero AISI-1045 en condiciones iniciales y con cierto grado de oxidación. Sin embargo, el desarrollo experimental de esta investigación se vio limitado por las medidas sanitarias debido a la pandemia de COVID-19, ya que el acceso a laboratorios fue restringido y la disponibilidad de una mayor cantidad de especímenes de acero AISI-1045 para estudiar una mayor cantidad de curvas de calentamiento fue limitada.

No obstante, los resultados obtenidos aseveran estadísticamente que la resistencia eléctrica se modifica como consecuencia de la decarburización; además, se determinó una tendencia de aumento de resistencia eléctrica conforme aumenta la duración de las reacciones sólido-gas a las cuales se exponen los especímenes. En esta investigación se sugiere implementar el estimador de propiedades eléctricas para futuras investigación con la finalidad de calcular la resistencia eléctrica a través del tiempo mientras se lleva a cabo la experimentación en materiales aleantes.

ABSTRACT

The present research analyzes the effects of decarburization on electrical properties of carbon steel in a solid-gas reactor through experimental data of temperature, oxygen concentration, voltage, and current applied to the system. The experimental design collects measurements of voltage and current through an electrical characterization system where current is injected into AISI-1045 steel specimens. After that, the specimens are exposed to controlled atmosphere heat treatments to develop decarburization. Once this heating has been carried out, a second electrical characterization is applied to analyze the impact of decarburization on the electrical properties. Finally, optical development is performed using metallography techniques to quantify the depth of decarburization.

The electrical characterization system incorporates a Real-Time application that ensures reproducibility and synchrony in the experimental data. This application allows the system to be excited with discretized current signals and to analyze the response by implementing systems identification techniques and inferential statistics. An estimator is proposed to calculate the electrical resistance of AISI-1045 steel under initial conditions and with a certain degree of oxidation. Nevertheless, the experimentation of this research was limited by sanitation measures due to the COVID-19 pandemic, access to laboratories was restricted and the availability of steel specimens was limited.

The results of this investigation achieved a statistically assert that the electrical resistance changes as a consequence of decarburization. Moreover, a trend of increasing electrical resistance was determined as the duration of the solid-gas reactions increases. In this research, it is suggested to implement the electrical properties estimator for future research to calculate the electrical resistance over time while experimenting on alloying materials.

ÍNDICE GENERAL

Prólogo	3
Resumen	4
Abstract	5
1. Introducción al Trabajo de Investigación	14
1.1. Semblanza del problema	14
1.2. Revisión del estado del arte	15
1.3. Objetivos	19
1.3.1. Objetivo general	19
1.3.2. Objetivos particulares	19
1.4. Hipótesis	19
1.5. Solución propuesta	20
1.6. Materiales y Métodos	20
1.6.1. Reacciones sólido-gas	20
1.6.2. Caracterización Eléctrica	21
1.6.3. Análisis Estadístico	21
1.7. Conclusión del Capítulo	21
2. Modelación de Sistemas	22
2.1. Definición de Sistema	22
2.2. Clasificación de Sistemas	23
2.2.1. Linealidad	23
2.2.2. Invariante en el Tiempo	24
2.2.3. Causalidad	24
2.2.4. Dinámico	24
2.2.5. Estabilidad	25

2.3. Modelación	25
2.4. Fases de la Modelación	26
2.5. Técnicas de Resolución de Problemas Inversos	26
2.6. Identificación de Sistemas	27
2.7. Tipos de Modelos	27
2.7.1. Modelos Determinísticos	28
2.7.2. Modelos de Caja Negra	29
2.7.3. Modelos Estocásticos	30
2.8. Métodos de Identificación de Sistemas	31
2.8.1. Función de Transferencia	31
2.8.2. Respuesta Impulso	32
2.8.3. Respuesta Directa al Impulso	32
2.8.4. Respuesta Escalón	33
2.8.5. Respuesta Sinusoidal	34
2.8.6. Errores en la Identificación de Sistemas	36
2.9. Métodos de Correlación	36
2.9.1. Función de Autocorrelación	37
2.9.2. Secuencias Ruido Blanco	38
2.9.3. Función de Correlación Cruzada	39
2.10. Estimación de Parámetros	39
2.11. Métodos Directos	39
2.11.1. Regresión Lineal	40
2.11.2. Estimación por Mínimos Cuadrados	40
2.11.3. Función Costo	40
2.11.4. Ecuación Normal	41
2.11.5. Estimación No Lineal	41
2.12. Métodos Iterativos	41
2.12.1. Descenso por Gradiente	42
2.12.2. Descenso por Gradiente en Lotes	42
2.12.3. Descenso por Gradiente Estocástico	42
2.12.4. Newton-Raphson	43
2.13. Conclusión del Capítulo	43
3. Estadística Inferencial	45
3.1. Proceso Estadístico Inferencial	45
3.2. Variables Aleatorias	46
3.3. Media	47

3.4. Varianza y Desviación Estándar	47
3.5. Covarianza y Correlación	48
3.6. Funciones de Distribución	49
3.6.1. Distribución Multivariable	50
3.6.2. Distribución Normal	50
3.6.3. Estandarización de la Distribución Normal	51
3.7. Convergencia de Variables Aleatorias	52
3.7.1. Ley de Grandes Números	52
3.7.2. Teorema de Límite Central	53
3.8. Función de Densidad de Probabilidad	53
3.9. Análisis de la Varianza	54
3.10. Análisis Tukey	57
3.11. Modelos Estadístico Paramétrico	57
3.12. Conclusión del Capítulo	58
4. Fundamentos de los Materiales	59
4.1. Densidad de Masa	59
4.2. Transferencia de Calor	60
4.2.1. Conducción Térmica	60
4.3. Difusión Química	61
4.3.1. Primera Ley de Fick	62
4.3.2. Segunda Ley de Fick	62
4.4. Fases Microestructurales	63
4.4.1. Fase Ferrítica	63
4.4.2. Fase Austenítica	64
4.5. Fundamentos de la Resistividad Eléctrica	64
4.6. Modelo Microscópico de la Ley de Ohm	65
4.7. Fundamentos del Acero	67
4.8. Clasificación SAE-AISI	68
4.9. Aceros al Carbono	69
4.10. Diagrama de Fase Hierro-Carbono	69
4.11. Fundamentos de la Decarburización	70
4.11.1. Mecanismos de Reacción en la Decarburización	71
4.12. Metodología Metalográfica	72
4.12.1. Documentación	72
4.12.2. Sección y Corte	72
4.12.3. Montaje	73

4.12.4. Desbaste Plano	73
4.12.5. Pulido en Bruto	74
4.12.6. Pulido Final	74
4.12.7. Grabado o Ataque Químico	74
4.12.8. Análisis Metalográfico	75
4.13. Conclusión del Capítulo	76
5. Desarrollo del Sistema Experimental	77
5.1. Metodología Experimental	77
5.2. Características de los Especímenes de Acero	78
5.3. Primera Caracterización Eléctrica	79
5.3.1. Método de Cuatro Puntos	79
5.3.2. Modelación del Sistema de Caracterización Eléctrica	81
5.3.3. Estimador de Propiedades Eléctricas	83
5.3.4. Definición de Experimentos	84
5.4. Reacciones Sólido-Gas	85
5.5. Segunda Caracterización Eléctrica	87
5.6. Revelado Óptico Metalográfico	88
5.6.1. Documentación	88
5.6.2. Sección y Corte	88
5.6.3. Montaje	89
5.6.4. Desbaste y Pulido	89
5.6.5. Grabado o Ataque Químico	90
5.6.6. Análisis Metalográfico	91
5.7. Procesamiento de Imágenes Metalográficas	91
5.7.1. Pre-procesamiento de Imagen	92
5.7.2. Fusión de Regiones	92
5.7.3. Creación de Máscara	93
5.7.4. Caracterización Estadística	94
5.8. Sistema Embebido de Aplicación en Tiempo Real	95
5.8.1. Archivos de Entrada y Salida	97
5.8.2. Administración de Tareas	97
5.8.3. Interfaz de usuario	99
5.9. Conclusión del Capítulo	99
6. Análisis de los Resultados	101
6.1. Estimador de Propiedades Eléctricas	101

6.2. Análisis de Resistencia Eléctrica	105
6.3. Profundidad de Capa de Decarburización	109
6.4. Conclusión del Capítulo	112
7. Conclusiones, Observaciones y Trabajo Futuro	113
7.1. Observaciones	114
7.2. Trabajo Futuro	115
A. Análisis Estadístico de Parámetros Eléctricos	116
A.1. Generación de Señales de Excitación	116
A.2. Estimador de Propiedades Eléctricas	117
A.3. ANOVA y Análisis Tukey	120

ÍNDICE DE FIGURAS

1.1. Pulido y baño de especímenes de acero	17
1.2. Efectos de la concentración de O ₂ en el porcentaje de carbono en el acero	18
1.3. Metodología propuesta	20
2.1. Representación general de un sistema	23
2.2. Estructura básica de modelado matemático	25
2.3. Proceso de identificación de sistemas	28
2.4. Representación de un sistema desglosando las posibles perturbaciones	36
2.5. Señal de ruido blanco	38
2.6. Método Newton-Raphson	43
3.1. Diagrama de flujo de la estadística inferencial	46
3.2. Funciones de distribución normal a distintas medias y desviaciones estándar	51
3.3. Función de densidad de probabilidad de una distribución normal	53
3.4. Probabilidades asociadas a una distribución normal	54
3.5. Histograma de una distribución normal	55
3.6. Distribuciones con la misma varianza entre grupos	55
4.1. Modelo atómico bcc	63
4.2. Modelo atómico fcc	64
4.3. Modelo microscópico de la Ley de Ohm	66
4.4. Diagrama de fase hierro-carbono	70
4.5. Corte y montaje especímenes	73
4.6. Desbaste y ataque químico	75
5.1. Diagrama de experimentación	78
5.2. Geometría y mediciones de los especímenes de acero	78
5.3. Método de cuatro puntos	79

5.4. Medición de voltaje en sistema de caracterización eléctrica	80
5.5. Modelo de caracterización eléctrica	81
5.6. Caracterización Eléctrica	82
5.7. Fuente de alimentación	82
5.8. Sensor de corriente	82
5.9. Sensor de voltaje	83
5.10. Horno de vacío tubular	86
5.11. Curva de calentamiento	86
5.12. Cambios físicos en espécimen de acero	88
5.13. Microestructuras en acero de bajo carbono	89
5.14. Corte y encapsulado de especímenes de acero	89
5.15. Pulido y baño de especímenes de acero	90
5.16. Ataque químico de nital	90
5.17. Análisis metalográfico a través de microscopio de BF	91
5.18. “ <i>Straighten</i> ” de imágenes metalográficas	92
5.19. Proceso de fusión de regiones en metalografías	93
5.20. Creación de máscara de decarburización	94
5.21. Descripción estadística de metalografías	95
5.22. Chasis NI cRIO-9076	96
5.23. Módulos del sistema embebido de aplicación en Tiempo Real	96
5.24. Configuración de voltaje y corriente NI9219	96
5.25. Archivos de entrada/salida	97
5.26. Implementación del sistema de embebido con RTA	98
5.27. Medición de corriente mediante instrumentación electrónica	99
5.28. Interfaz de usuario	100
6.1. Estimaciones de $N = 1024$ a distintos valores de N_{rep}	103
6.2. Estimaciones de $N_{rep} = 300$ a distintos valores de N	103
6.3. Estimador $N = 512$, $N_{rep} = 20$ comparado con otras dos configuraciones	104
6.4. Histogramas de resistencia experimental por ley de Ohm	107
6.5. Estimación por método directo y por propiedades eléctricas	107
6.6. Variabilidad de resistencia eléctrica	108
6.7. Especimen expuesto a 900°C por 5min	109
6.8. Especimen expuesto a 900°C por 10min	109
6.9. Especimen expuesto a 900°C por 15min	110
6.10. Especimen expuesto a 900°C por 30min	111
6.11. Evolución de capa decarburada en acero AISI-1045	111

A.1. Velocidad de escaneo	116
A.2. Histograma datos de entrada	117

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN AL TRABAJO DE INVESTIGACIÓN

1.1 Semblanza del problema

La industria del acero enfrenta varios años con un mercado altamente competitivo, donde la capacidad de producir acero sobrepasó la demanda desde 2013 [1]. Como resultado, la industria ha caído en crisis con una sobreproducción de acero en China, Europa, el Medio Oriente y el Norte de África [1]. En 2017 se produjeron 1689 millones de toneladas de acero, de los cuales China exporta 74.8 millones de toneladas colocándose como líder de mayor exportación. El mayor importador de acero es la Unión Europea, la cual importa 41.2 millones de toneladas [2]. Debido al superávit de acero, la manufactura de acero no verá ganancias en la exportación masiva del material, sino mejorando el desempeño de los productos en la industria automovilística, de construcción y maquinaria [1, 3].

Por lo anterior, la industria siderúrgica nacional se viene deteriorando, aunado a esto, los aranceles del 25 por ciento que el gobierno de EUA ha impuesto a los productos metálicos de importación en China, México y otros países provocaron una reducción en las exportaciones [4]. Ante esta crisis, empresas como Ternium de México S.A. de C.V. han emprendido una estrategia de vinculación y alianza con las universidades y centros de investigación del país para desarrollar metodologías aplicadas que permitan la optimización de procesos de fabricación de aceros automotrices [5].

El acero es un material avanzado, gracias a sus ventajas durante su procesamiento, fabricación, aplicación y reciclaje, con características funcionales para la construcción, automovilismo, trenes, navíos, petroquímica, maquinaria, electrodomésticos, entre otros. El acero se clasifica de acuerdo a sus propiedades mecánicas, composición química, proceso de manufactura y producto final en grupos denominados grado. El grado de acero, a su vez, se determina por la cantidad de carbono, los niveles de impurezas y los elementos aleantes que conforman el material [6].

Los tratamientos térmicos son un conjunto de operaciones de enfriamiento y calentamiento, en los cuales se controla la temperatura de un material para llevarlo a diferentes etapas microestructurales [7]. La creciente competencia en la industria ha hecho los procesos térmicos de gran relevancia por el valor agregado económico que adquieren y porque las propiedades del producto final se determinan en esta etapa [7]. El acero producido se moldea en piezas que son recalentadas a altas temperaturas para ser

formadas en productos útiles. El proceso de recalentado se lleva a cabo en diversos reactores donde se realiza la combustión con gases naturales, principalmente con el oxígeno [7].

Durante el tratamiento térmico, ocurren fenómenos como: la reducción en el contenido de carbono, la oxidación de la superficie del material y la disminución de estrés [8]. El primer fenómeno, también denominado decarburización, ocurre por la reacción de los elementos presentes en la atmósfera del reactor con los átomos de carbono en la capa exterior del acero. Estos cambios en el contenido de carbono tienen modificaciones en las propiedades eléctricas del material. La reacción de oxidación involucra al acero y los átomos de carbono; siendo el carbono quien se difunde del centro a la superficie del acero.

Estos fenómenos dependen de tres variables: la química del acero, la temperatura y la composición de la atmósfera. La primera no puede ser alterada, ya que es importante en las propiedades del producto final. La temperatura es determinada por la química del acero y es fija. Sin embargo, cambios en la composición de la atmósfera se pueden realizar [9].

El control de la capa decarburada es un objetivo de la industria porque se encuentra relacionado con la calidad del producto y la reducción de costos durante el tratamiento térmico, modificando las propiedades del material como la fuerza, la dureza y la resistencia de la fatiga [10].

Diversos estudios [7–14] se han realizado con el objetivo de estudiar y desarrollar modelos que permitan estimar la cinética de crecimiento de la capa exterior decarburada y las transformaciones de fase requeridas para el acero. Los primeros modelos de estimación usados en las plantas de acero eran estáticos, basados en balance de masa y energía; normalmente no se contemplan complejos procesos dinámicos y era complicado hacer pronósticos en la cinética de la composición del reactor y la temperatura [15].

Sin embargo, poca atención se ha puesto en el estudio o la medición de la decarburación a través de sus características eléctricas, que se van modificando cuando el material se somete al tratamiento térmico y si es posible relacionar ambos fenómenos utilizando técnicas de identificación de sistemas y modelado dinámico. En trabajos como [16] se propone la estimación de parámetros en problemas que integran diversos fenómenos químicos, eléctricos y térmicos para predecir el comportamiento de sistemas en operación.

Un modelo dinámico describe cómo las propiedades de un sistema cambian en el tiempo. La construcción de estos modelos se basa en mediciones experimentales y estimación de parámetros [17]. Estos modelos pueden usarse para predecir el comportamiento de un material y su cinética de reacción con respecto a las condiciones del reactor (atmósfera, concentración de carbono, temperatura, etc.).

Entonces, es posible estimar la cinética de decarburización en un material, a través de un modelo dinámico, con la finalidad de contribuir en el estudio de sus efectos microestructurales y encontrar una correlación con sus propiedades eléctricas.

1.2 Revisión del estado del arte

Estimar la cinética de decarburización en el acero ha sido un área de investigación estudiada desde los años sesenta. En el trabajo de Billings et al. [18], se reportó variaciones de monóxido de carbono y dióxido de carbono en la atmósfera de un experimento de aleaciones hierro-carbono. En el análisis, se asocia la cinética química con un modelo de decarburización controlada por difusión y otro modelo a partir de la costra superficial.

Billings et al. concluyen, que no le fue posible definir con exactitud la magnitud del efecto de la nucleación de óxido debido a la cinética de decarburación para CO y CO₂ en la atmósfera e invita a controlar la composición de gases en la atmósfera del reactor para obtener resultados más precisos.

No obstante, proponer un método que describa cómo las propiedades van cambiando en el tiempo

se realizó en [19] con el autor Korousic et al., quienes hacen uso de software con la capacidad de calcular reacciones a altas temperaturas y modelos numéricos predictivos para diversas composiciones de gases. Korousic et al. desarrolla los modelos utilizando la minimización de la energía libre de Gibbs y remarca la importancia del control de los gases presentes en la atmósfera cuando el acero se somete a su tratamiento térmico. Sin embargo, el trabajo no fue respaldado con experimentos físicos que avalen el modelo.

El autor Suarez et al. en [20] estudia el comportamiento de la oxidación en el acero mediante el diseño de un dispositivo experimental, el cual controla la atmósfera del reactor. En el trabajo se diseña una cámara con válvulas hidráulicas que inyectan gases a la atmósfera con una composición específica. Realiza el experimento en periodos cortos de tiempo, a alta temperatura, utilizando dos medio gaseosos en tiempos diferentes; de nitrógeno y oxígeno, para inducir la oxidación.

En su metodología, las pruebas se realizan por 8min en las temperaturas de $950^{\circ}\text{C} - 1150^{\circ}\text{C}$, el cambio entre atmósferas se realiza en menos 0.1s. Después de el tratamiento, se realizan 12 micrografías a distintos tiempos durante la prueba y se analiza la capa de óxido en el acero. El tiempo promedio con el cual se obtienen los resultados es de 20s.

En sus resultados, Suarez et al. propone la ecuación (1.1) que describe el crecimiento de la capa de óxido obtenidas con 12 probetas, donde Δt_i es el intervalo de tiempo con una temperatura T_i , mientras que T_n es la temperatura nominal. En sus conclusiones, Suarez et al. determina experimentalmente que la capa de óxido se comporta de manera dúctil cuando el material se deforma a altas temperaturas.

$$t_{eq} = \frac{\sum \Delta t_i \exp\left(-\frac{Q_a}{RT_i}\right)}{\exp\left(-\frac{Q_a}{RT_n}\right)} \quad (1.1)$$

En [21], se predice el comportamiento de las transformaciones de fase, grosor de la capa exterior oxidada y la profundidad de la decarburización presente en la capa de ferrita del acero durante el enfriamiento una vez medido el historial de temperatura.

Choi et al. propone un modelo para predecir la secuencia de transformaciones de fase, crecimiento de cascarilla y profundidad de capa decarburada. La investigación se valida con una experimentación de dilatometría sobre los especímenes para examinar la formación de ferrita y perlita. Después, hace un estudio de metalografía para estudiar el fenómeno de decarburización. El modelo matemático que desarrolla se determina con muestras calentadas a 1000°C durante 30s con una pendiente de calentamiento de 30°C/s .

En sus resultados, la profundidad de decarburización en la capa de ferrita se modela con base en la ecuación (1.2) y concuerda con el valor medido en la micrografía. Choi et al. concluye que es posible modelar la transformación de fase por la cual pasó el material, la profundidad de capa decarburada y el ancho de cascarilla a través de la medición de temperatura durante un tratamiento térmico.

$$X_{\alpha} - X_S = 2 \frac{(D_{\alpha}K_{\alpha} - D_{\gamma}K_{\gamma})}{(C_{\gamma} - C_{\alpha})} \sqrt{t} \quad (1.2)$$

Donde X_{α} y X_S indican la profundidad y el espesor de decarburización, respectivamente, C_{α} y C_{γ} son las concentraciones de carbono en las transformaciones de fase por la cual pasó el material y D_{α} y D_{γ} representan la difusividad de carbono. Sin embargo, el modelo se validó con una experimentación realizada sobre dos especímenes de acero; cada uno con un tiempo de enfriamiento distinto y sin repetitividad.

En [12] se propuso estudiar los efectos de oxidación y decarburización en el laboratorio con condiciones industriales aplicando un modelo matemático basado en los resultados experimentales. Haciendo uso de muestras extraídas de palanquillas de acero AISI-1070, se expusieron a tratamientos de calentamiento y enfriamiento en hornos eléctricos a diferentes temperaturas: 30°C a 1200°C , y por distintos

tiempos: 2h a 48h.

Las muestras se retiraron de los hornos y se enfriaron a temperatura ambiente para procesarlos con técnicas de metalografía. Calculando la diferencia de la salida de pesos y la longitud de difusión en la muestra con respecto a la entrada, se puede establecer la oxidación presente en el material. La profundidad de decarburización se obtuvo mediante la dureza del material; desde la superficie hasta el donde el acero obtuvo 40% de dureza. En sus resultados, la variación en la profundidad de la decarburización se calcula experimentalmente en función del tiempo y la temperatura. Como se muestra en la [Figura 1.1a](#), la profundidad de decarburización aumenta de manera cuadrática en función del tiempo. A su vez, se observó en temperaturas menores a 850°C que la decarburización no fue significativa, incluso en periodos prolongados hasta de 48h de tratamiento.

Gouveia et al. estima mediante técnicas de regresión una ecuación que describe la profundidad de decarburización DC en función a la temperatura T y el tiempo de calentamiento t con la ecuación (1.3):

$$DC = 303.8\sqrt{t}e^{\frac{-15013}{T}} \quad (1.3)$$

En la [Figura 1.1b](#) se observa la estimación realizada con la ecuación (1.3) y los resultados experimentales de DC . El análisis de regresión resulta en un coeficiente de determinación de $R = 0.9537$, el cual indica que el 95% de los datos experimentales se ajusta a la ecuación.

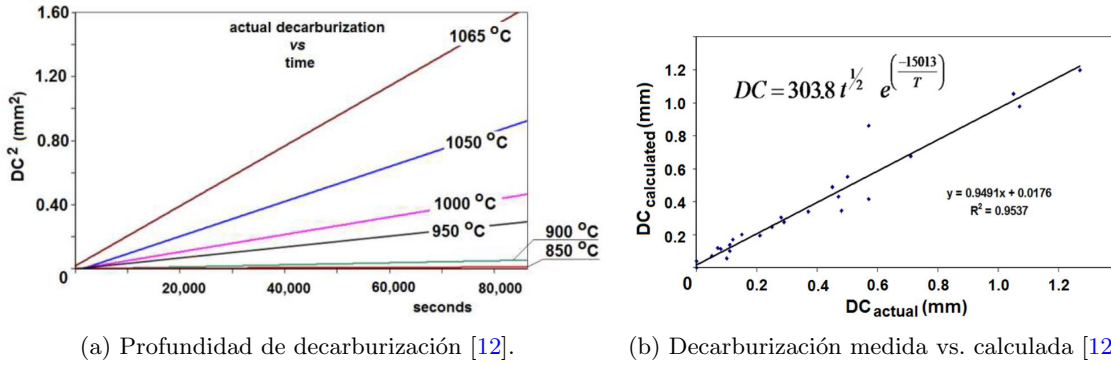


Figura 1.1: Pulido y baño de especímenes de acero.

En sus conclusiones, los valores calculados mediante la ecuación (1.3) se aproximan a la información obtenida usando microscopía para establecer los parámetros de micro-dureza en todo el material. Sin embargo, en su investigación no consideró la cinética de decarburización en temperaturas menores a 850°C y las muestras fueron analizadas cada 2h en 6 experimentos diferentes. La atmósfera del horno eléctrico fue expuesta al ambiente y no se tuvo control de la difusión entre los gases de la atmósfera y el acero para medir su impacto en el fenómeno.

Así mismo, la investigación [14] indaga sobre la cinética de la decarburización mediante un modelo dinámico multizonas, donde incorpora submodelos como la distribución de tamaño del material estudiado y la superficie que sufre la cinética química. Los parámetros en el modelo describen la decarburización de la caída de metales en la emulsión. El trabajo considera la cinética de decarburización como una ecuación de primer orden (1.4):

$$\frac{d[wt \ pct \ C]}{dt} = -k_d \frac{A_{app}}{V_{app}} ([wt \ pct \ C] - [wt \ pct \ C]_{eq}) \quad (1.4)$$

donde $[wt \ pct \ C]$ es el porcentaje del peso de carbono en la muestra, A_{app} y V_{app} son el área de reacción y el volumen de la muestra, respectivamente, y k_d es el coeficiente de transferencia de masa ajustado

por mínimos cuadrados. Rout et al. concluye que, entre más pequeño sea el material, se decarburará más aceleradamente; además, la eficiencia de decarburización depende del tamaño del tipo de acero y su concentración de carbono.

Por otro lado, el trabajo [22] estudia la evolución microestructural de 11 especímenes de acero templados en agua y aceite en un rango de temperaturas de 800 – 820°C. Esto con la finalidad de analizar la resistividad eléctrica del acero con distintos métodos de templado.

En su metodología, Quiroga et al. realiza la medición de voltaje y corriente para determinar la resistividad eléctrica del acero después de ser expuesto a un tratamiento y templado específico. Después, realiza un análisis metalográfico de las fases que ha sufrido el material. En sus resultados obtiene que cuando se realiza un templado en agua se obtiene una resistividad eléctrica mayor que cuando se realiza en aceite. En sus conclusiones, se evidencia una posible relación entre la exposición del acero a un tratamiento térmico y su afectación en la resistividad eléctrica.

Sin embargo, el análisis microestructural de Quiroga et al. se limita al estudio de las fases a las cuales se expone el acero y no contempla la posible generación de la capa superficial de decarburización ni los mecanismos de reacción que la atmósfera del horno pudo tener con la química del acero utilizado.

Con respecto al estudio de la decarburización en relación con la atmósfera durante tratamientos térmicos, en [23] se analiza el crecimiento de la capa de decarburización durante el proceso de refinación Ruhrstahl-Heraeus (RH), el cual expone el material a atmósferas compuestas de Ar, CO y O₂. En su investigación, se calcula la contribución de cada uno de los compuestos en la decarburización y con distintas concentraciones de O₂ al 0.01, 0.04, 0.08 y 0.1 % en sus curvas de calentamiento. Los resultados demuestran que la exposición de CO contribuye más a la generación de la capa de decarburización en comparación con el Ar y el O₂. Como se muestra en la Figura 1.2, Masamitsu et. al demuestra experimentalmente que un incremento en la concentración de O₂ conlleva a una mayor decarburación en el acero.

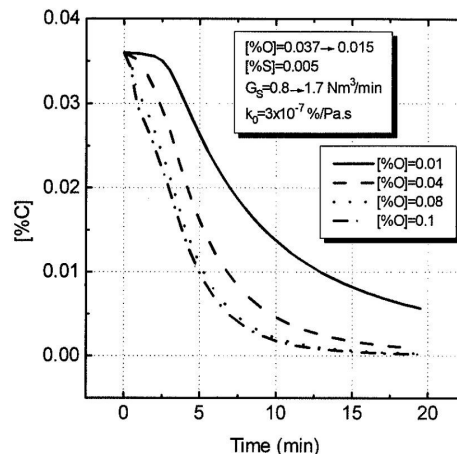


Figura 1.2: Efectos de la concentración de O₂ en el porcentaje de carbono en el acero [23].

Por lo anterior, en sus conclusiones determinó que un incremento en la concentración de O₂ en la atmósfera del horno promueve la decarburización del material; de la misma manera, el mayor contribuyente al crecimiento de decarburización en el acero es el compuesto CO.

Poco interés se ha puesto en la determinación de parámetros en función del comportamiento del sistema, la falta de información en la metodología de trabajos de investigación limita la reproducibilidad y confiabilidad de los experimentos. Además, el planteamiento y diseño de modelos que describen la planta se limitan a unos cuantos especímenes debido a lo intensivo de los procesos metalográficos para precisar la capa descarburada del material. A su vez, no se le ha dado importancia a la correlación

de la decarburación con las propiedades eléctricas del material para complementar el estudio de la cinética de decarburización.

En esta sección se investigaron los trabajos de diversos autores con temas relacionados a la medición y estimación de la cinética de decarburización en especímenes de acero con distintas propiedades químicas y físicas. En las investigaciones se resalta la relación entre la composición química del material, el tamaño del espécimen, la curva de calentamiento y la generación de la capa decarburizada. Sin embargo, los modelos matemáticos desarrollados se basan en la medición de las propiedades mecánicas de los especímenes, sin considerar sus características eléctricas.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Estudiar los efectos de la concentración de oxígeno en los productos de un reactor sólido-gas para encontrar una relación entre el valor de resistencia eléctrica del material y sus mecanismos de reacción, a través de datos experimentales de temperatura, voltaje y corriente aplicados al sistema, considerando las transformaciones físico-químicas de los productos involucrados.

1.3.2 Objetivos particulares

- Decarburización
 - Aprender y emplear técnicas de calentamiento térmico con atmósfera controlada.
 - Realizar ensayos de decarburización en un horno con atmósfera controlada utilizando instrumentos de medición: manómetro, controladores de flujo y temperatura.
 - Medir la capa de decarburización en piezas de acero con el uso de microscopios metalográficos y el estudio de sus características microestructurales.
- Caracterización de Parámetros Eléctricos en Efecto Joule
 - Instrumentar un sistema de calentamiento por efecto Joule con la medición de voltaje y corriente en especímenes de acero.
 - Implementar un sistema embebido de monitoreo que garantice la temporización precisa en las mediciones mediante el módulo LabView Tiempo-Real.
 - Obtener datos experimentales de corriente y voltaje con el sistema de efecto Joule en piezas de acero sin descarburar y en piezas de acero descarburadas con el horno de atmósfera controlada, utilizando la metodología que se define en el protocolo.
- Estimación Estadística
 - Calcular los parámetros eléctricos del modelo dinámico a partir de los datos obtenidos del experimento, mediante técnicas de estimación de parámetros y validarlo con técnicas de estimación estadística.
 - Correlacionar la capa de decarburización con las propiedades eléctricas del material descarburado.

1.4 Hipótesis

Es posible correlacionar la resistencia eléctrica de un material con la capa descarburada generada después de un tratamiento térmico, a partir de la medición de sus propiedades eléctricas, conociendo la concentración de oxígeno en la atmósfera de un reactor, la química del acero, la temperatura y el tiempo de exposición.

1.5 Solución propuesta

Considerando los resultados de las investigaciones realizadas, y con la finalidad de probar la hipótesis planteada, se propone obtener estimaciones en las propiedades eléctricas de especímenes de acero a partir de mediciones experimentales de voltaje y corriente. Cada espécimen se someterá a una reacción sólido-gas propuesta en la metodología. Después, se realizará la medición de voltaje y corriente experimental en un sistema de caracterización eléctrica basado en el Efecto Joule, y mediante análisis estadístico e identificación de sistemas, modelar la cinética de decarburización a partir de sus propiedades eléctricas.

1.6 Materiales y Métodos

La solución propuesta requiere que el diseño experimental extraiga información representativa de las propiedades eléctricas de especímenes metálicos con un grado de decarburización, se expusieron a un tratamiento térmico. En la [Figura 1.3](#) se muestra la metodología propuesta para comprobar la hipótesis del trabajo de investigación y se divide en tres etapas.

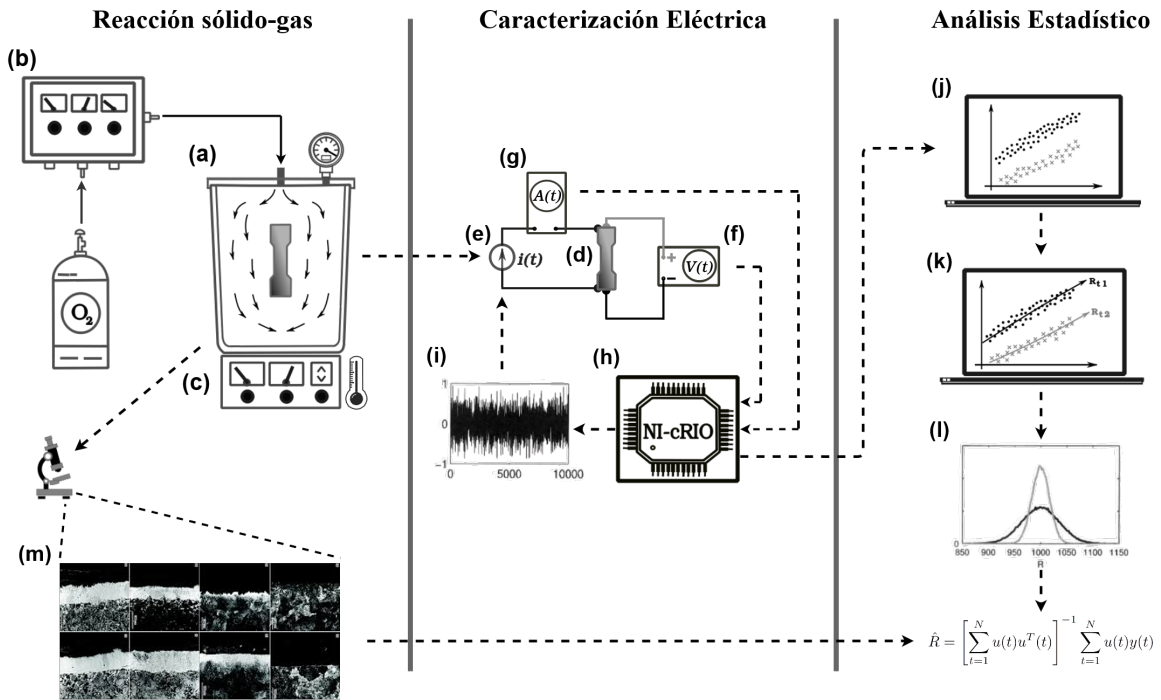


Figura 1.3: Metodología propuesta.

1.6.1 Reacciones sólido-gas

En esta etapa los especímenes de acero se someten a un tratamiento térmico para incitar el crecimiento de la capa de decarburización. Los especímenes se insertan en un reactor al vacío (a) que permite controlar los gases presentes en la atmósfera, donde se llevan a cabo reacciones sólido-gas.

Con el objetivo de controlar la cantidad de material gaseoso durante el calentamiento térmico, un mezclador de gases (b) se encarga de regular la cantidad de O_2 en cualquier instante del tratamiento térmico. Para incidir en el crecimiento de la capa descarburada, un controlador (c) incorporado en el horno permite controlar la temperatura y duración de las curvas de calentamiento y enfriamiento.

1.6.2 Caracterización Eléctrica

Posterior al tratamiento térmico, la etapa de caracterización eléctrica tiene como objetivo obtener mediciones experimentales de voltaje y corriente de cada espécimen de acero.

Para esto, los especímenes de acero (d) se montan en un sistema de caracterización eléctrica basado en el efecto Joule. El sistema inyecta corriente a las piezas de acero con una fuente de alimentación programable (e) y mide los parámetros eléctricos de las piezas mediante sensores de voltaje (f) y corriente (g). Las señales provenientes de los sensores se acondicionarán y almacenarán en un sistema embebido (h), el cual inyecta una señal de entrada (i) a la fuente de corriente programable para excitar al sistema.

1.6.3 Análisis Estadístico

Después de la caracterización eléctrica de los especímenes, el análisis estadístico implementa metodologías de estimación de parámetros e identificación de sistemas para estimar la resistencia eléctrica de todos los especímenes y relacionarla con la cinética de descarburización.

Con los datos experimentales de voltaje y corriente (j) se modelará el comportamiento físico de la planta, a través de técnicas estadísticas y de estimación de parámetros (k). Consecuentemente, se estimarán los estadísticos de los parámetros eléctricos (resistencia eléctrica) de las piezas de acero (l) y mediante técnicas de metalografía (m) se establecerá la correlación entre las propiedades eléctricas y la profundidad de capa descarburada en el acero.

1.7 Conclusión del Capítulo

En este capítulo se estableció el alcance del proyecto de investigación mediante la semblanza del problema y se encuadró la aportación científica con la consulta de artículos y trabajos relacionados a la cinética de descarburización. A partir de esta información, fue posible definir los objetivos, la hipótesis y una posible solución al estudio de los productos en un reactor sólido-gas para encontrar una relación entre los parámetros eléctricos y sus mecanismos de reacción en un reactor sólido-gas. Además, se plantea una metodología experimental dividida en tres etapas: reacciones sólido-gas, caracterización eléctrica y análisis estadístico, con la finalidad de comprobar la hipótesis propuesta.

CAPÍTULO 2

MODELACIÓN DE SISTEMAS

En este capítulo se describe el concepto de sistema y se detalla la clasificación de sistemas con base en sus propiedades. Enseguida, se enuncian los fundamentos de la modelación y se desarrolla la metodología para describir un sistema mediante modelos matemáticos. Posteriormente, se describen los procedimientos de modelación por identificación de sistemas y estimación de parámetros. Por un lado, en la identificación de sistemas se desglosan los posibles errores que afectan la modelación, se hace un análisis de la respuesta de un sistema mediante funciones conocidas: convolución, impulso, escalón, entre otros y se definen los tipos de modelos con base en el conocimiento previo de los fenómenos físicos que rigen al sistema. Finalmente, se enuncian algunos métodos utilizados en la estimación de parámetros con base en la linealidad de las variables de estudio.

2.1 Definición de Sistema

Un sistema es un objeto o colección de objetos cuyas propiedades se quieren estudiar. La principal actividad de las ciencias naturales a través de los siglos es realizar preguntas sobre los atributos de un sistema y responderlas por experimentación [24]. Un sistema cuenta con diferentes variables que interactúan en distintas escalas de tiempo y espacio, las cuales generan señales observables. Según [25], una representación general de un sistema se muestra en la [Figura 2.1](#), donde las variables del sistema pueden ser escalares y/o vectoriales, continuas y/o discretas, en función del tiempo. En esta simplificación, los sensores son considerados elementos estáticos y se representan como parte del sistema para enfatizar la necesidad de producir señales observables.

De acuerdo a [25], la [Figura 2.1](#) cuenta con las siguientes variables de sistema:

- Entrada u : la variable de entrada u es exógena; es decir, cuyo estado es independiente de otras variables en el sistema y es medible. De acuerdo a la naturaleza inherente del sistema, esta señal puede (o no) ser manipulada directamente por el usuario.
- Perturbación w : la variable de ruido o perturbación w es exógena, posiblemente medible, la cual no es manipulable. Se origina por las limitaciones físicas del sistema y afecta el comportamiento de la entrada exógena u . Es considerada como el grado de incertidumbre del sistema cuando se tiene una entrada u o la relación entre la variable u y el estado del sistema x .
- Estado x : el estado del sistema x contiene todos los efectos de las entradas pasadas u y las

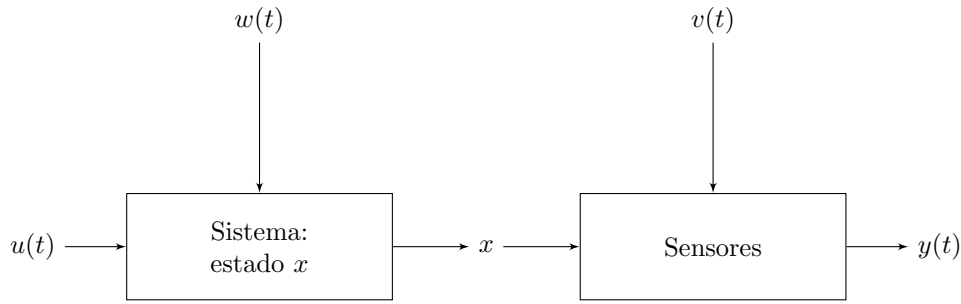


Figura 2.1: Representación general de un sistema [25].

perturbaciones w con respecto al sistema [26]. Por lo general, la evolución del estado se describe con ecuaciones diferenciales. Por lo tanto, el comportamiento dinámico del sistema se ve afectado por variaciones de las señales exógenas (u , w) y las leyes que describen las interacciones internas del sistema. En contraste, si el sistema no muestra un comportamiento dinámico, se considera un sistema estático, y se describe mediante relaciones algebraicas entre las variables u , v y x .

- Perturbación v : análoga a la variable w , esta perturbación exógena tampoco es manipulable y representa el grado de incertidumbre inherente del sensor.
- Salida y : la variable y es la medición de los sensores. Representa todas las señales observables que son de interés para el usuario. En general, y se encuentra definida como una función de las otras variables del sistema.

Una vez definido el sistema y las variables que intervienen en él, es posible clasificarlos en función de diferentes características que facilitan la implementación de métodos matemáticos.

2.2 Clasificación de Sistemas

Un paso crítico en la estructuración de sistemas [27] es la descripción general de sus propiedades mediante ecuaciones matemáticas descriptivas, las cuales establecen la relación entre el estado del sistema y sus variables. De esta manera, es posible inferir en algunas propiedades del sistema previo a su análisis experimental.

2.2.1 Linealidad

Se considera a un sistema lineal cuando la salida es directamente proporcional a los estímulos de la entrada, teniendo un sistema $G(t)$ con constantes α , β y entradas $u_1(t)$, $u_2(t)$ la linealidad de un sistema se cumple cuando satisface las siguientes propiedades:

- Superposición: si se tienen dos o más estímulos, fuerzas, o variables aplicadas a la entrada del sistema $G(t)$, la respuesta será proporcional a la suma de las entradas y se demuestra con la igualdad (2.1).

$$G[u_1(t) + u_2(t)] = G[u_1(t)] + G[u_2(t)] \quad (2.1)$$

- Escalabilidad: el principio de escalabilidad establece que la magnitud de la entrada está directamente proporcional a la salida y se cumple con la ecuación (2.2).

$$G[\alpha u(t)] = \alpha \cdot G[u(t)] \quad (2.2)$$

Es posible determinar la linealidad de un sistema si cumple con las propiedades de superposición y escalabilidad, con base en las ecuaciones (2.1) y (2.2) un sistema es lineal si cumple con la igualdad dada por:

$$G[\alpha \cdot u_1(t) + \beta \cdot u_2(t)] = \alpha \cdot G[y_1(t)] + \beta \cdot [G(y_2(t))] \quad (2.3)$$

de otra manera, se le considera como un sistema no lineal.

2.2.2 Invariante en el Tiempo

Se considera invariante en el tiempo a un sistema si la respuesta del sistema con un operador de retraso τ no varía en el tiempo; es decir, si se considera la entrada del sistema $u(t)$ y la entrada con un retraso $u(t + \tau)$, un sistema es invariante en el tiempo si:

$$u(t) = y(t) \iff u(t + \tau) = y(t + \tau) \quad (2.4)$$

siendo $y(t)$ la salida del sistema y $y(t + \tau)$ la salida con un retraso τ . De la misma manera, la relación entre entrada y salida de un sistema G se puede expresar de la manera $y(t) = G(u(t), t)$, y su variación en el tiempo se puede expresar con la derivada:

$$\frac{dy}{dt} = \frac{\partial G}{\partial t} + \frac{\partial G}{\partial u} \cdot \frac{du}{dt} \quad (2.5)$$

sin embargo, para que un sistema sea invariante en el tiempo, se debe cumplir con la igualdad:

$$\frac{\partial G}{\partial t} = 0 \quad (2.6)$$

sustituyendo (2.6) en (2.5) se obtiene:

$$\frac{dy}{dt} = \frac{\partial G}{\partial u} \cdot \frac{du}{dt} \quad (2.7)$$

si un sistema puede ser expresado en términos de (2.7) se le considera invariante en el tiempo.

2.2.3 Causalidad

Se le denomina a un sistema causal si su respuesta depende únicamente de entradas presentes y pasadas. Es decir, si se considera dos señales de entrada con un comportamiento en el tiempo equivalente:

$$u_1(t) = u_2(t) \quad \forall t < t_1 \quad (2.8)$$

un sistema es estrictamente causal si las respuestas del sistema siempre son las mismas cuando se le aplica la misma entrada, en el mismo instante de tiempo; es decir, si se realizan dos experimentos distintos al sistema con la misma entrada, un sistema es estrictamente causal si cumple con la igualdad:

$$y_1(t_1) = y_2(t_1) \quad (2.9)$$

donde $y_1(t_1)$ y $y_2(t_1)$ son dos señales en el mismo instante de tiempo t_1 . Esta característica se cumple para todos los sistemas físicos.

2.2.4 Dinámico

Si la respuesta de un sistema, en cualquier instante de tiempo, depende sus eventos pasados y no solamente de su entrada presente se le denomina sistema dinámico. Un sistema dinámico cuenta con memoria y es descrito en términos de ecuaciones diferenciales. En contraste, un sistema estático no tiene memoria y se describe con ecuaciones algebraicas.

2.2.5 Estabilidad

Se considera un sistema como estable si se cumple con las condiciones:

$$\begin{aligned} |y(t)| &\leq M_y < \infty \\ |u(t)| &\leq M_u < \infty \end{aligned} \tag{2.10}$$

siendo $y(t)$ la respuesta y $u(t)$ la entrada del sistema, mientras que M_y y M_x representan un conjunto de números positivos finitos para todo t . Si no se cumple con cualquiera de las dos condiciones en (2.10) se considera que el sistema es inestable.

2.3 Modelación

La palabra *modelo* se deriva del latín y significa molde o patrón. La modelación permite realizar experimentaciones significativas en un sistema y lograr una mayor comprensión de los procesos físicos que afectan su comportamiento [24]. El objetivo de modelar un sistema es estudiar los fenómenos físicos involucrados en el proceso mediante mediciones directas y/o indirectas, o establecer un modelo predictivo que pueda reproducir las observaciones pasadas [28].

Observar un fenómeno y representarlo con un modelo es fundamental en la ciencia y la ingeniería [29]. Los modelos matemáticos determinan la relación entre las cualidades cuantitativas de un sistema (distancia, voltaje, temperatura, flujo, entre otras) y se describen con ecuaciones. En [30] se menciona que los modelos matemáticos son desarrollados para cumplir con las siguientes funciones:

- Conocer o enriquecer las características de un fenómeno físico bajo estudio.
- Analizar un proceso mediante el uso de herramientas de simulación, someterlo bajo condiciones diferentes con la finalidad de evitar más experimentos.
- Controlar al sistema o alguna de sus interacciones internas.
- Estimar las variables que describan el estado de un sistema, con base en las mediciones realizadas.

Según [25], es posible obtener una estructura de un modelo matemático basado en la representación general del sistema de la Figura 2.1. La Figura 2.2 muestra esta estructura, donde las variables y funciones se encuentran en el dominio acorde al sistema de estudio.

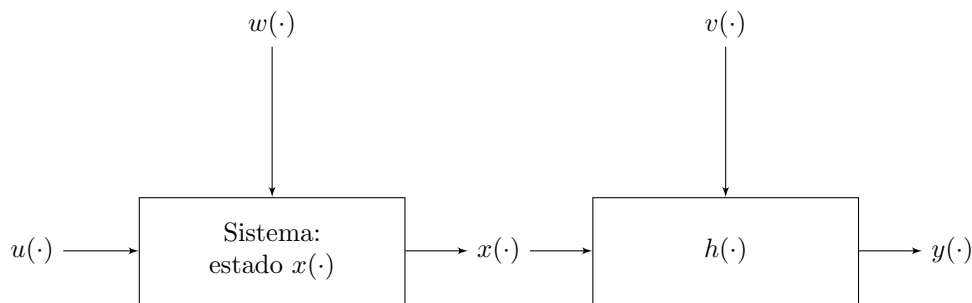


Figura 2.2: Estructura básica de modelado matemático [25].

Con base en lo anterior, es posible modelar matemáticamente los principios físicos que gobiernan a los sistemas dinámicos, a partir de ecuaciones diferenciales ordinales para variables continuas (dominio

del tiempo) [25]:

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt}x(t) &= f(x(t), u(t), w(t); \vartheta), \quad x(0) = x_0 \\ y(t) &= h(t, x(t), u(t); \vartheta), \quad t \in \mathbb{Z} \end{aligned} \tag{2.11}$$

donde $x(0) = x_0$ implica que el sistema tiene condiciones iniciales igual a 0 y dependen de un conjunto de parámetros ϑ . De la misma manera, es posible modelar matemáticamente a partir de ecuaciones de diferencias para sistemas con variables discretas (dominio muestral) con la forma:

$$\begin{aligned} x(T+1) &= f(x(T), u(T), w(T); \vartheta), \quad x(0) = x_0 \\ y(T) &= h(T, x(T), u(T); \vartheta), \quad t \in \mathbb{R} \end{aligned} \tag{2.12}$$

siendo T el periodo discreto entre muestras. Sin embargo, para lograr describir las interacciones físicas en el sistema de estudio mediante estos modelos matemáticos, es necesario llevar a cabo una metodología que permita identificar cómo las variables afectan al sistema, mismo que se abordará más adelante.

2.4 Fases de la Modelación

De acuerdo al conocimiento previo del problema y los principios físicos que gobiernan a un sistema determinan el procedimiento de modelación. Según [30], se puede generalizar en tres fases para describir a un sistema mediante la modelación:

- Estructuración del sistema. Consiste en la división del sistema en subsistemas, con la finalidad de determinar causa y efecto, definir las variables importantes y cómo interactúan en el sistema. En esta fase se determina la estructura del modelo.
- Formulación de las ecuaciones base. Involucra el estudio de los subsistemas, las variables y la estructura definida en la fase anterior. La relación entre las variables y las constantes se definen. Se implementa el conocimiento de las leyes físicas que rigen el sistema, si existen. De esta manera, el uso de aproximaciones e idealizaciones reduce la complejidad del modelo. En esta fase se da la oportunidad a nuevas hipótesis conforme se estudia el sistema.
- Análisis del modelo. En esta fase se refrendan las ecuaciones que describen al sistema. Se realizan simulaciones y se validan las mediciones realizadas aplicando el modelo propuesto.

De igual modo, es importante deducir un modelo que no sea muy complejo con base en simplificaciones, idealizaciones y/o aproximaciones. Por lo tanto, de acuerdo a las características del sistema (variables de entrada, salida, estado del sistema, entre otros), el diseño experimental y los tipos de datos, es posible definir técnicas de resolución de problemas inversos.

2.5 Técnicas de Resolución de Problemas Inversos

De acuerdo a [31], las técnicas de resolución de problemas inversos se puede definir como métodos que permiten obtener datos experimentales más representativos de un sistema y un análisis significativo de los procesos físicos que lo rigen. La teoría de problemas inversos es una ciencia de entrenamiento de modelos utilizando mediciones directas y/o indirectas. El objetivo de este entrenamiento es describir las propiedades físicas de un sistema o establecer un modelo predictivo capaz de reproducir observaciones pasadas. Existen dos técnicas principales para la resolución de problemas inversos y tienen las siguientes características:

- Identificación de sistemas: establecen un modelo usado para fines predictivos de un sistema. Si los parámetros contienen un significado físico es irrelevante para esta caracterización. Una aplicación

típica de la identificación de sistemas es la previsión de información para crear sistemas de control. En esta categoría, el experimento puede ser sustituido por un modelo de referencia lineal. El modelo obtenido se valida cuando se logra deducir los resultados de una nueva experimentación.

- Estimación de parámetros: determinan estimado de los fenómenos físicos que rigen el sistema. Los parámetros contienen un significado físico que explica las interacciones físicas del sistema. Ejemplos recurrentes son la caracterización de muestras en materiales o la detección de fallas en componentes. La validación de los resultados en la estimación de parámetros se enfoca en describir el impacto de la interacción física que el parámetro estima.

En esta investigación, ambas técnicas de resolución de problemas inversos tienen un papel fundamental en la estructura del modelo para describir al sistema de estudio. En las siguientes secciones se describen estas técnicas.

2.6 Identificación de Sistemas

La modelación de un sistema depende de los datos obtenidos por mediciones experimentales [32]. De acuerdo a [33], este proceso de modelación se le denomina identificación de sistemas, el cual tiene una metodología lineal como se muestra en la Figura 2.3.

El proceso de identificación inicia con *i*) un conocimiento previo o inicial sobre el sistema. Este conocimiento previo permite plantear un *ii*) diseño experimental, el cual considera las variables de estudio y su medición. A partir de esto, se obtiene el *iii*) conjunto de datos para su posterior análisis. Después, se *iv*) define un modelo de acuerdo a las características del sistema y se considera un *v*) método de identificación para considerar los posibles errores en las variables. Consecuentemente, se aplican las *vi*) técnicas de la resolución del problema inverso correspondiente al tipo de modelo y se *vii*) valida si se logra predecir nuevos datos experimentales o describir al sistema.

La identificación de sistemas permite seleccionar M y ponderar los parámetros θ de tal manera que la distancia entre el modelo y los datos sea la menor posible. El proceso de identificación extrae un modelo matemático $M(\theta)$ proveniente de una serie de medidas Z [28]. No obstante, la información medida se encuentra perturbada por errores en la medición y ruido del proceso, descrito como ruido n_z en la información:

$$Z = Z_0 + n_z \quad (2.13)$$

como el modelo seleccionado M no incluye al sistema real S_0 , aparecen errores del modelo:

$$S_0 \in M_0 \quad y \quad M_0 = M + M_\varepsilon \quad (2.14)$$

siendo M_ε los errores del modelo.

2.7 Tipos de Modelos

De acuerdo al proceso de identificación de sistemas [33], es necesario definir una estructura de modelación en función a la información conocida sobre los fenómenos físicos que lo gobiernan al sistema. Con base en [31], estos modelos definen el método de identificación y si los parámetros describen propiedades físicas o intentan predecir mediciones futuras. Se reconocen tres categorías:

- Modelos Determinísticos o Caja Blanca (*“White Box Models”*). Estos modelos son construidos con base en principios físicos conocidos y los parámetros describen interacciones físicas del fenómeno. Por lo general, estos modelos son no-lineales y se describen con ecuaciones no lineales.
- Modelos Caja Negra (*“Black Box Models”*). No existen principios físicos disponibles, pero la estructura de estos modelos se puede equiparar a un área del conocimiento afín. Estos modelos no tienen ninguna relación con la física que afecta al sistema, se calibran con un conjunto

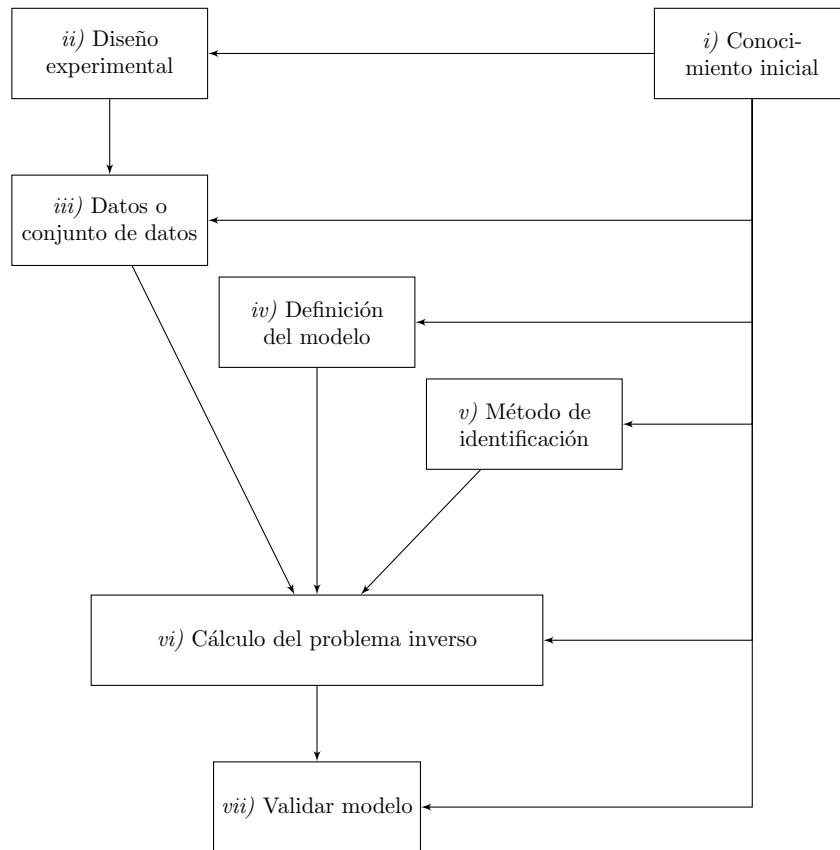


Figura 2.3: Proceso de identificación de sistemas [33].

de mediciones utilizadas para entrenar el modelo y se utilizan para realizar predicciones de las mediciones futuras. Estos modelos se originan del aprendizaje máquina y los métodos de la estadística inferencial y pueden tener una estructura previamente definida (modelos paramétricos) o no tener una estructura del todo (modelos no paramétricos).

- Modelos Estocásticos o Caja Gris (*‘Grey Box Models’*). Incluyen los modelos de series de tiempo, espacios de estado, que pueden ser utilizados en la estimación de parámetros y la identificación de sistemas. En general, estos modelos son lineales, lo que permite un análisis más significativo, ya que es posible obtener los parámetros mediante el uso de técnicas determinísticas y/o de Caja Negra.

En las siguientes secciones se abordan a detalle cada tipo de modelo y se describen ejemplos para la obtención de parámetros.

2.7.1 Modelos Determinísticos

De acuerdo a [30], en la formulación de ecuaciones en los modelos de caja blanca, es usual encontrar que existen parámetros desconocidos. Este tipo de modelos son frecuentemente utilizados cuando se trata de describir fenómenos físicos. Son exclusivamente implementadas para la caracterización de

propiedades físicas de un proceso. Por ejemplo, si se tiene una modelación con la forma:

$$\frac{d}{dt}x(t) = f(x(t), u(t), \theta) \quad (2.15)$$

$$y(t) = h(x(t), u(t), \theta) \quad (2.16)$$

donde θ es el vector que contiene los parámetros desconocidos del sistema. Este vector puede escribirse como:

$$\theta = \begin{pmatrix} \theta_1 \\ \vdots \\ \theta_n \end{pmatrix} \quad (2.17)$$

el objetivo de los modelos de caja blanca es la simulación y análisis de las propiedades físicas mediante ecuaciones. Para obtener los valores del vector de parámetros θ se hace uso de métodos de optimización y funciones de aproximación matemática. Por otro lado, la desventaja de esta modelación es el extenso trabajo computacional.

2.7.2 Modelos de Caja Negra

Cuando se calibra un modelo para fines predictivos, es posible definirlo sin considerar las propiedades físicas del sistema; también es posible contar con sistemas que no pueden ser modelados mediante principios físicos, debido a la falta de conocimiento previo. Esto se debe a que las interacciones que lo rigen son desconocidas o no se requiere un modelo descriptivo. Para estos casos, se hace uso de “Black Box Models”. Según [29], es posible implementar modelos de caja negra como sistemas lineales, invariantes en el tiempo y causales previamente definidos que puedan aproximarse a la dinámica del sistema.

Estos modelos se basan en los datos obtenidos mediante experimentación y se encuentran en el tiempo discreto, ya que la información se obtiene mediante muestreo. Para representar matemáticamente una serie de valores numéricos discretizados se hace uso de las ecuaciones de diferencias.

De acuerdo a [34], una ecuación de diferencias de orden q donde $q \in \mathbb{Z}$ es una expresión recursiva de la forma:

$$x_n = f(x_{n-1}, \dots, x_{n-q}) \quad (2.18)$$

siendo f una función aproximada a un conjunto de valores numéricos en q variables. La ecuación (2.18) es una combinación lineal de x_{n-1}, \dots, x_{n-q} y se denomina ecuación de diferencias lineal homogénea. Es posible representar las ecuaciones de diferencias en términos de coeficientes numéricos constantes:

$$x_n = a_1 x_{n-1} + \dots + a_q x_{n-q} \quad (2.19)$$

donde a_1, \dots, a_q son constantes numéricas. Un sistema con variables discretizadas puede expresarse en ecuaciones de diferencias si se considera x_n como la combinación lineal de la sucesión de muestras o datos experimentales obtenidos de una variable medible.

Para desarrollar un modelo caja negra, considérese un sistema $G(q)$ discretizado:

$$y(t) = G(q)u(t) \quad (2.20)$$

donde $y(t)$ es la respuesta del sistema, $u(t)$ la variable de entrada exógena y $G(q)$ un sistema invariante en el tiempo con operadores de tiempo q . Si se descompone $G(q)$ en un cociente, donde $B(q)$ y $A(q)$ son ecuaciones de diferencias, se obtiene:

$$G(q) = \frac{B(q)}{A(q)} = \frac{\sum_{k=0}^{n_b} b_k q^{-k}}{\sum_{k=0}^{n_a} a_k q^{-k}} \quad (2.21)$$

sustituyendo (2.21) en (2.20), se tiene la forma:

$$y(t) = G(q)u(t) = \frac{B(q)}{A(q)}u(t) \quad (2.22)$$

donde es posible reescribir la ecuación (2.22) como:

$$A(q)y(t) = B(q)u(t) \quad (2.23)$$

si pasamos todos los términos del mismo lado de la ecuación, obtenemos:

$$0 = B(q)u(t) - A(q)y(t) \quad (2.24)$$

si se expanden las ecuaciones de diferencias en términos de coeficientes numéricos, la ecuación (2.24) se describe con la forma:

$$0 = b_0u(t) + b_1u(t-1) + \dots + b_{n_b}u(t-n_b) - a_0y(t) - a_1y(t-1) - \dots - a_{n_a}y(t-n_a) \quad (2.25)$$

para escribir la ecuación (2.25) en términos de la salida más reciente $y(t)$:

$$y(t) = \frac{b_0u(t) + b_1u(t-1) + \dots + b_{n_b}u(t-n_b) - a_1y(t-1) - \dots - a_{n_a}y(t-n_a)}{a_0} \quad (2.26)$$

es posible dividir todos los coeficientes por a_0 para eliminar cocientes en la ecuación general de diferencias. A este proceso se le denomina normalización de $a_0 = 1$, resultando la (2.26) como:

$$y(t) = b_0u(t) + b_1u(t-1) + \dots + b_{n_b}u(t-n_b) - a_1y(t-1) - \dots - a_{n_a}y(t-n_a) \quad (2.27)$$

finalmente, es posible escribir (2.27) de manera matricial para $t = 0, 1, \dots, N-1$ como un conjunto de ecuaciones lineales en $\theta = [a_1 \dots a_{n_a} b_0 \dots b_{n_b}]$ con la forma:

$$K(u, y)\theta = \hat{y} \quad (2.28)$$

donde $K(u, y)$ es una matriz que contiene las entradas y respuestas pasadas del sistema $G(q)$, con la finalidad de realizar una estimación \hat{y} con la forma:

$$K(u, y)\theta = \begin{bmatrix} -y(-1) & -y(-2) & \dots & -y(-n_a) & u(0) & \dots & u(-n_b) \\ -y(0) & -y(-1) & \dots & -y(-n_a+1) & u(1) & \dots & u(-n_b+1) \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ -y(N-2) & -y(N-3) & \dots & -y(N-1-n_a) & u(N-1) & \dots & u(N-1-n_b) \end{bmatrix}$$

$$\hat{y} = \begin{bmatrix} y(0) \\ y(1) \\ \dots \\ y(N-1) \end{bmatrix} \quad (2.29)$$

con lo anterior, los modelos de caja negra se describen cuando se estiman los valores de los coeficientes θ y se ajustan a las matrices $K(u, y)$ y \hat{y} .

2.7.3 Modelos Estocásticos

Según [35], en diversos procesos industriales y de investigación existe un conocimiento limitado con respecto al sistema de interés. Esto implica que existe una estructuración con características compartidas de los modelos determinísticos y caja negra. En este enfoque existen algunos principios físicos

conocidos que definen algunas características, pero se desconocen ciertas interacciones del sistema; sin embargo, es necesario estimar algunos parámetros de los datos experimentales o implementar modelos predictivos.

La primicia en los modelos estocásticos es corroborar con datos experimentales los principios físicos que rigen al sistema de interés. Este tipo de modelado se utiliza en sistemas de control, simulación o monitoreo de fallas.

Cuando el sistema de interés presenta un comportamiento no lineal, los modelos de Caja Negra entregan una mala estimación entre el proceso y el comportamiento del modelo. Para estos casos, es posible hacer uso de la estadística inferencial y métodos de estimación de parámetros que expresen las variables de entrada y salida en regresores; y de esta manera, desarrollar modelos.

De acuerdo a la [Figura 2.3](#), una vez definido el tipo de modelo con base en los parámetros y el conocimiento previo del sistema, es posible implementar métodos de identificación que permitan conocer la dinámica del sistema en función de la respuesta a ciertas excitación o entradas. Para esto, se implementan métodos de identificación no paramétrica o basada en datos, los cuales excitan al sistema con señales conocidas y se analiza el comportamiento dinámico del sistema a la salida. En las siguientes secciones se detallan estos métodos de identificación de sistemas.

2.8 Métodos de Identificación de Sistemas

En el análisis de la respuesta de sistemas es importante obtener la mayor cantidad de información con señales conocidas [\[27, 36\]](#). Este estudio permite anticipar los resultados de un sistema y detectar errores en los datos experimentales cuando se presenten. El análisis de la respuesta del sistema debe expresarse en función de la entrada que se le aplica; por lo tanto, la implementación de funciones de transferencia es de gran importancia para describir la dinámica de un sistema.

En las siguientes secciones se detallan las funciones más utilizadas en la identificación de sistemas con base en su respuesta como las funciones de convolución, impulso, pulso unitario o directa al impulso, escalón, sinusoidal, entre otras. Además, se describe la función de transferencia y sus ventajas como modelado descriptivo del comportamiento de un sistema.

2.8.1 Función de Transferencia

De acuerdo a [\[27\]](#), las funciones de transferencia son ecuaciones empleadas para caracterizar la relación entrada-salida de los componentes de un sistema y pueden representarse por ecuaciones de diferencias.

Considérese un sistema lineal establecido por la ecuación de diferencias:

$$a_0 y_n + a_1 y_{n-1} + \dots + a_{n_1} y + a_n = b_0 x_m + b_1 x_{m-1} + \dots + b_{m-1} x + b_m \quad (2.30)$$

donde y_n son las n salidas del sistema y x_n las n entradas. La función de transferencia de un sistema lineal se define como la relación de la transformada de Laplace de la salida (función de respuesta) con la transformada de Laplace de la entrada asumiendo que todas las condiciones iniciales son cero [\[27\]](#):

$$G(s) = \frac{\mathcal{L}[\text{salida}]}{\mathcal{L}[\text{entrada}]}\Big|_{\text{condiciones iniciales cero}} \quad (2.31)$$

o bien, desglosando [\(2.31\)](#):

$$G(s) = \frac{Y(s)}{X(s)} = \frac{b_0 s^m + b_1 s^{m-1} + \dots + b_{m_1} s + b_m}{a_0 s^n + a_1 s^{n-1} + \dots + a_{n_1} s + a_n} \quad (2.32)$$

La salida del sistema (2.31) puede reescribirse como el producto de $G(s)$ y $X(s)$:

$$Y(s) = G(s)X(s) \quad (2.33)$$

Utilizando el concepto de la función de transferencia, es posible representar la dinámica de un sistema mediante ecuaciones algebraicas en el dominio s . Si el mayor exponente de s en el denominador es igual a n , el sistema es denominado *sistema de enésimo orden*.

No obstante, la aplicación de la función de transferencia está limitada a sistemas de ecuación de diferencias lineales. La función de transferencia tiene las características:

- Modela matemáticamente la variable de salida y la relaciona con la variable de entrada.
- Establece las propiedades del sistema, independientemente de la magnitud y la naturaleza de la función de entrada.
- Incluye las unidades necesarias para asociar la entrada con la salida, sin proporcionar información de la estructura física del sistema (la función de transferencia de sistemas físicamente distintos puede ser la misma).
- Permite estudiar la salida o respuesta con diversas entradas con la finalidad de entender el comportamiento del sistema.
- Si se desconoce la función de transferencia, puede ser determinada experimentalmente introduciendo entradas conocidas y analizando las salidas que genera el sistema.

A la ecuación Ecuación 2.33 se le denomina modelación por función de transferencia. Sin embargo, la función de transferencia no es el único modelo con la capacidad de representar la dinámica de un sistema. Existe otra herramienta de identificación con la capacidad de determinar el comportamiento del sistema como lo es la respuesta impulso.

2.8.2 Respuesta Impulso

Según [25], la función de impulso unitaria o la función Dirac δ en el instante de tiempo $t = 0$ se define como:

$$\delta(t) := 0 \text{ para todo } t \neq 0, \int_{-\infty}^{\infty} \delta(t) dt = 1 \quad (2.34)$$

es decir, la función Dirac puede ser representada como un pulso rectangular unitario con un ancho infinitesimal.

Bajo esta definición, se dice que la función de transferencia y la respuesta impulso de un sistema lineal contiene la misma información sobre su dinámica. Por lo tanto, es posible obtener información sobre las características dinámicas de un sistema excitándolo con una entrada impulso y midiendo la respuesta a la salida. No obstante, esta idealización de una función al cual se le aplica una excitación en un instante de tiempo no es posible en sistemas físicos reales; por lo anterior, se hace uso de una aproximación numérica a través de la respuesta directa al impulso.

2.8.3 Respuesta Directa al Impulso

Según [37], si se buscara aplicar como excitación una suma de muchos impulsos, se obtiene la sumatoria de cada una de las respuestas definidas en (2.34). Como la duración del impulso tiende a 0, es posible considerarlo como una diferencial y la suma de diferencias resulta en un cálculo integral. De acuerdo a [25], la respuesta a la sumatoria de impulsos de un sistema continuo se denota por la integral de convolución:

$$y(t) = \int_{-\infty}^t g(t - \tau)u(\tau)d\tau, t \in \mathbb{R} \quad (2.35)$$

o por la suma de convolución, para un sistema en tiempo discreto:

$$y(t) = \sum_{-\infty}^k g(t-k)u(k) \quad (2.36)$$

donde $g(t)$ y $u(t)$ son 0 para $t < 0$. Estas funciones de convolución representan la respuesta al impulso y la excitación $u(k)$ o $u(\tau)$ aplicada al sistema. Sin embargo, esta representación se ajusta solamente para sistemas lineales, dinámicos e invariantes en el tiempo. Al trabajar con sistemas físicos reales, un pulso de entrada con una duración corta puede considerarse un impulso. Debido a que la adquisición de datos se realiza en el tiempo discreto y los sistemas físicos son causales, es posible reescribir la suma de la convolución (2.36) como:

$$y(t) = \sum_0^t g(t-k)u(k) = \sum_0^t g(k)u(t-k), \quad t \in \mathbb{Z}^+ \quad (2.37)$$

donde $g(0)$ es cero, ya que los sistemas físicos reales no responden instantáneamente a una entrada. Por lo tanto, si es posible generar un pulso unitario, los coeficientes de $g(t)$ pueden ser encontrados directamente de la medición de salida. El pulso unitario tiene la forma:

$$u(t) = \begin{cases} \alpha, & t = 0 \\ 0, & t \neq 0 \end{cases} \quad (2.38)$$

donde α se selecciona de acuerdo con las limitaciones físicas de la señal de excitación. La respuesta del sistema correspondiente a un pulso unitario se define como:

$$y(t) = \alpha g(t) + v_y(t) \quad (2.39)$$

siendo $v_y(t)$ el error generado por la medición de la variable de salida. Consecuentemente, un estimado de la función pulso unitario es:

$$\hat{g}(t) = \frac{y(t)}{\alpha} \quad (2.40)$$

y los errores en la estimación se encuentran dados por (2.41).

$$\varepsilon_y = \frac{v_y(t)}{\alpha} \quad (2.41)$$

La ventaja de este método es su simplicidad, pero tiene restricciones. Generalmente, la respuesta al pulso unitario estimado describe el comportamiento del sistema en el tiempo continuo; por consiguiente, se puede perder información si existe parte de la dinámica del sistema a mayores frecuencias que la obtención de datos o si la duración del experimento es muy corta. En contraste, α previene una significativa reducción del ruido, ya que los errores en la estimación (2.41) son inversamente proporcional con el valor de α .

2.8.4 Respuesta Escalón

Según [25], un escalón puede considerarse como una sucesión infinita de pulso rectangulares continuos, equidistantes y cortos. La entrada escalón se define como:

$$u(t) = \begin{cases} 0, & t < 0 \\ \alpha, & t \geq 0 \end{cases} \quad (2.42)$$

el cual, aplicado para sistemas lineales e invariantes en el tiempo (*“linear, time invariant”, LTI*) se tiene que la entrada escalón tiene la respuesta:

$$y(t) = \alpha \sum_{k=0}^t g(k) + v_y(t) \quad (2.43)$$

con un operador de retraso $y(t-1)$ la respuesta escalón se define como:

$$y(t-1) = \alpha \sum_{k=0}^{t-1} g(k) + v_y(t-1) \quad (2.44)$$

con lo anterior, estimaciones de $g(t)$ pueden ser realizadas si se calcula la diferencia entre respuestas escalones:

$$\hat{g}(t) = \frac{y(t) - y(t-1)}{\alpha} \quad (2.45)$$

además, es posible estimar los errores mediante la ecuación:

$$\varepsilon_y(t) = \frac{v_y(t) - v_y(t-1)}{\alpha} \quad (2.46)$$

Con la finalidad de obtener información completa sobre la dinámica del sistema, es recomendable que α sea lo más grande posible. Si para la identificación de sistemas lineales, invariantes en el tiempo no es posible implementar una respuesta impulso, una entrada escalón puede ser utilizada siguiendo un algoritmo:

- Generar una función escalón con la máxima magnitud posible α .
- Aplicar el escalón al sistema.
- Determinar gráficamente el tiempo de retardo, la constante de tiempo y la ganancia estática del sistema.
- Con base en (2.45), estimar una respuesta impulso $\hat{g}(t)$.

De entre los métodos de identificación de sistemas, es recurrente el uso de funciones periódicas que realicen estimaciones en la respuesta del sistema, entre ellas destaca la función sinusoidal, ya que a través de la Transformada de Fourier es posible analizar el sistema mediante su respuesta en frecuencia. En la siguiente sección se detallan estas técnicas periódicas.

2.8.5 Respuesta Sinusoidal

Las excitaciones periódicas constituyen una herramienta para la identificación de sistemas lineales e invariantes en el tiempo; en particular, la señal sinusoidal tiene la forma:

$$u(t) = \alpha \sin(\omega t) \quad (2.47)$$

sin embargo, para analizar la respuesta del sistema se hace uso de la Transformada de Fourier.

Transformada de Fourier

La transformada de Fourier es una de las herramientas matemáticas más importantes en una amplia variedad de campos en la ciencia y la ingeniería [38, 39]. Se puede interpretar como la transformación de una señal en un dominio (el tiempo) a otro dominio (la frecuencia). Efectuar un análisis de la transformada de Fourier proporciona una descomposición útil de señales en sus componentes fundamentales o primitivos. Así mismo, provee funciones que equiparan complicadas sumas e integrales para un procesamiento digital más rápido [38].

La integral de Fourier, con base en la transformada de Laplace bilateral, transforma un sistema continuo $g(t)$ del dominio del tiempo al dominio de la frecuencia:

$$G(j\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} g(t)e^{-j\omega t} dt \quad (2.48)$$

siendo $\omega = 2\pi f$. En la práctica esta transformada se obtiene mediante señales de excitación discretizadas en un conjunto finito de muestras equidistantes. Por lo tanto, la transformada de Fourier continua (2.48) se reemplaza por la transformada de Fourier discreta (*Discrete Fourier Transform, DFT*):

$$G(e^{j\omega}) = \sum_{t=-\infty}^{\infty} g(t)e^{j\omega t} \quad (2.49)$$

Teniendo en cuenta que $G(e^{j\omega})$ es una variable compleja, puede ser escrita como $|G(e^{j\omega})|e^{j\phi}$, donde $|G(\cdot)|$ indica la magnitud y $\phi = \arg(G(\cdot))$ el ángulo. A este análisis se le denomina función de respuesta en frecuencia (*Frequency Response Function, FRF*) y es la herramienta de dominio espectral más utilizada en la identificación de sistemas debido a la clara interpretación física de la relación entrada-salida y la predicción del comportamiento del sistema [40].

Regresando al análisis de la señal periódica sinusoidal, con base en la DFT se tiene que la señal sinusoidal solo tiene componente imaginario:

$$\text{sen}(\omega t) = \text{Im}(e^{-j\omega t}) \quad (2.50)$$

por lo tanto, implementando la ecuación (2.36) con $k = -\infty, \dots, \infty$, la señal sinusoidal entrega una respuesta:

$$y(t) = \alpha \sum_{k=-\infty}^{\infty} g(k) \text{Im}(e^{j\omega(t-k)}) = \alpha \cdot \text{Im} \sum_{k=-\infty}^{\infty} g(k) e^{-j\omega(t-k)} \quad (2.51)$$

por ley de exponentes, se saca la constante de la sumatoria:

$$y(t) = \alpha \cdot \text{Im} \left\{ e^{j\omega t} \sum_{k=-\infty}^{\infty} g(k) e^{-j\omega k} \right\} \quad (2.52)$$

sustituyendo (2.49) en (2.52), se reescribe la ecuación:

$$y(t) = \alpha \text{Im} \{ e^{j\omega t} \cdot G(e^{j\omega}) \} \quad (2.53)$$

y dejándolo en términos de la magnitud y el ángulo, se obtiene la forma:

$$y(t) = \alpha |G(e^{j\omega})| \text{sen}(\omega t + \phi) \quad (2.54)$$

en consecuencia, la respuesta del sistema es una señal sinusoidal de la misma frecuencia que la entrada $u(t)$, pero multiplicada por la magnitud $|G(e^{j\omega})|$ y desfasada por ϕ . Es importante observar que el resultado implica que la entrada es una señal periódica infinita. Por lo tanto, si se asume que $u(t) = 0, t < 0$ existirá una fase transitoria en la respuesta del sistema.

Sin embargo, la respuesta del sistema producto de una señal de excitación, ya sea periódica o lineal, se encuentra afectada por ruido y es importante hacer uso de herramientas y métodos que eliminen o minimicen el impacto del ruido en el modelo descriptivo [29]. En las siguientes secciones se clasifican las posibles perturbaciones durante el proceso de identificación de sistemas.

2.8.6 Errores en la Identificación de Sistemas

En la [Sección 2.3](#) se introdujo brevemente las variables que afectan la modelación de un sistema. La identificación de sistemas permite diferenciar los errores generados por la naturaleza inherente del sistema y por la modelación matemática. La [Figura 2.4](#) cataloga estos errores en el proceso de identificación y cuentan con las siguientes características:

- Entrada $u_g(\cdot)$: esta variable contiene los valores de la señal exógena.
- Variación $w_g(\cdot)$: estas perturbaciones se suman a la entrada exógena y son causadas por las limitaciones físicas de los componentes que producen la entrada; por ejemplo, generadores de señales, fuentes de alimentación, entre otros.
- Medición $v_u(\cdot)$: este ruido se añade por los sensores que miden las variables de entrada.
- Variable $u(\cdot)$: señal de entrada medida al sistema $g(\cdot)$ con el total de perturbaciones consideradas, es decir: $u(\cdot) = u_g(\cdot) + w_g(\cdot) + v_u(\cdot)$.
- Variación $w_p(\cdot)$: esta perturbación se debe al ruido inherente del proceso.
- Medición $v_y(\cdot)$: este error se añade por los sensores que miden la salida.
- Variable $y(\cdot)$: señal de salida medida del sistema.

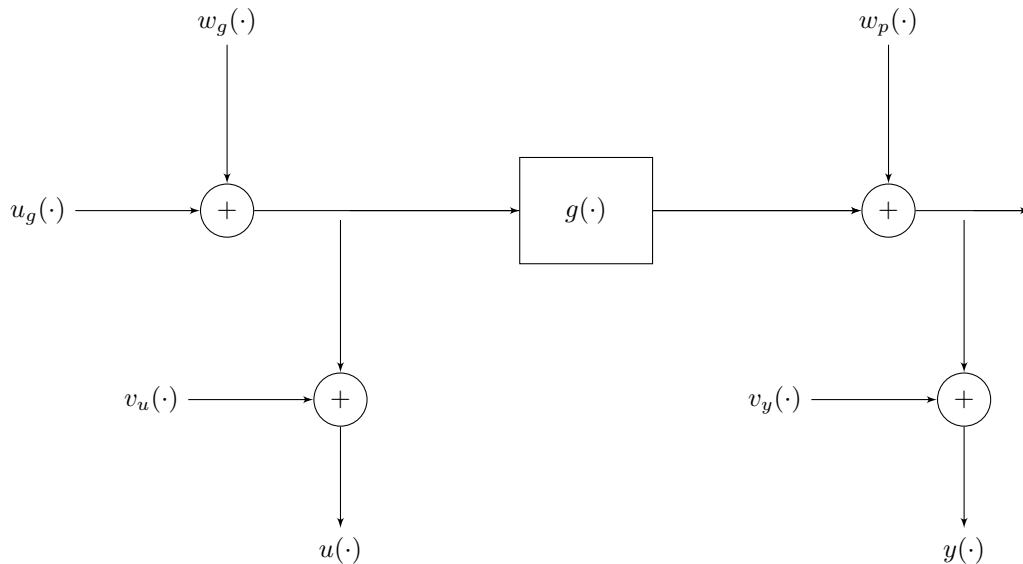


Figura 2.4: Representación extendida del sistema $g(\cdot)$ considerando errores.

Por lo tanto, conocer las características de la señal de entrada permite discriminar entre información perteneciente a la dinámica del sistema y las perturbaciones generadas por la medición y la modelación. Existen métodos que permiten cuantificar la diferencia entre las perturbaciones y la dinámica del sistema con base en la correlación de los errores en el modelo; es decir, a la relación lineal y proporcional generada por las perturbaciones. A estos procedimientos se les denomina métodos de correlación y se describen en las siguientes secciones.

2.9 Métodos de Correlación

De acuerdo a [\[41\]](#), la identificación por funciones periódicas, impulso, escalón, entre otras, aplicadas a sistemas lineales son capaces de describir la respuesta y analizar la dinámica del sistema. No obstante,

la implementación de estos métodos de identificación conlleva la desventaja de la sensibilidad al ruido, ya que la medición depende de componentes con un rango limitado de linealidad como sensores, fuentes de alimentación, dispositivos de control, entre otros, pueden alterar la respuesta del sistema en estudio.

Para esto, se han desarrollado métodos de identificación que permitan realizar pruebas aplicadas al sistema sin interrumpir su operación o modificar su estructura [41]. Entre estas técnicas se encuentran los métodos de autocorrelación, las secuencias aleatorias o de ruido blanco, entre otros, los cuales se detallan en las siguientes secciones.

2.9.1 Función de Autocorrelación

Según [42], cuando se realiza la modelación de múltiples variables o fenómenos mediante métodos lineales, es posible que no se logre predecir de manera efectiva la salida del sistema para mediciones futuras por limitaciones del modelo. Por lo general, el error aleatorio se encuentra correlacionado positivamente con respecto al tiempo; es decir, si el error en la medición actual es similar al error en mediciones pasadas se puede decir que son independientes entre sí.

De acuerdo a [25], este fenómeno se conoce como autocorrelación o correlación en serie y tiene la forma:

$$r_{uu}(\tau, t) = E[u(t)u(t + \tau)] \quad (2.55)$$

donde r_{uu} es la función de autocorrelación de una señal $u(t)$ y τ es el tiempo de retroceso o medición pasada. La notación $E[\cdot]$ es el operador de expectativa; es decir, el valor medio de una función. Por lo tanto, la expectativa se puede interpretar como el promedio del tiempo con la forma:

$$r_{uu}(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{2T} \int_{-T}^T u(t)u(t + \tau)dt \quad (2.56)$$

donde la ecuación (2.56) se encuentra en función del retroceso τ y no del tiempo t . Esto implica que existe invariabilidad en el tiempo o una propiedad estacionaria. Se considera que la integral contiene el intervalo $[-T, T]$ cuando $T \rightarrow \infty$ para excluir una respuesta transitoria en el sistema. Por otro lado, cuando se tienen muestras la descripción de la ecuación (2.56) en el dominio discreto tiene la forma:

$$r_{uu}(l) = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{1}{2N + 1} \sum_{i=-N}^N u(i)u(i + l) \quad (2.57)$$

donde a partir de una secuencia finita $u(t)$ de N muestras, la función de autocorrelación discreta $r_{uu}(l)$ puede ser calculada como:

$$r_{uu}(l) = E[u(i)u(i + l)^T] \quad (2.58)$$

siendo $u(i)$ la secuencia desde $-N$ hasta $N - l$ y $u(i + l)$ es la secuencia de $-N + l$ hasta N . Para obtener una correcta estimación con los valores obtenidos de la función de autocorrelación, es recurrente que el retroceso l se escoja con un valor menor a $N/4$. Una propiedad de la función de autocorrelación es la posibilidad de implementar retrocesos positivos y negativos mediante la forma:

$$r_{uu}(-l) = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{1}{2N + 1} \sum_{i=-N}^N u(i)u(i - l) \quad (2.59)$$

además de ser simétrica en el 0; es decir si la ecuación (2.58) se sustituye $j = i - l$, se tiene que:

$$r_{uu}(l) = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{1}{2N + 1} \sum_{j=-N-l}^{N-l} u(j + l)u(j) \quad (2.60)$$

finalmente, si la función $u(t)$ contiene componentes periódicos y/o lineales, entonces $r_{uu}(l)$ adquiere la misma periodicidad y/o linealidad. De la misma manera, es posible implementar métodos secuenciales mediante el uso de señales aleatorias/ruido blanco y funciones de correlación cruzada, descritas en las siguientes secciones.

2.9.2 Secuencias Ruido Blanco

Según [25], el ruido blanco o secuencias aleatorias es el tipo de señal más significativo para la identificación de sistemas lineales e invariantes en el tiempo. Se le denomina ruido blanco a una secuencia aleatoria con una expectativa 0, varianza finita y términos no correlacionados entre sí; es decir, una secuencia de ruido blanco no tiene una estructura de tiempo definida. Sin embargo, el ruido blanco en el tiempo continuo es virtualmente inexistente, ya que requeriría una cantidad infinita de energía para generarse. Por lo tanto, este concepto se describe en el dominio discreto con la forma:

$$E[\omega(t)] = 0 \quad (2.61)$$

$$E[\omega(t)\omega^T(t+l)] = \begin{cases} Q, & l = 0 \\ 0, & l \neq 0 \end{cases} \quad (2.62)$$

siendo Q la densidad de poder espectral o la concentración de energía concentrada de una señal. La Figura 2.5 muestra la representación de una secuencia de ruido blanco a lo largo del tiempo, en la imagen se observa cómo la cantidad de energía o los valores se encuentran distribuidos en el intervalo $[-0.5, 0.5]$ con expectativa en el 0.

Según [29], la ventaja de utilizar señales aleatorias es la facilidad de generación en comparación con las señales periódicas, además las funciones periódicas solamente excitan un rango finito de frecuencias, mientras que el ruido blanco tiene la propiedad de idealmente excitar un rango infinito de frecuencias; por lo tanto, es recurrente complementar el análisis de este método con la función de respuesta en frecuencia y la estadística inferencial.

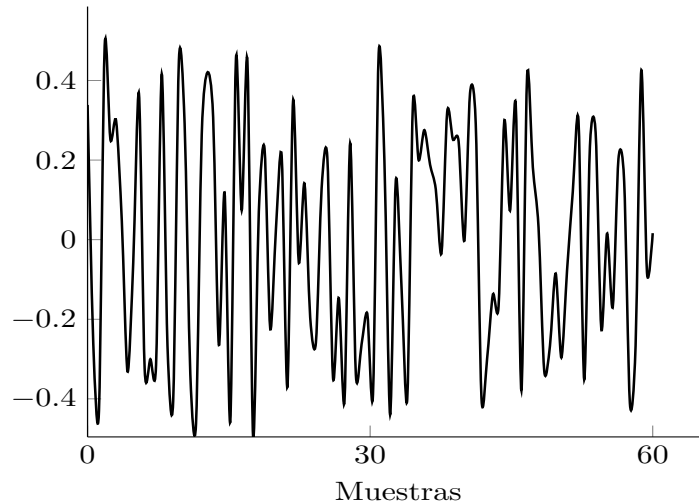


Figura 2.5: Graficación de una secuencia de ruido blanco.

Los conceptos de expectativa, varianza y correlación se detallarán en el capítulo de estadística inferencial en esta investigación y se enfatizará la importancia de cuantificar estas propiedades en una función; además, se describirá la relevancia de este tipo de métodos con técnicas descriptivas para la caracterización de la respuesta del sistema.

2.9.3 Función de Correlación Cruzada

Con base en [25], la función de correlación cruzada se define como la correlación que existe entre dos señales diferentes $u(t)$ y $y(t)$ con la forma:

$$r_{uy}(\tau, t) = E[u(t)y(t + \tau)] \quad (2.63)$$

de manera análoga a las ecuaciones (2.56) y (2.57), la expectativa de la función de correlación cruzada en función como promedio del tiempo se describe como:

$$r_{uy}(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{2T} \int_{-T}^T u(t)y(t + \tau)dt \quad (2.64)$$

donde la ecuación (2.56) se encuentra en función del retroceso τ y no del tiempo t . Esto implica que existe invariabilidad en el tiempo o una propiedad estacionaria, al igual que la función de autocorrelación. Por otro lado, cuando se tienen muestras la descripción de la ecuación (2.64) en el dominio discreto tiene la forma:

$$r_{uy}(l) = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{1}{2N + 1} \sum_{i=-N}^N u(i)y(i + l) \quad (2.65)$$

al aplicar la función de correlación cruzada en sistemas causales, lineales e invariantes en el tiempo con N datos finitos muestrales se hace uso de la ecuación (2.57). Sin embargo, a pesar que la función existe para retrocesos negativos, para sistemas causales no es posible tener una medición dependiente de mediciones futuras. Es importante resaltar que la correlación cruzada y la autocorrelación tienen una similitud con la respuesta al impulso y la convolución. En términos generales, la autocorrelación se puede definir como una correlación cruzada de la misma señal.

Durante el proceso de identificación de sistemas, es recurrente el cálculo de factores desconocidos para describir o predecir el comportamiento de un fenómeno de estudio. Una vez obtenido información a partir de los métodos de identificación antes descritos es usual que, a partir de la ecuación descriptiva, se realice un ajuste del modelo con los datos experimentales. Para esto, en la siguiente sección se describen algunos métodos de estimación que asignan valores a los parámetros en función de las propiedades del sistema de estudio.

2.10 Estimación de Parámetros

La estimación de parámetros en diferentes modelos es un problema estadístico recurrente [43–45]. Estos métodos determinan los factores desconocidos en un proceso o modelo, ya sea de forma individual o en conjunto. Su objetivo recae en la obtención de una ecuación descriptiva o predictiva que exprese la relación entre la una variable de interés (la respuesta) y un conjunto de parámetros relacionadas [46]. En esta sección se describen métodos de estimación iterativos o repetitivos y directos, los cuales permiten desarrollar técnicas de obtención y optimización de parámetros.

2.11 Métodos Directos

La implementación de métodos directos tiene como objetivo calcular los parámetros de un sistema mediante una secuencia finita de operaciones. Según [47], considerando el impacto del error en la identificación, estos métodos entregan una solución exacta a sistemas de ecuaciones descriptivas de un sistema con la forma:

$$\mathbf{A}\theta = b \quad (2.66)$$

siendo \mathbf{A} una matriz de entradas \mathbb{R} , b es el vector de respuesta del sistema en función de los parámetros desconocidos θ . En las siguientes secciones se describen algunos métodos directos como la regresión lineal, la estimación por mínimos cuadrados, función costo, entre otros.

2.11.1 Regresión Lineal

La estimación lineal es una herramienta que describe una función lineal de los parámetros que afectan al sistema. La ecuación (2.67) muestra la forma del modelo de regresión lineal, basado en la ecuación (2.30), donde x_n son los n valores de la variable independiente o predictor, \hat{y} es la variable de respuesta, θ_n son los n parámetros del modelo y ε es el error estadístico generado por las técnicas de estimación.

$$\hat{y} = \theta_0 + \theta_1 x_1 + \theta_2 x_2 + \cdots + \theta_n x_n + \varepsilon \quad (2.67)$$

Sin embargo, no todo el conjunto de datos recae exactamente en el modelo; por lo tanto, se considera un error o *bias* θ_0 . El bias es un sesgo estadístico en el modelo y estima el error en los datos generado por los instrumentos de medición, las características inherentes en el sistema, entre otros.

La ecuación (2.67) puede ser reescrita en su forma vectorial, mostrada en (2.68):

$$\hat{y} = h_\theta(\mathbf{x}) = \theta^T \cdot \mathbf{x} \quad (2.68)$$

siendo $h_\theta(\mathbf{x})$ el producto punto de θ^T la traspuesta del vector de los parámetros del modelo (incluido el sesgo estadístico θ_0) y \mathbf{x} el vector de predictores.

La regresión lineal contiene los parámetros θ , los cuales son estimados de n observaciones o mediciones. Si se considera que no existe un error aleatorio en la variable independiente o predictor, cualquier conjunto de observaciones podría ser utilizado para obtener los valores de θ . Sin embargo, la aleatoriedad en los datos genera distintos valores de θ con cada nuevo conjunto de mediciones. Por lo tanto, un método de estimación se utiliza para combinar toda la información y obtener la mejor solución con base en un criterio.

2.11.2 Estimación por Mínimos Cuadrados

La estimación por mínimos cuadrados utiliza el criterio, el cual dicta que la mejor solución es la minimización de la suma de desviaciones al cuadrado de la variable independiente o predictor \hat{y} [48]. La ecuación (2.69) muestra la fórmula matemática de la estimación por mínimos cuadrados (*Mean Square Error, MSE*):

$$MSE(X, h) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (h(\mathbf{x}_i) - y_i)^2 \quad (2.69)$$

siendo m el número de datos utilizados para la estimación, \mathbf{x}_i es el vector que contiene los valores de entrada y y_i el valor estimado para esa conjunto de datos.

2.11.3 Función Costo

Para obtener la función costo por el método de mínimos cuadrados, se realiza la sustitución de la ecuación (2.68) en (2.69).

$$MSE(\theta) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\theta^T \cdot \mathbf{x}_i - y_i)^2 \quad (2.70)$$

De esta manera, se obtiene la función costo para modelos lineales.

2.11.4 Ecuación Normal

Para obtener el parámetro $\hat{\theta}$ en la función costo se describe (2.71):

$$\hat{\theta} = \arg \min \{MSE(\theta)\} \quad (2.71)$$

aquí $\arg \min$ indica el argumento a minimizar, es decir, el valor de θ que minimiza a $MSE(\theta)$, y como (2.70) es cuadrático en θ , es posible determinar el valor mínimo si se derivada y se iguala a cero:

$$0 = \frac{d}{d\theta} MSE(\theta) = \frac{2}{N} \sum_{i=1}^N \mathbf{x}_i [y_i - \mathbf{x}_i^T \theta] \quad (2.72)$$

expandiendo los términos semejantes del producto en (2.72):

$$\sum_{i=1}^N \mathbf{x}_i \cdot \mathbf{x}_i^T = \sum_{i=1}^N \mathbf{x}_i \cdot y_i \quad (2.73)$$

para obtener los parámetros $\hat{\theta}$, se puede reescribir (2.73) como:

$$\hat{\theta} = \left[\sum_{i=1}^N \mathbf{x}_i^T \cdot \mathbf{x}_i \right]^{-1} \sum_{i=1}^N \mathbf{x}_i^T \cdot y_i \quad (2.74)$$

siendo $\hat{\theta}$ el valor de θ que minimiza la función costo. A la ecuación (2.74) se le denomina ecuación normal.

2.11.5 Estimación No Lineal

En la implementación de métodos directos, cuando se tiene un modelo donde los parámetros tienen una relación no lineal, es usual representarlos mediante la forma:

$$\hat{y} = \theta_0 + \theta_1 \tilde{x}_1 + \theta_2 \tilde{x}_2 + \dots + \theta_n \tilde{x}_n + \varepsilon \quad (2.75)$$

si se compara con la ecuación (2.67), se encuentra una diferencia en las variables \tilde{x}_n que multiplican los parámetros; siendo \tilde{x}_n un conjunto no lineal de funciones que pueden aproximarse a una función lineal $\tilde{x}_n \rightarrow x_n$ y se considera una versión restringida del modelo [49]. Siendo una extensión natural de modelos lineales, estas estimaciones son apropiadas para analizar posibles no linealidades en la relación entre variables y exigen la implementación de algoritmos de optimización numérica.

2.12 Métodos Iterativos

De acuerdo a [50], los métodos iterativos son procedimientos matemáticos que inician una suposición para generar una secuencia de soluciones aproximadas, cuyo resultado se sustituye en la suposición y se repite la secuencia. El objetivo de los métodos iterativos es lograr una convergencia; es decir, si al repetir el método una n cantidad de veces, su resultado se aproxima o tiende a un valor específico. Por lo general, los métodos iterativos son utilizados en sistemas no lineales cuando no es posible aproximar su respuesta a una función lineal conocida; además, el uso de métodos iterativos en sistemas lineales con múltiples variables es recurrente.

Los métodos iterativos convergen cuando la iteración inicial de parámetros θ se aproxima al vector solución $\hat{\theta}$ [50]. En algunos métodos, la precisión de la iteración puede ser mejorada mediante técnicas de optimización; es decir, un algoritmo que estima el conjunto de parámetros a partir de la minimización de la función costo (2.71) como el descenso por gradiente, descenso por gradiente en lotes, Newton-Raphson, entre otros. En las siguientes secciones se describen estos métodos con mayor detalle.

2.12.1 Descenso por Gradiente

Según [51], el método de descenso por gradiente (DG) es un algoritmo de optimización que permite converger hacia el valor mínimo de una función mediante un proceso iterativo. La forma general para implementar el método es calcular el gradiente de la función costo para cada parámetro θ_j mediante la derivada parcial (matriz Hessiana), la cual nos da información sobre el valor y sentido en que se encuentra el mínimo local más próximo; es decir, cuando se tienen sistemas no lineales pueden existir múltiples valores para un parámetro que cumplan con la modelación del sistema. Existen varios algoritmos de estimación basados en este método, en las siguientes secciones se detallan algunos métodos como el descenso por gradiente en lotes (*Batch*), DG estocástico, entre otros.

2.12.2 Descenso por Gradiente en Lotes

Con base en [51], para implementar el método de descenso por gradiente en Lotes o *Batch* (DGB), se calcula la derivada parcial de la función costo por mínimos cuadrados (2.70):

$$\frac{\partial}{\partial(\theta_j)} MSE(\theta) = \frac{2}{N} \sum_{i=1}^N (\theta^T \cdot \mathbf{x}_i - y_i)(x_i)_j \quad (2.76)$$

a su vez, es posible reescribir (2.76) en su forma matricial, la cual contiene todas las derivadas parciales de la función costo:

$$\nabla_{\theta} MSE(\theta) = \begin{pmatrix} \frac{\partial}{\partial(\theta_0)} MSE(\theta) \\ \frac{\partial}{\partial(\theta_1)} MSE(\theta) \\ \dots \\ \frac{\partial}{\partial(\theta_n)} MSE(\theta) \end{pmatrix} = \frac{2}{N} \mathbf{x}^T \cdot (\mathbf{x} \cdot \theta - \mathbf{y}) \quad (2.77)$$

A (2.77) se le denomina vector de gradiente de la función costo. Sin embargo, para iterar el método hacia el valor mínimo es necesario extraer la magnitud de $\nabla_{\theta} MSE(\theta)$ del parámetro θ :

$$\theta(k) = \theta(k-1) - \eta \cdot \nabla_{\theta} MSE(\theta) \quad (2.78)$$

donde η es un hiperparámetro que determina la distancia entre iteraciones denominado curva de aprendizaje. Si η es muy pequeño, el algoritmo necesitará un gran número de iteraciones para converger, y por lo tanto, tomará más tiempo en calcular el resultado. Por otro lado, si η es muy grande, es posible que el algoritmo diverja a pesar de su corta cantidad de iteraciones.

2.12.3 Descenso por Gradiente Estocástico

En contraste con el DGB, el descenso por gradiente estocástico (DGE) itera el parámetro θ por cada conjunto que se extrae de la totalidad de los datos [51]:

$$\theta(k) = \theta(k-1) - \eta \cdot \nabla_{\theta} MSE(\theta(x_i, y_i)) \quad (2.79)$$

esto genera que el DGE haga cálculos del parámetro con una cantidad reducida de datos y suele ser más rápido que por el método *Batch*, además que puede ser utilizado en tiempo real mientras se generan los datos. Sin embargo, el parámetro de θ durante el DGE tiene una varianza elevada que ocasiona una fluctuación en los resultados. Se ha demostrado que si se considera una η pequeña, el DGE converge de la misma manera que el Descenso por Gradiente *Batch* [52].

2.12.4 Newton-Raphson

De acuerdo a [50,53], se define al método Newton-Raphson como un algoritmo iterativo en términos de la transición de una iteración actual x_c a una nueva x_+ . Para ecuaciones que describen sistemas no lineales, x_+ es la raíz real \mathbb{R} de un “modelo local lineal” de una función F ; es decir, es posible que una función no lineal contenga múltiples valores de x que cumplen con la forma:

$$y = f(x_c) + F'(x_c)(x_+ - x_c) \quad (2.80)$$

siendo $F(x_c)$ función que caracteriza el sistema cuando tiene una entrada x_c y $F'(x_c)$ la derivada de la función $F(x_c)$. El método Newton estima x_+ utilizando la ecuación (2.80) cuando $y = 0$; por lo tanto, se despeja x_+ siendo $y = 0$ y se obtiene la fórmula para la siguiente iteración:

$$x_+ = x_c - \frac{F(x_c)}{F'(x_c)} \quad (2.81)$$

la Figura 2.6 representa cómo la ecuación (2.81) obtiene la siguiente iteración de x_+ hasta converger al mínimo local. El método de Newton-Raphson se basa en la estimación de las raíces o parámetros desconocidos mediante el cálculo de líneas tangentes trazadas en el punto y de x_c ; después, se obtiene la intersección a x de esa línea tangencial (x_+). Según [54], el método supone que esta estimación x_+ converge cuadráticamente de manera iterativa hacia las raíces reales o parámetros de interés de la función F .

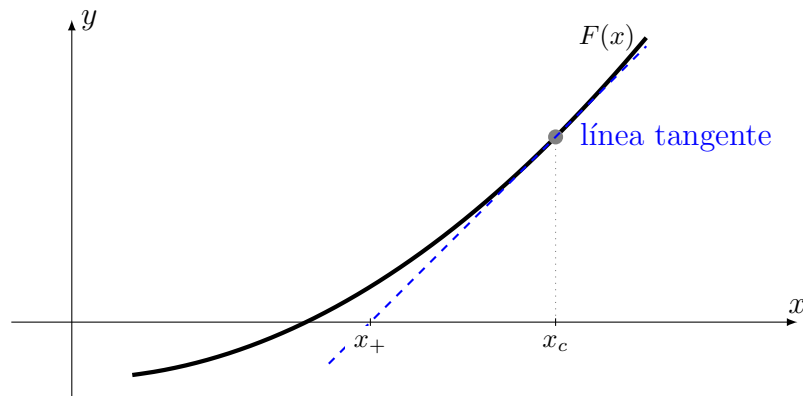


Figura 2.6: Obtención de x_+ mediante el método Newton-Raphson.

2.13 Conclusión del Capítulo

La modelación de sistemas es un conjunto de metodologías estructuradas cuyo objetivo es cuantificar puntualmente las interacciones de un sistema a través de expresiones matemáticas descriptivas. Para llevar a cabo una correcta modelación es fundamental considerar el conocimiento previo del problema y los principios físicos que gobiernan al sistema. Estas propiedades definen la estructura de las técnicas utilizadas para la modelación y se clasifican en modelos estocásticos, determinísticos y de caja negra.

Debido a la naturaleza de los sistemas físicos, es esencial implementar técnicas de resolución de problemas inversos que distingan entre la dinámica del sistema de estudio, los errores generados por los componentes físicos de medición, los generadores de señales, entre otros, y la estimación de parámetros de interés que permitan construir el modelo que describa al sistema. Para esto, se consideran entradas de excitación con características conocidas para analizar la respuesta del sistema como la función

impulso, escalón, señales periódicas, entre otras. Además, se cuentan con métodos directos e iterativos para la obtención y/o optimización de los parámetros de interés.

Es habitual que en la modelación se realicen inferencias en los fenómenos de estudio o variables de interés, determinando algunas propiedades en los sistemas, en el siguiente capítulo se abordan técnicas de estadística inferencial que permiten cuantificar estas propiedades.

CAPÍTULO 3

ESTADÍSTICA INFERENCIAL

En este capítulo se define el proceso estadístico inferencial, el cual se encuentra asociado con la identificación de sistemas. Con la estadística inferencial se busca obtener las propiedades de una población o variable aleatoria. Por lo anterior, se describen los estadísticos utilizados para determinar cuantitativamente las propiedades de las variables de estudio: media, varianza, desviación estándar, covarianza, correlación, función de distribución, entre otros. Además, se analiza la convergencia de variables aleatorias a partir del teorema de límite central y la ley de grandes números. Se detallan las herramientas estadísticas utilizadas en la descripción de múltiples variables aleatorias mediante su función de densidad de probabilidad, el análisis de la varianza y su implementación en modelos estadísticos paramétricos y no paramétricos.

3.1 Proceso Estadístico Inferencial

La estadística se define como la ciencia que se encarga de recolectar, organizar, analizar e interpretar datos para tomar decisiones. Además, cuenta con dos grandes ramas: la estadística descriptiva y la estadística inferencial [55]. La estadística descriptiva se centra en la organización, recapitulación y representación de los datos. En contraste, la estadística inferencial utiliza técnicas de probabilidad para analizar muestras de una población específica, con la finalidad de realizar inferencias respecto a sus características [56].

La estadística inferencial está estrechamente relacionada con la probabilidad, la minería de datos y el análisis de variables aleatorias. Estas áreas engloban teoremas que describen el comportamiento de un conjunto de variables aleatorias conforme aumenta su número de ensayos, por ejemplo la ley de grandes números, teorema de límite central, entre otros, los cuales se abordarán durante este capítulo. Estos teoremas dictan que a pesar de la aleatoriedad de las variables, éstas tienden hacia una media cuantificable [56].

El principal objetivo de la estadística inferencial es obtener información de las características desconocidas de un sistema, basándose en muestras aleatorias. A la relación que existe entre los conjuntos de muestras y los datos obtenidos se les denomina variables aleatorias.

Durante la investigación estadística, es habitual que el investigador no sea capaz de estudiar todos los elementos individuales de una población, debido a las limitantes en el área de estudio, el tiempo o

porque es costoso. Por lo tanto, es deseable recurrir a las técnicas estadísticas inferenciales para tomar muestras aleatorias sobre un sistema o población de estudio y obtener información de su comportamiento. La [Figura 3.1](#) muestra el diagrama del proceso en la estadística inferencial.

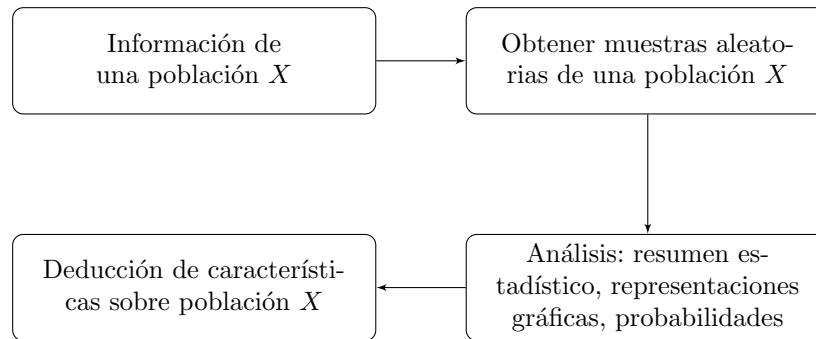


Figura 3.1: Diagrama de flujo de la estadística inferencial.

3.2 Variables Aleatorias

Al momento de modelar un fenómeno, se hace un análisis de los resultados obtenidos de muestras aleatorias. Por tanto, con base en [57], una variable aleatoria es un valor numérico que corresponde al resultado de un experimento aleatorio. Se dice que X es una variable aleatoria que asigna un número real $X(\omega)$ a cualquier salida ω .

$$X \in \mathbb{R} \rightarrow X(\omega) : \mathbb{R} \quad (3.1)$$

Las variables aleatorias se clasifican en discretas y continuas:

- Discreta: se dice que la variable aleatoria X es discreta si los números asignados a los resultados o eventos son puntos aislados. Sus posibles valores constituyen un conjunto finito o infinito numerable.
- Continua: la variable aleatoria X es continua si los valores asignados pueden ser cualesquiera, dentro de ciertos intervalos, si y solo si cumplen con (3.1).

En la estadística inferencial, existen modelos teóricos que describen la forma en que varían los resultados de un experimento aleatorio y nos dan las probabilidades de todos los posibles resultados que podrían obtenerse cuando se realiza un evento o experimento. Estos modelos se asocian a funciones y contienen toda la información sobre la variable aleatoria.

Siendo X una variable aleatoria, la cual describe a la población de estudio y F la función de distribución de X , existen dos posibilidades: X tiene una función de distribución de F_θ conocida, por ejemplo cuadrática, exponencial, logarítmica, entre otros, o X tiene una función de distribución F desconocida. En el último caso, si se considera Θ como un conjunto de valores del parámetro desconocido θ , la función del investigador es decidir los elementos tales que $\{F_\theta, \theta \in \Theta\}$ los cuales representan la función de distribución de X .

La estadística inferencial está estrechamente relacionada con la probabilidad, la minería de datos y el análisis de variables aleatorias [55]. Estas áreas engloban teoremas que describen el comportamiento de una sucesión de variables conforme aumenta su número de ensayos. Estos teoremas prescriben condiciones suficientes para garantizar que dicho promedio converja al promedio de las medias de las variables aleatorias involucradas.

Los estadísticos como la media, la varianza, la desviación estándar y el análisis de distribuciones permiten el estudio de las variables aleatorias en un sistema de interés.

3.3 Media

Según [58], la media, expectativa o valor esperado, de una variable aleatoria X se representa como $\mathbb{E}(x)$ y se define como la integral de la función de x con la forma:

$$\mathbb{E}(x) = \int x dF(x) = \begin{cases} \sum_x x f(x), & \text{si } X \text{ es discreta} \\ \int x f(x) dx, & \text{si } X \text{ es continua} \end{cases} \quad (3.2)$$

si la suma (o la integral) está definida. Se dice que $\mathbb{E}(x)$ se encuentra definida si:

$$\int_x |x| dF_X(x) < \infty \quad (3.3)$$

de otra manera, la distribución no tiene una media definida.

A su vez, es posible escribir (3.2) como:

$$\mathbb{E}(x) = \mathbb{E}X = \int x dF(x) = \mu = \mu_X \quad (3.4)$$

La media es un estadístico que resume la distribución de la variable aleatoria, la cual determina la localización o tendencia central de los datos. Si se tiene un gran número de muestras X_1, \dots, X_n la media se puede aproximar en la forma:

$$\mathbb{E}(x) \approx \sum_{i=1}^n \frac{X_i}{n} \quad (3.5)$$

la cual es conocida como el teorema de los grandes números. Además, se puede deducir las siguientes propiedades de la media: si X_1, \dots, X_n son variables aleatorias y a_1, \dots, a_n son constantes, entonces:

$$\mathbb{E} \left(\sum_i a_i X_i \right) = \sum_i a_i \mathbb{E}(X_i) \quad (3.6)$$

donde las constantes pueden extraerse del cálculo de la media. De la misma manera, el producto de las medias de variables aleatorias independientes X_1, \dots, X_n se define en (3.7).

$$\mathbb{E} \left[\prod_{i=1}^n X_i \right] = \prod_{i=1}^n \mathbb{E}(X_i) \quad (3.7)$$

3.4 Varianza y Desviación Estándar

Aún cuando la media es útil, no comunica toda la información acerca de una muestra de datos. De acuerdo a [58] la variabilidad o propagación de los datos puede describirse con la varianza. Si se tiene que X es un variable aleatoria con media μ . La varianza de X se designa con: σ^2 , σ_X^2 o $\text{Var}(x)$ asumiendo que la media existe. Y se determina en (3.8).

$$\sigma^2 = \text{Var}(X) = \mathbb{E}(X - \mu)^2 = \int (x - \mu)^2 dF(x) \quad (3.8)$$

La varianza cuenta con las siguientes propiedades:

1. Es posible calcular la varianza mediante la forma:

$$\text{Var}(X) = \mathbb{E}(X^2) - \mu^2 \quad (3.9)$$

2. Siendo X y Y variables aleatorias tales que $Y = aX + b$, considerando a y b como constantes, entonces:

$$\text{Var}(aX + b) = a^2 \text{Var}(X) \quad (3.10)$$

3. Si X_1, \dots, X_n son independientes y a_1, \dots, a_n son constantes, entonces:

$$\text{Var}\left(\sum_{i=1}^n a_i X_i\right) = \sum_{i=1}^n a_i^2 \text{Var}(X_i) \quad (3.11)$$

Si se tiene que X_1, \dots, X_n son variables aleatorias, la media muestral se define como:

$$\bar{X}_n = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (3.12)$$

de la misma manera, la varianza muestral tiene la forma:

$$S_n^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_n)^2 \quad (3.13)$$

siendo X_1, \dots, X_n variables aleatorias independientes, la varianza y media muestral cuenta con las propiedades:

1. La expectativa muestral del conjunto de variables aleatorias tiene la forma:

$$E(\bar{X}_n) = \mu \quad (3.14)$$

2. La varianza muestral se encuentra definida como:

$$\text{Var}(\bar{X}_n) = \sigma^2/n \quad (3.15)$$

3. La expectativa de la varianza muestral es:

$$E(S_n^2) = \sigma^2 \quad (3.16)$$

Por otro lado, la desviación estándar posee la propiedad de medir la variabilidad en las unidades originales de la variable de interés X y se expresa como la raíz de (3.8):

$$\sigma = \sqrt{\text{Var}(X)} = \sqrt{\mathbb{E}(X - \mu)^2} \quad (3.17)$$

Nótese que en la varianza y en la desviación estándar, entre mayor sea la propagación en los datos, mayor será la magnitud absoluta de las desviaciones $X - \mu$. Sin embargo, $X - \mu$ resulta en cero y es necesario usar una medida de variabilidad que cambie las desviaciones negativas a cantidades no negativas; por lo tanto, elevar al cuadrado las desviaciones es el enfoque utilizado [59].

3.5 Covarianza y Correlación

Según [58], la varianza y la desviación estándar son indicadores que cuantifican la dispersión de una variable de estudio; no obstante, si se busca la variación producida por dos variables aleatorias que varían de forma conjunta se hace uso de la covarianza y la correlación.

Si X y Y son variables aleatorias, entonces la covarianza y la correlación entre X y Y miden la relación lineal entre X y Y . Siendo μ_X la media y σ_X la desviación estándar de la variable aleatoria X ; de la misma forma, siendo μ_Y la media y σ_Y la desviación estándar de la variable aleatoria Y , la covarianza entre X y Y se define:

$$\text{Cov}(X, Y) = \mathbb{E}[(X - \mu_X)(Y - \mu_Y)] \quad (3.18)$$

por otro lado, la correlación tiene la forma:

$$\rho = \rho_{X,Y} = \rho(X, Y) = \frac{\text{Cov}(X, Y)}{\sigma_X \sigma_Y} \quad (3.19)$$

en términos de la media, la covarianza satisface la igualdad (3.20):

$$\text{Cov}(X, Y) = \mathbb{E}(XY) = \mathbb{E}(X)\mathbb{E}(Y) \quad (3.20)$$

de la misma manera, la correlación cumple con el intervalo cerrado definido en (3.21).

$$-1 \leq \rho(X, Y) \leq 1 \quad (3.21)$$

Si se tiene $Y = aX + b$ para las constantes a y b , la correlación cumplirá las siguientes condiciones:

$$\rho(X, Y) \begin{cases} 1, & a > 0 \\ -1, & a < 0 \\ 0, & \text{las variables aleatorias } X \text{ y } Y \text{ son independientes} \end{cases} \quad (3.22)$$

En términos de la covarianza, es posible obtener la varianza de dos variables aleatorias X y Y mediante su adición y sustracción expresadas en las ecuaciones (3.23) y (3.24):

$$\text{Var}(X + Y) = \text{Var}(X) + \text{Var}(Y) + 2\text{Cov}(X, Y) \quad (3.23)$$

$$\text{Var}(X - Y) = \text{Var}(X) + \text{Var}(Y) - 2\text{Cov}(X, Y) \quad (3.24)$$

En términos generales, si se consideran las variables aleatorias X_1, \dots, X_n y las constantes a_1, \dots, a_n es posible escribir:

$$\text{Var}\left(\sum_{i=1}^n a_i X_i\right) = \sum_{i=1}^n a_i^2 \text{Var}(X_i) + 2 \sum_{i=0}^n \sum_{j=0}^n a_i a_j \text{Cov}(X_i, X_j) \quad (3.25)$$

si, y solo si $i < j$.

3.6 Funciones de Distribución

La función de distribución describe el comportamiento de una variable aleatoria X asociada a un experimento aleatorio y se define como F o F_X [58]. Existen diversos modelos de funciones de distribución recurrentes, en la Tabla 3.1 se muestran los resúmenes estadísticos de media y varianza de los más importantes ¹.

De entre las funciones de distribución, en las siguientes secciones se analizan las dos más relevantes para esta investigación: la distribución multivariable, considerada para análisis de modelos con múltiples parámetros que afectan un fenómeno y la distribución normal, debido por su importancia en la ley de grandes números y el teorema de límite central.

¹Para obtener información completa sobre más funciones de distribución, consulte [58].

Tabla 3.1: MEDIA Y VARIANZA DE FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN.

Distribución	Media	Varianza
Impulso en a	a	0
Bernoulli(p)	p	$p(1-p)$
Uniforme(a, b)	$(a+b)/2$	$(b-a)^2/12$
Normal(μ, σ^2)	μ	σ^2
Multivariable Normal(μ, Σ)	μ	Σ

3.6.1 Distribución Multivariable

Cuando se realiza un análisis inferencial en modelos, es usual recurrir a distribuciones multivariable por la gran cantidad de factores que afectan a un sistema, se considera entonces que existe un vector de variables aleatorias X :

$$X = \begin{pmatrix} X_1 \\ \vdots \\ X_k \end{pmatrix} \quad (3.26)$$

con un vector de medias definido como:

$$\mu = \begin{pmatrix} \mu_1 \\ \vdots \\ \mu_k \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E(X_1) \\ \vdots \\ E(X_k) \end{pmatrix} \quad (3.27)$$

y la matriz de varianza-covarianza Σ se compone de los elementos mostrados en (3.28).

$$\text{Var}(X) = \begin{pmatrix} \text{Var}(X_1) & \text{Cov}(X_1, X_2) & \cdots & \text{Cov}(X_1, X_k) \\ \text{Cov}(X_2, X_1) & \text{Var}(X_2) & \cdots & \text{Cov}(X_2, X_k) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \text{Cov}(X_k, X_1) & \text{Cov}(X_k, X_2) & \cdots & \text{Var}(X_k) \end{pmatrix} \quad (3.28)$$

Si se busca calcular las medias y las varianzas de combinaciones lineales de vectores multivariable, siendo X y a vectores de variables aleatorias con media μ y varianza Σ se tiene que:

$$\begin{aligned} E(a^T X) &= a^T \mu \\ \text{Var}(a^T X) &= a^T \Sigma a \end{aligned} \quad (3.29)$$

o una matriz A :

$$\begin{aligned} E(AX) &= A\mu \\ \text{Var}(AX) &= A\Sigma A^T \end{aligned} \quad (3.30)$$

3.6.2 Distribución Normal

Si se genera un número grande n de muestras de una secuencia aleatoria $n \rightarrow \infty$, entonces la función de distribución de cualquier variable aleatoria X se aproxima a una distribución normal o Gaussiana con la forma:

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2\sigma^2}(x-\mu)^2}, \quad x \in \mathbb{R} \quad (3.31)$$

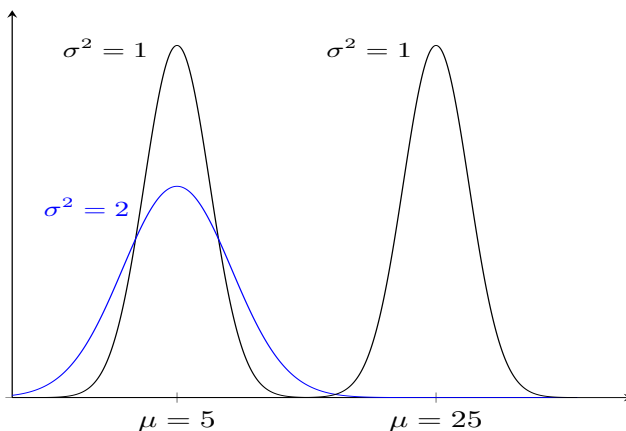


Figura 3.2: Funciones con distribución normal para valores específicos de μ y σ .

donde $\mu \in \mathbb{R}$ y $\sigma > 0$ de acuerdo a [Tabla 3.1](#). La notación más utilizada para referirse a una distribución normal es $N(\mu, \sigma^2)$ y se denota en función de sus parámetros: la media μ y la varianza σ^2 . La [Figura 3.2](#) muestra cómo los estadísticos afectan la graficación de las funciones con distribución normal.

Algunas propiedades de la distribución normal incluyen:

1. Simetría con eje central en su media μ .
2. Los valores que se repiten con mayor frecuencia en la distribución se encuentran cercanos a la media.
3. Los puntos de inflexión de la curva se encuentran en: $x = \mu \pm \sigma$.
4. Si una variable aleatoria X tiene una distribución normal $X \sim N(\mu, \sigma^2)$ y $a, b \in \mathbb{R}$ son valores reales, entonces se cumple que:

$$aX \sim N(a\mu \pm b, a^2 \cdot \sigma^2) \quad (3.32)$$

es decir, la multiplicación de una magnitud a una variable aleatoria con distribución normal X implica una multiplicación proporcional en la desviación estándar y en la media; de la misma manera, la adición y/o sustracción de una magnitud a una variable aleatoria con distribución normal X sugiere un desplazamiento o adición del valor de la media.

5. Siendo $X \sim N(\mu_X, \sigma_X^2)$ y $Y \sim N(\mu_Y, \sigma_Y^2)$ variables aleatorias independientes, la adición y sustracción de dos variables aleatorias independientes con distribución normal tendrá como resultado una variable con una distribución normal con los estadísticos:

$$X \pm Y \sim N(\mu_X \pm \mu_Y, \sigma_X^2 + \sigma_Y^2) \quad (3.33)$$

Como es posible tener una infinidad de parámetros con distribuciones normales distintas, determinadas por una media y desviación estándar específica $N(\mu, \sigma)$, es posible estandarizar o normalizar cada una de las distribuciones a una distribución normalizada $N(0, 1)$. Esto permite un análisis estándar de distintas distribuciones normales, en la siguiente sección se describe el procedimiento para calcular esta estandarización.

3.6.3 Estandarización de la Distribución Normal

Es posible relacionar cualquier variable aleatoria con una distribución normal con la distribución normal estándar. Si se tiene que $X \sim N(\mu, \sigma^2)$, entonces:

$$Z = \frac{X - \mu}{\sigma} \quad (3.34)$$

siendo Z una variable aleatoria normal estándar $Z \sim N(0,1)$. A la transformación de cualquier variable con una distribución $X \sim N(\mu, \sigma^2)$ en una distribución $N(0,1)$ se le denomina normalización, estandarización o tipificación de la variable X . La variable aleatoria Z representa la distancia de X de su media en términos de desviaciones estándar. Es el paso clave para calcular una probabilidad con una variable aleatoria normal arbitraria.

La distribución normal juega un importante rol en la probabilidad y la estadística, ya que si se tiene un gran número de muestras obtenidas de un sistema con una distribución F desconocida, es posible aproximar su distribución a una normal mediante la convergencia de variables aleatorias.

3.7 Convergencia de Variables Aleatorias

El aspecto más importante de la teoría de probabilidad se centra en el comportamiento de las secuencias de variables aleatorias. A esta área de la probabilidad se le denomina teoría de muestras grandes, teoría de límite central o teoría asintótica, y se encarga del estudio del comportamiento de n variables aleatorias X_n cuando $n \rightarrow \infty$.

En cálculo, se establece que una secuencia de números reales x_n converge al límite x si, por cada $\epsilon > 0$, $|x_n - x| < \epsilon$ para un gran número de n . Además, suponga que $x_n = x$ para toda n , entonces la convergencia se puede escribir como:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} x_n = x \quad (3.35)$$

En contraste, desde el enfoque estadístico y probabilístico se supone entonces que X_1, X_2, \dots, X_n es una secuencia de variables aleatorias independientes, y cada una tiene una distribución $N(0,1)$. Ya que todas tienen la misma distribución, se puede llegar a implicar que X_n converge a $X \sim N(0,1)$ pero se tiene que la probabilidad $P(X_n = X) = 0$ para toda n . Por lo tanto, es necesario desarrollar herramientas que permitan la convergencia. Para esto, se desarrollan dos proposiciones previamente demostradas :

1. La ley de grandes números. Establece que el promedio muestral (3.12) converge en la probabilidad de la expectativa (3.4). Esto significa que \bar{X}_n tiene una alta probabilidad en μ .
2. El teorema de límite central. Este teorema dicta que $\sqrt{n}(\bar{X}_n - \mu)$ converge en distribución a una distribución Normal o gaussiana. Esto significa que una muestra con una gran cantidad de datos n se aproxima a una distribución Normal o Gaussiana.

Debido a la importancia de estas afirmaciones en la teoría de variables aleatorias, en las siguientes secciones se demuestran estos teoremas y se resalta la importancia en el estudio de las distribuciones normales.

3.7.1 Ley de Grandes Números

La ley de los grandes números establece que la media de una muestra grande es cercana a la media de la distribución. Siendo X_1, X_2, \dots una muestra de variables independientes e idénticamente distribuidas, la ley de los grandes número define:

$$\bar{X}_n \rightarrow \mu \quad (3.36)$$

la distribución de la media muestral se vuelve más concentrada alrededor de μ entre más grande se vuelve n . Bajo condiciones generales, la media de n variables aleatorias X_1, X_2, \dots, X_n se aproxima a la media de las n medias $\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_n$:

$$\frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n} \rightarrow \frac{\mu_1 + \mu_2 + \dots + \mu_n}{n} \quad (3.37)$$

por lo que, si todas las variables tienen la misma media μ , entonces la media aritmética de todas las variables se aproxima al mismo valor. La ley de los grandes números generaliza este resultado a experimentos donde no necesariamente repetimos siempre la misma prueba; es decir, $X_n \rightarrow \bar{X}_n$.

3.7.2 Teorema de Límite Central

Suponga que X_1, \dots, X_n son variables independientes e idénticamente distribuidas con media μ y varianza σ^2 . El teorema de límite central (TLC) establece que (3.12) tiene una distribución que se puede aproximar a la Normal con media μ y varianza σ^2/n :

$$Z_n = \frac{\bar{X}_n - \mu}{\sqrt{\text{Var}(\bar{X}_n)}} = \frac{\sqrt{n}(\bar{X}_n - \mu)}{\sigma} \rightarrow Z \quad (3.38)$$

donde $Z \sim N(0, 1)$ y puede ser escrito como:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} P(Z_n \leq z) = \Phi(z) = \int_{-\infty}^z \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-x^2/2} dx \quad (3.39)$$

De manera complementaria a la convergencia de variables aleatorias, es posible describir las funciones con distribuciones normales mediante funciones de densidad de probabilidad, las cuales cuantifican la probabilidad que tiene un valor de caer en un intervalo de la función. En la siguiente sección se describe esta herramienta estadística.

3.8 Función de Densidad de Probabilidad

En la investigación estadística [45, 60] es frecuente el uso de las funciones de densidad para describir sistemas, entre ellas la Función de Densidad de Probabilidad (FDP) $p(x)$ describe la distribución de probabilidad de una variable aleatoria x . Es decir, la FDP calcula el área que representa la probabilidad de que x asuma un valor entre un intervalo definido.

En la Figura 3.3 se muestra la FDP de una función con distribución normal; es decir, la probabilidad de que la variable aleatoria x esté entre a y b se determina como la integral de $\int_a^b p(x) dx$.

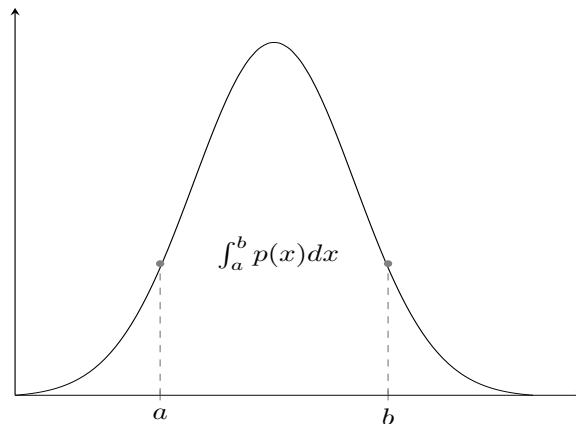


Figura 3.3: FDP de una distribución normal.

Por otro lado, en la [Figura 3.4](#) se muestra la FDP de una distribución normal con sus probabilidades asociadas. En la imagen se muestran intervalos equidistantes con una desviación estándar σ de separación, en cada intervalo se observan las probabilidades que tiene un valor de caer en ese segmento.

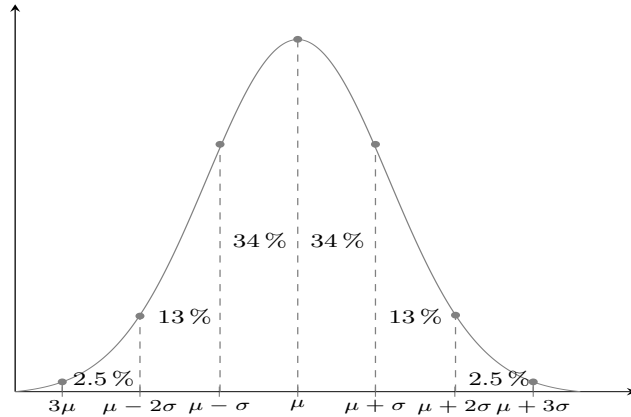


Figura 3.4: Probabilidades asociadas a una distribución normal [61].

De acuerdo a [61], para cualquier variable aleatoria con distribución normal se tienen las siguientes probabilidades:

$$\begin{aligned}
 P(\mu - \sigma < x < \mu + \sigma) &= 0.6827 \\
 P(\mu - 2\sigma < x < \mu + 2\sigma) &= 0.9545 \\
 P(\mu - 3\sigma < x < \mu + 3\sigma) &= 0.9973
 \end{aligned}
 \tag{3.40}$$

es decir, la probabilidad de un valor de estar en el intervalo $[\mu - \sigma, \mu + \sigma]$ es de un 68 % aproximadamente; de la misma manera, la probabilidad de un valor en el rango $[\mu - 2\sigma, \mu + 2\sigma]$ es de 95 %, y así subsecuentemente.

Por la simetría de la distribución normal, se puede deducir que $P(x > \mu) = P(x < \mu) = 0.5$ con un eje central en la media. Sin embargo, la FDP decrece conforme x se aparta más de μ . Por consiguiente, la probabilidad de que una medición esté lejos de μ es pequeña y a $\mu \pm 3\sigma$ la probabilidad de un intervalo puede aproximarse a cero. El área bajo la función de densidad de probabilidad normal después de 3σ de la media es muy pequeña, este hecho resulta conveniente para gráficas aproximadas a una distribución normal. Debido a que más de 0.9973 de la probabilidad de una distribución normal está dentro del intervalo $(\mu - 3\sigma, \mu + 3\sigma)$; es usual referirse a 6σ como el ancho total de una distribución normal.

Como se observa en la [Figura 3.5](#), un histograma puede aproximarse a una FDP. Para cada intervalo del histograma, el área del rectángulo es igual a la frecuencia relativa (proporción) de las mediciones en el intervalo. La frecuencia relativa es una estimación de la probabilidad de que una medición esté en el intervalo.

3.9 Análisis de la Varianza

Esta herramienta cuantitativa y analítica es utilizada en la estadística paramétrica para comparar los estadísticos de dos o más grupos o variables aleatorias en una población [57]. Cuando se compara la media de tres grupos o variables aleatorias X_1 , X_2 y X_3 , otras herramientas de análisis implementan tres pruebas de dos pares distintos de grupos, por ejemplo X_1 contra X_2 , X_1 contra X_3 y X_2 contra X_3 .

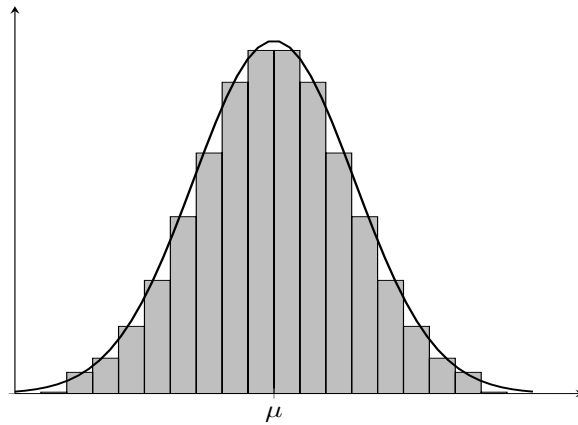


Figura 3.5: Histograma aproximado a una distribución normal.

Sin embargo, si las comparaciones se repiten n veces en un experimento, existirá un error incremental inherente de la prueba en proporción con n [62]. Para esto, el método más apropiado si se busca comparar los estadísticos de dos o más grupos, es el análisis de la varianza (*Analysis of Variance*, ANOVA) en una vía o de un factor.

La principal característica del método ANOVA es la comparación de las varianzas, ya que la ubicación relativa de la media de distintos grupos puede inferirse mediante la varianza entre ellos, en lugar de compararlo con la media de cada grupo.

La Figura 3.6 muestra dos casos comparativos donde tres grupos o variables aleatorias tienen una “varianza entre grupos” muy similar entre ellos; es decir, la media de los tres grupos tiene la misma distancia. Cuando la varianza entre los grupos es la misma, pero la varianza de cada variable aleatoria es grande, existe una mayor transposición de los datos a diferencia de cuando la varianza de cada variable aleatoria es pequeña, tal como se observa en la figura Figura 3.6. El radio de relación entre las “varianza entre grupos” es el principal interés en el ANOVA.

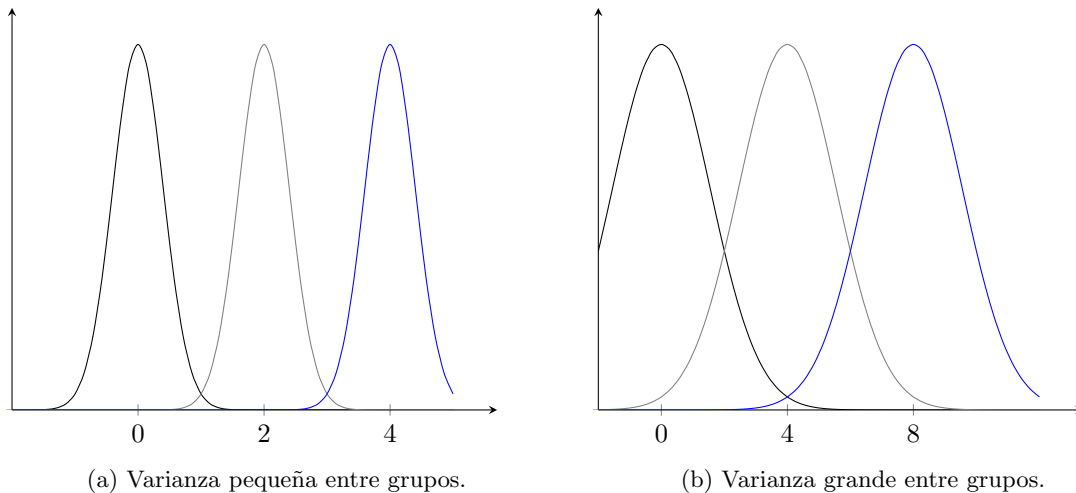


Figura 3.6: Distribuciones con la misma “varianza entre grupos”.

Si se tiene un conjunto de k variables aleatorias $\{X_1, X_2, \dots, X_k\}$ éstas representan las k muestras aleatorias de tamaño n_1, n_2, \dots, n_k respectivamente, siendo X_{ij} el j -ésimo valor obtenido de la muestra

en el i -ésimo conjunto de muestra de la población, se tiene que el ANOVA descompone los valores de las muestras X_{ij} en tres componentes:

$$X_{ij} = \bar{\mu}_n + (\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_n) + (X_{ij} - \bar{\mu}_i) \quad (3.41)$$

siendo μ_n la media total de la muestra, $\bar{\mu}_i$ la media correspondiente al i -ésimo conjunto de muestras, $(\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_n)$ la desviación estándar de la i -ésima muestra y $(X_{ij} - \bar{\mu}_i)$ la desviación del elemento individual de la muestra con respecto a la media de la muestra al que pertenece. Con la descomposición establecida en (3.41), se considera el conjunto de sumatorias de desviaciones cuadráticas, definidas en las ecuaciones (3.42) a (3.44):

$$BSS := \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_n)^2 = \sum_{i=1}^k n_i (\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_n)^2 \quad (3.42)$$

$$RSS := \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{\mu}_i)^2 \quad (3.43)$$

$$TSS := \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{\mu}_n)^2 \quad (3.44)$$

A partir de las ecuaciones (3.42) a (3.44) se obtiene la varianza total de las muestras:

$$S_{total}^2 := \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{\mu}_n)^2 = \frac{TSS}{n-1} \quad (3.45)$$

la varianza entre las medias de las muestras:

$$S_{between}^2 := \frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k n_i (\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_n)^2 = \frac{BSS}{k-1} \quad (3.46)$$

y la varianza en las muestras:

$$S_{within}^2 := \frac{1}{n-k} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{\mu}_i)^2 = \frac{RSS}{n-k} \quad (3.47)$$

El objetivo del procedimiento ANOVA es comprobar las hipótesis establecidas mediante la ecuación (3.48) con los casos:

$$\begin{cases} H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k = \mu_0 \\ H_1 : \mu_i \neq \mu_0 \text{ para al menos una } i = 1, \dots, k \end{cases} \quad (3.48)$$

donde H_0 se denomina hipótesis nula y establece que todas las medias de los grupos o conjunto de muestras son iguales entre sí, mientras que H_1 indica que alguna media de un grupo o conjunto de muestras es distinta a las demás. El ANOVA corrobora las hipótesis si se reescribe (3.48) como:

$$\begin{cases} H_0 : \frac{S_{between}^2}{S_{within}^2} \leq 1 \\ H_1 : \frac{S_{between}^2}{S_{within}^2} > 1 \end{cases} \quad (3.49)$$

finalmente, como prueba estadística del ANOVA se puede determinar la proporción de la varianza:

$$t_{n,k} = \frac{S_{between}^2}{S_{within}^2} \quad (3.50)$$

expresando la magnitud de la variación entre las muestras en múltiplos de la varianza en cada muestra. De acuerdo a [63], es posible realizar la prueba de hipótesis con base en la distribución f o distribución Fisher-Snedecor con $k - 1$ y $N - t$ grados de libertad, y así conocer la probabilidad de obtener valores iguales o más extremos que los observados. Por lo tanto, la hipótesis nula H_0 se rechaza sí, y solo si:

$$t_{n,k} > f_{k-1,n-k} \quad (3.51)$$

3.10 Análisis Tukey

Con base en [64], el ANOVA permite cuantificar y corroborar si las medias de un conjunto de variables aleatorias provienen de la misma población o no (significancia estadística). A este procedimiento también se le conoce como test general (“*omnibus test*”) porque realiza el análisis sobre todo el conjunto de variables a la vez. Por lo general, un ANOVA es complementado con un análisis que permita identificar si existe un patrón de diferencias entre los pares del conjunto de variables. El análisis Tukey (*Tukey Honest Significant Differences*, TukeyHSD) o comparación por pares, es una herramienta estadística derivada del ANOVA que evalúa la significancia estadística de todos los posibles pares de medias en el conjunto de variables aleatorias.

El análisis Tukey implementa una prueba que compara la diferencia entre dos medias pertenecientes a un par de conjuntos de variables aleatorias [64]. La diferencia de medias se estima mediante el criterio q_{obs} con la forma:

$$q_{obs} = \frac{\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_j}{\sqrt{S^2_{within} \frac{1}{S}}} \quad (3.52)$$

siendo μ_i y μ_j el par de medias a comparar provenientes de un par de conjuntos de variables aleatorias, S^2_{within} es la varianza en las muestras descrita con la ecuación (3.47) y S es el número de datos en el conjunto (se asume que ambos conjuntos tienen la misma cantidad de observaciones).

Según [65], una vez calculada la diferencia de medias q_{obs} , es posible estimar un intervalo de confianza basado en la distribución “*Student*”, t , el cual se describe el intervalo que cumple con la proporción de la varianza (3.50). Para calcular este intervalo se tiene la ecuación:

$$(\bar{\mu}_i - \bar{\mu}_j) \pm q_{obs} \sqrt{\frac{S^2_{within}}{2} \left(\frac{1}{n_i} + \frac{1}{n_j} \right)} \quad (3.53)$$

Por ende, si el intervalo de diferencia de medias se encuentra en el rango del q_{obs} , se rechaza la hipótesis nula H_0 y se establece que el par de variables aleatorias estudiadas son distintas entre sí y tienen una relevancia estadística. Después, este análisis se realiza en todos los pares posibles del conjunto de variables aleatorias y se determinan los pares que rechazan, o no, la hipótesis nula H_0 .

Por lo tanto, realizar un ANOVA y un análisis Tukey de un conjunto de variables aleatorias con una distribución normal permite establecer la relación entre distintos parámetros. A partir de esto, es posible establecer un modelo con fundamentos estadísticos basado en inferencias. En esta investigación se desarrolla un modelo basado en estas características; por ende, en la siguiente sección se establece el concepto de modelo estadístico paramétrico y se describe su estructura.

3.11 Modelos Estadístico Paramétrico

Un modelo estadístico $F_{(\mu,\sigma)}$ es un conjunto de distribuciones, densidades o funciones de regresión. Con lo anterior, un modelo paramétrico es un conjunto $F_{(\mu,\sigma)}$ que puede ser determinado por un

número finito de parámetros. Por ejemplo, si se asume que los datos tienen una distribución normal, entonces el modelo es:

$$F_{(\mu,\sigma)} = f(x; \mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2\sigma^2}(x-\mu)^2}, \mu \in \mathbb{R}, \sigma > 0 \quad (3.54)$$

La (3.54) es un modelo de dos parámetros, donde su densidad se define como $f(x; \mu, \sigma)$ para denotar que x es un valor de la variable aleatoria; mientras que μ y σ son sus parámetros. Para generalizarlo, un modelo paramétrico tiene la estructura definida como:

$$F_\theta = f(x; \theta) : \theta \in \Theta \quad (3.55)$$

donde θ es un parámetro desconocido (o un vector de parámetros) con valores en el espacio de parámetros Θ .

3.12 Conclusión del Capítulo

La estadística inferencial permite definir propiedades y características de una variable de interés mediante el análisis de sus estadísticos. Para caracterizar las muestras obtenidas de un sistema, se hace uso del análisis de variables aleatorias y sus modelos teóricos; los cuales describen el comportamiento de una muestra de datos. De acuerdo a la ley de grandes números y el teorema de límite central, si se tiene un gran número de muestras $n \rightarrow \infty$, es posible aproximar la distribución de cualquier variable aleatoria en una distribución normal. Esta distribución cuenta con estadísticos (media y varianza) que calculan la probabilidad que tiene la variable desconocida de caer en un valor específico. Al mismo tiempo, la distribución normal es utilizada en técnicas de comparación entre múltiples variables aleatorias mediante el análisis de la varianza (ANOVA) y para la implementación de modelos estadísticos paramétricos y no paramétricos.

En el siguiente capítulo se describen los fundamentos de los materiales utilizados en las reacciones sólido-gas, ya que conociendo el sistema físico y los fenómenos que rigen al sistema de estudio, es posible relacionar y cuantificar las variables de interés implementando las técnicas de modelación de sistemas y estadística inferencial.

CAPÍTULO 4

FUNDAMENTOS DE LOS MATERIALES

Este capítulo se centra en el estudio de las propiedades de los materiales utilizados en la metalurgia y siderurgia, se hace un análisis de las microestructuras más importantes en el hierro y el acero durante la exposición a tratamientos térmicos controlados. Partiendo de lo anterior, se detalla el fenómeno de decarburización durante los tratamientos térmicos en los aceros al carbono y sus mecanismos de reacción. Finalmente, se explica la metodología para llevar a cabo un análisis metalográfico.

De acuerdo a [66], en las siguientes secciones se describen las propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas utilizadas para describir los productos obtenidos de la mezcla de reacciones sólido-gas. Estos conceptos son frecuentemente mencionados en el estudio de los materiales en la siderurgia y su exposición a distintos gases.

4.1 Densidad de Masa

La densidad de masa, denominado generalmente como densidad, es una cualidad física de un material el cual no varía con las dimensiones del sistema. Se denota por ρ y tiene una relación proporcional con la masa del material m e inversamente proporcional al volumen total V :

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (4.1)$$

siendo las unidades de la masa en kg y del volumen en m^3 . En general, la densidad cambia con respecto a la presión o la temperatura. Un incremento en la presión genera un aumento de la densidad de un material; por el contrario, un incremento en la temperatura conlleva una disminución de la densidad. La compresibilidad de un líquido o sólido es 10×10^{-6} bar, siendo $1\text{bar} = 0.1\text{MPa}$; a su vez, la expansión térmica se considera de $10 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$. Esto implica que se necesitarían 10×10^3 bar para reducir en 1% el volumen de un material. En contraste, la densidad en los gases tiene una afectación grande por la presión. La densidad de un gas ideal tiene la forma:

$$\rho = \frac{MP}{RT} \quad (4.2)$$

siendo M la masa molar, P la presión, T la temperatura termodinámica absoluta y, según [67], la constante universal de los gases es:

$$R = 8.314471 \pm 14 \times 10^{-6} \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1} \quad (4.3)$$

esto implicaría que la densidad de un gas ideal; es decir, un gas teórico cuyo conjunto de partículas no interactúan entre sí, aumenta en proporción a su presión e inversamente proporcional a la temperatura. Una de las áreas de interés en esta investigación es la transferencia de calor entre los materiales, y se dividen de acuerdo a las características intrínsecas de los materiales involucrados. En la siguiente sección se describen estos procesos térmicos.

4.2 Transferencia de Calor

Las propiedades térmicas de los materiales describen el proceso de la transferencia de calor cuando se someten a un diferencial de temperatura. En este proceso se pueden diferenciar tres modalidades.

- **Conducción o difusión térmica:** es un proceso de transferencia calórico que ocurre a través de un medio; por ejemplo, plasma, gas, líquido, entre otros. La transferencia ocurre de regiones con alta temperatura hacia regiones con baja temperatura por medio de un intercambio microscópico de energía térmica entre electrones libres (gases Fermi) y/o vibraciones de átomos en una estructura cristalina. Las más importantes cualidades físicas intrínsecas que describen la conducción en materiales son la conducción térmica k y la difusión α .
- **Convección:** ocurre en fluidos mediante el movimiento molecular de partículas y la dinámica térmica del fluido. La propiedad térmica que describe la convección es el coeficiente de transferencia de calor U ; sin embargo, esta cualidad física no es intrínseca del material y depende en gran medida de las fuerzas que actúan sobre el fluido en movimiento, y tiene la forma:

$$\frac{dQ}{dt} = UA(T_0 - T) \quad (4.4)$$

siendo A el área del material en contacto con el fluido, T_0 la temperatura en la superficie del material y T la temperatura del fluido.

- **Radiación:** representa la energía térmica emitida por la materia a una temperatura determinada. La radiación ocurre por la superficie de un sólido o por líquidos y gases. La energía térmica de la radiación es transportada por ondas electromagnéticas. En contraste con la difusión y la convección, no requiere la presencia de un medio para propagarse y es más eficiente cuando se expone al vacío. La propiedad física que describe la radiación de un material es la emisión espectral.

En las siguientes secciones se describe el proceso de conducción o difusión térmica, los cuales son de principal interés en las aleaciones metálicas utilizadas en esta investigación.

4.2.1 Conducción Térmica

Cuando un material homogéneo se somete a un diferencial de temperatura, se produce una tasa de transferencia de calor o flujo de calor, es decir, energía por unidad de superficie y tiempo que fluye desde las regiones de mayor temperatura a las de baja temperatura, de acuerdo a la segunda ley de la termodinámica. El flujo de calor es una cantidad vectorial y es proporcional al gradiente de temperatura. La relación lineal que existe entre el flujo de calor y el gradiente de temperatura se denomina primera ley de Fourier y tiene la forma:

$$J_Q = -k \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.5)$$

siendo J_Q el flujo de calor W/m^2 , T es la temperatura termodinámica absoluta K y k es la conductividad térmica del material $W/m \cdot K$. Generalmente, la conductividad térmica de los sólidos cristalinos es la suma de la conducción de calor por los electrones libres (gas de Fermi) en la banda de conducción y a la vibración de los átomos en la red cristalina (fonones):

$$k_{solid} = k_{electron} + k_{fonon} \quad (4.6)$$

Por lo tanto, la conductividad térmica de materiales sólidos con enlaces químicos rígidos será mayor que los sólidos blandos, entre ellos el polímero. Además, en el caso de los metales existe una estrecha relación entre las conductividades térmica y eléctrica.

Cuando un material se somete a un cambio de temperatura, el perfil de temperatura dentro del material se puede obtener utilizando la segunda ley de Fourier:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \Delta T + \sum_i S_i \quad (4.7)$$

donde la sumatoria de contribuciones de calor $\sum_i S_i$ sigue la forma:

$$\begin{cases} \sum_i S_i < 0 & \text{Generación de calor} \\ \sum_i S_i > 0 & \text{Absorción de calor} \end{cases} \quad (4.8)$$

y la α es la difusión térmica de un material definida como:

$$\alpha = \frac{k}{\rho \cdot c_p} \quad (4.9)$$

siendo ρ la densidad y c_p el calor específico del material.

Una vez estudiados los efectos de la transferencia de calor en los materiales, es relevante detallar el fenómeno de difusión química, ya que se encuentra estrechamente relacionado con la difusión térmica y sus mecanismos de reacción. En aleaciones metálicas, como los aceros al carbono, la difusión térmica conlleva una transformación química en las propiedades de los materiales involucrados en reacciones sólido-gas. En las siguientes secciones se describen los mecanismos de reacción durante la difusión química y las leyes que lo rigen.

4.3 Difusión Química

La difusión química es un fenómeno involucrado en transformaciones y procesos metalúrgicos [68]. En un sólido con estructura cristalina, los átomos se desplazan hacia huecos generados por espacios intersticiales; es decir, cada uno de los espacios vacíos entre átomos, en la estructura atómica de un sólido o gas. En general, elementos solubles como el hidrógeno, carbono, nitrógeno u oxígeno pueden difundirse hacia espacios intersticiales de la estructura atómica. Para lograr la difusión, un átomo debe adquirir la suficiente energía para realizar un salto hacia un hueco. En ocasiones estos saltos generan defectos en la estructura cristalina que caracteriza a los metales: dislocaciones, límites de grano y cambios de fase microestructural. Para cada átomo individual, la dirección de desplazamiento es aleatoria y para observar una difusión macroscópica, es necesario un gradiente de potencial químico.

La difusión química permite a un sistema evolucionar hacia un estado de equilibrio. Sin embargo, este proceso es inherentemente lento, incluso más que la difusión térmica; por lo tanto, es importante considerar el periodo transitorio previo al estado estacionario.

Según [69], las leyes fundamentales que gobiernan la difusión química macroscópica se derivan del trabajo de Fick, inspiradas en las ecuaciones (4.5) y (4.7) de la conducción térmica de Fourier.

4.3.1 Primera Ley de Fick

La primera ley de Fick expresa que la densidad de flujo J es proporcional al gradiente de concentración:

$$J = -Dx \frac{\partial \varphi}{\partial x} \quad (4.10)$$

donde J es la cantidad de materia fluyendo a través de una unidad de área en una unidad de tiempo $\text{kg} \cdot \text{s}/\text{m}^2$. La constante de proporcionalidad D o coeficiente de difusión es la concentración de volumen en kg/m^3 y x es la distancia en metros. Nótese que φ generalmente se expresa como la concentración por unidad de volumen. El signo negativo en la ecuación (4.10) indica que el flujo ocurre en sentido contrario al gradiente de concentración. Por lo tanto, se infiere que cualquier gradiente de potencial químico tiende a disminuir hasta desaparecer.

La primera ley de Fick es estrictamente válida para difusión en el eje x , en un sistema binario que contiene una fase isotrópica; es decir, a temperatura y presión constantes. La primera ley de Fick es análoga a la ecuación (4.5) donde el flujo de calor es proporcional al gradiente de temperatura. También es equiparable a la Ley de Ohm, donde la corriente es proporcional al diferencial de potencial eléctrico. De manera general, el flujo es equivalente a la fuerza termodinámica de la reacción química.

4.3.2 Segunda Ley de Fick

La segunda Ley de Fick predice cómo la difusión causa cambios en la concentración con respecto al tiempo. Se describe con una ecuación diferencial parcial con la forma:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = D \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} \quad (4.11)$$

donde φ es la concentración en función del desplazamiento y el tiempo $\varphi(x, t)$, D es el coeficiente de difusión y x es la posición.

La ecuación (4.11) es análoga a la segunda ley de Fourier (4.7) y su solución fundamental puede expresarse como:

$$\varphi(x, t) = \frac{1}{\sqrt{4\pi Dt}} e^{\left(\frac{-x^2}{4Dt}\right)} \quad (4.12)$$

A su vez, la segunda Ley de Fick puede derivarse de la primera Ley de Fick (4.10) y de la Ley de conservación de masa en ausencia de reacciones químicas:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x} J = 0 \quad (4.13)$$

sustituyendo (4.10) en (4.13) se obtiene:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial \varphi}{\partial x} \right) = 0 \quad (4.14)$$

para dejarlo en términos de la derivada parcial de la concentración, se iguala la ecuación como:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial \varphi}{\partial x} \right) \quad (4.15)$$

si se considera al coeficiente de difusión D como constante, es posible cambiar el orden de la derivada parcial y multiplicarlo por la constante:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = D \frac{\partial}{\partial x} \frac{\partial \varphi}{\partial x} = D \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} \quad (4.16)$$

obteniendo la ecuación (4.11) la segunda Ley de Fick.

Además de los mecanismos de difusión que modifican las estructuras atómicas del material, es posible diferenciar estas microestructuras en fases; es decir, incidir condiciones específicas de presión, composición química y temperatura para modificar las propiedades del material y alterar su estructura atómica. En la siguiente sección se analizan estas fases en aleaciones metálicas de la industria siderúrgica, con un enfoque en la descripción de las fases microestructurales del acero.

4.4 Fases Microestructurales

Según [70], desde un punto de vista termodinámico, el concepto de fase se relaciona a la estructura de la materia en la escala atómica e involucra arreglos físicos y químicos de los átomos. Una transformación de fase corresponde a un cambio en la estructura atómica. La idea de fase se vuelve intuitiva cuando las propiedades macroscópicas del material cambian.

En un sólido cristalino, la fase se caracteriza por la geometría de un patrón repetitivo de átomos, por su naturaleza química y su posición dentro de la unidad básica. Una característica importante de la fase es el rango de temperaturas en el cual es estable. La composición química exacta de una fase tiende a variar y producir variaciones en la estructura atómica. De acuerdo a [68], en el hierro Fe y los aceros se destacan dos fases microestructurales con propiedades mecánicas y físicas distintas: ferrítica y austenítica.

4.4.1 Fase Ferrítica

Entre 1394 – 1538°C y por debajo de 912°C el acero cuenta con una estructura cristalina centrada en el cuerpo (body centered cubic, *bcc*). En el rango alto de temperatura, la fase es conocida como hierro-delta ($\delta - Fe$) mientras que en el rango de baja temperatura se le designa como hierro-alfa ($\alpha - Fe$). En los aceros, esta fase se denomina ferrita (ferrita delta a altas temperaturas).

La Figura 4.1 muestra la celda unitaria de la estructura atómica *bcc* con átomos de Fe representados por círculos segmentados (izquierda), siendo a cada uno de los lados de la celda unitaria; por otro lado, como esta estructura cuenta con un átomo en el centro de la estructura, en la imagen (derecha) se observa que la diagonal de la celda es de cuatro veces el radio $4r$. En la estructura *bcc* cada átomo tiene ocho vecinos en las aristas a una distancia de $a\sqrt{3}/2$.

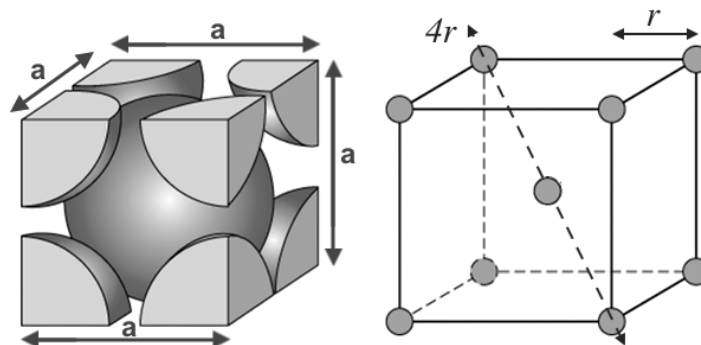


Figura 4.1: Modelo atómico *bcc* [71].

Con base en [72], la fase ferrítica tiene una alta permeabilidad magnética, la cual le permite almacenar campos magnéticos con más fuerza que el hierro. Se producen en forma de polvo, con el cual se pueden producir piezas de gran resistencia y dureza.

4.4.2 Fase Austenítica

Entre 912 – 1394°C el acero tiene una estructura de cristal cúbica centrada en la cara (face-centred cubic, *fcc*). En el acero, esta fase se denomina austenita y en el hierro (Fe), se le conoce como hierro-gamma ($\gamma - Fe$). Si los átomos de acero, con un radio de 0.126nm, son considerados esferas incompresibles duras, la estructura $\gamma - Fe$ tiene la característica que cada átomo de acero se encuentra en contacto con el número máximo de vecinos. De la misma manera que en la estructura bcc, la distancia entre el centro de cada átomo de Fe y sus doce vecinos más cercanos es $a\sqrt{2}/2$, siendo a el lado de la unidad cúbica.

La Figura 4.2 muestra la celda unitaria de la estructura atómica *fcc* con átomos de Fe representados por círculos segmentados (izquierda) y con el centro de cada átomo (derecha). Una estructura *fcc*, por la cantidad de átomos presentes en cada celda unitaria, tiene menor espacio intersticial entre átomos; por lo tanto, se dice que es más compacta que una estructura bcc. Además, los espacios intersticiales en los átomos de Fe pueden aceptar átomos solubles, si y solo sí, su radio r es menor que el espacio intersticial.

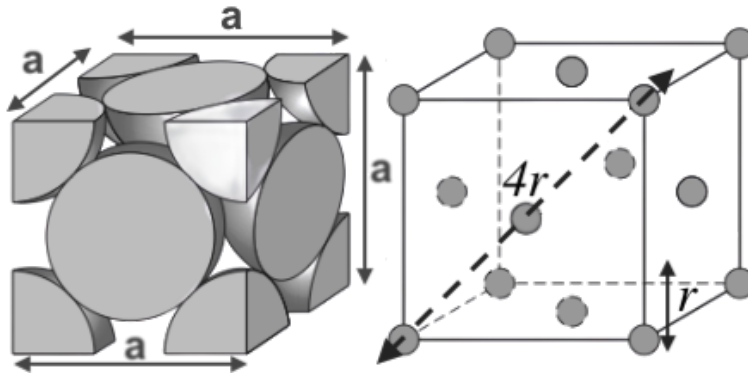


Figura 4.2: Modelo atómico *fcc* [73].

La austenita es blanda, dúctil y de elevada resistencia al desgaste. No es estable a temperatura ambiente excepto en algunos aceros inoxidable. A diferencia de la ferrita, la austenita no es ferromagnética.

El estudio de las fases microestructurales en aleaciones metálicas permite inferir propiedades en aleaciones metálicas cuando son expuestos a distintas temperaturas, presiones y condiciones atmosféricas. De entre las propiedades físicas estudiadas en esta investigación destaca la resistividad de los materiales. En la siguiente sección se revisan los fundamentos y aspecto teóricos de la resistividad eléctrica en materiales sólidos con estructura cristalina como las aleaciones metálicas.

4.5 Fundamentos de la Resistividad Eléctrica

Para comprender las propiedades eléctricas de los sólidos cristalinos es necesario analizar las leyes que rigen el movimiento de electrones y el transporte de cargas en dicho material. De acuerdo a [74, 75], la probabilidad de que un espacio con energía E sea ocupado por un electrón se encuentra dada por la función de distribución Fermi-Dirac $f(E)$ con la forma:

$$f(E) = \frac{1}{1 + e^{\frac{E - E_F}{k_B T}}} \quad (4.17)$$

donde T es la temperatura, $k_B = 1.380\,647 \times 10^{-23}$ J/K es la constante de Boltzmann [76], la cual es un factor de proporcionalidad que describe el promedio relativo de la energía cinética de las partículas en un gas a temperatura termodinámica 0K y E_F se denomina “nivel de Fermi”, el cual determina la cantidad de energía que separa los espacios con ocupación de electrones y los espacios sin electrones. La función de distribución Fermi-Dirac obedece el principio de exclusión de Pauli, el cual menciona que en varios estados con una misma energía E pueden encontrarse no más de dos electrones. Con lo anterior, si se analiza la ecuación (4.17) es posible definir dos casos:

$$f(E) = \begin{cases} 1 & \text{para } E \ll E_F \\ 0 & \text{para } E \gg E_F \end{cases} \quad (4.18)$$

es decir, si la energía E en un espacio es mucho menor que el “nivel de Fermi”, entonces hay una gran probabilidad de que ese espacio contenga un electrón; de la misma manera, si E es mucho menor que E_F , es improbable que ese espacio sea ocupado por un electrón.

De acuerdo a [77], en el caso de las aleaciones metálicas, la energía térmica no es percibida de la misma para todos los electrones libres en la estructura cristalina y es necesario una alta temperatura tal que $k_B T \geq E_F$ para que un electrón ocupe un espacio con energía E . A partir de esta aproximación, es posible considerar a los electrones como partículas libres en un espacio cuando la energía E se aproxima a E_F a una velocidad v_F :

$$v_F = \sqrt{\frac{2E_F}{m}} \quad (4.19)$$

el nivel de Fermi se encuentra relacionado al análisis del por qué los electrones no contribuyen al calor específico de los sólidos a temperaturas ordinarias 20 – 35°C, mientras que su mayor aportación se aprecia en los fenómenos de conductividad térmica y conductividad eléctrica. Es posible aproximar estos fenómenos mediante el modelo microscópico de la Ley de Ohm, el cual se describe en la siguiente sección.

4.6 Modelo Microscópico de la Ley de Ohm

De acuerdo a [78], la ley de Ohm describe la relación entre tres fenómenos físicos: corriente, voltaje y resistencia; para comprender esta relación se definen brevemente estos fenómenos.

La corriente se define como el flujo de electrones de un punto a otro en un periodo de tiempo C/s . Esta propiedad es una propiedad intrínseca del material que sufre el flujo de electrones. Para describir la cantidad de corriente por unidad de área, se hace uso de la densidad de corriente J con la forma:

$$J = \frac{I}{A} \quad (4.20)$$

siendo I la corriente del material y A el área por la cual ocurre el flujo de electrones.

Por otro lado, el voltaje define un diferencial de potencial eléctrico, el cual describe la cantidad de trabajo necesario para mover una carga J/C . Cuando se aplica voltaje a un sistema, se ejerce cierta cantidad de trabajo en el material y se incide en el movimiento de electrones libres (carga eléctrica). La cantidad de voltaje V en el sistema, con respecto a una carga eléctrica puede ser determinada por la forma:

$$V = \frac{kq}{r^2} \quad (4.21)$$

siendo $k = 8.99 \times 10^9 \frac{\text{Nm}^2}{\text{C}^2}$ la constante electrostática, q es la carga de la partícula de referencia y r es la distancia con respecto al punto de carga.

El tercer fenómeno físico es la resistencia R , el cual es la oposición a la carga eléctrica Ω . Es análoga a la fricción o la oposición al movimiento y tiene la forma:

$$R = \frac{\rho L}{A} \quad (4.22)$$

siendo ρ la resistividad del objeto Ωm , L es el largo del material expuesto a la carga eléctrica y A es el área transversal del material. La ρ es una propiedad intrínseca del material y se basa en su estructura atómica.

Con base en [79] la ley de Ohm dicta que, cuando se incide voltaje a un material, se genera cierta cantidad de flujo de electrones en proporción a la carga eléctrica y la resistencia del material con la forma:

$$V = I \cdot R \quad (4.23)$$

Con base en un modelo microscópico de la ecuación (4.23), cuando se incide energía E a un material conductor, el electrón se mueve a una velocidad dada por la ecuación (4.19), pero cuando se le incide un campo eléctrico \vec{E} se le suma una pequeña velocidad de desplazamiento a los electrones libres denominada velocidad de deriva o arrastre v_d , como se muestra en la Figura 4.3.

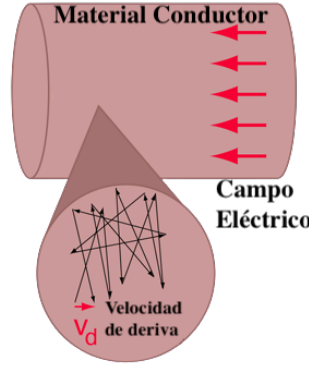


Figura 4.3: Modelo microscópico de Ley de Ohm [80].

Por lo tanto, la densidad de corriente (4.20) puede ser definido en términos de la velocidad de deriva como:

$$\vec{J} = nq\vec{v}_d \quad (4.24)$$

siendo n la densidad de electrones libres; es decir, los electrones con una cantidad de energía E cercana al nivel de Fermi E_F , $q = 1.6 \times 10^{-19} \text{ C}$ es la constante de la carga elemental [81] y v_d es la velocidad de deriva o arrastre.

Es posible escribir la ley de Ohm microscópica o en forma local si se toma la ley de Ohm macroscópica (4.23) en términos de la resistividad del objeto si se sustituye (4.22) en (4.23), obteniendo:

$$V = I \cdot \frac{\rho L}{A} \quad (4.25)$$

se sustituye la corriente eléctrica (4.25) en términos de la densidad de corriente (4.20) y se tiene la forma:

$$V = J \cdot A \frac{\rho L}{A} \quad (4.26)$$

eliminando términos semejantes y reordenando (4.26) en función de la densidad de corriente se tiene que:

$$J = \frac{V}{\rho L} \quad (4.27)$$

con base en [82], el voltaje se puede escribir en función de un campo eléctrico \vec{E} aplicado a lo largo L de un material como:

$$V = \vec{E}L \quad (4.28)$$

sustituyendo (4.28) en (4.27) se obtiene:

$$J = \frac{\vec{E}L}{\rho L} = \frac{\vec{E}}{\rho} \quad (4.29)$$

la ecuación (4.29) se denomina ley de Ohm microscópica o local y es usualmente descrita en términos de la resistividad o de la conductividad, la cual es la inversa de la resistividad $\sigma = 1/\rho$ como:

$$J = \frac{\vec{E}}{\rho} = \sigma E \quad (4.30)$$

el siguiente paso es relacionar la velocidad de deriva con la velocidad del electrón mediante la velocidad de Fermi y se puede expresar en términos del campo eléctrico \vec{E} , la masa del electrón m y el tiempo promedio entre colisiones τ con la forma:

$$v_d = \frac{q\vec{E}}{m}\tau = \frac{q\vec{E}}{m} \cdot \frac{d}{v_F} \quad (4.31)$$

de acuerdo a [80], es posible expresar la conductividad del material en términos de la velocidad de Fermi (4.31) y de la distancia media d donde el electrón puede desplazarse como:

$$\sigma = \frac{nq^2d}{mv_F} \quad (4.32)$$

a partir de la ley microscópica de Ohm (4.30) y la ecuación (4.32) se describen propiedades eléctricas en función de la estructura atómica del material y el comportamiento de los electrones libres excitados por la energía incidente en el sistema.

En materiales óhmicos; es decir, aquellos que su resistencia permanece constante cuando se le incide variaciones en voltaje y corriente, la ley microscópica de Ohm presenta una relación lineal y, a mayor campo eléctrico aplicado, mayor densidad de corriente con la misma dirección y sentido [83].

Por lo tanto, es necesario una comprensión de las propiedades microestructurales y atómicas, así como el tipo de estructura y fases termodinámicas del material, para describir cambios en las propiedades eléctricas bajo condiciones específicas. En las siguientes secciones se describe más a detalle uno de los materiales utilizados para esta investigación: el acero, y se detalla su clasificación de acuerdo a la codificación SAE-AISI en función de su composición química y materiales aleantes.

4.7 Fundamentos del Acero

El desarrollo de materiales con alta resistencia ha sido el principal objetivo de científicos en materiales durante muchas décadas. Con el desarrollo de la industria moderna, existe una demanda creciente de material para su implementación en componentes y estructuras que requieren una alta resistencia al estrés, presión, tensión y dureza [84, 85].

Al acero se le percibe como un material avanzado producto de la aleación de hierro, carbono y otros metales pesados, el cual presenta propiedades y características que cumplen una gran variedad de requisitos. El acero podría implementarse a circunstancias con temperaturas de hasta 650°C y temperatura criogénicas de -196°C, se le pueden aplicar esfuerzos de 100 – 5,000MPa, exponerse a la corrosión de la atmósfera y tener un mínimo deterioro, entre otras propiedades. Los aceros se

han utilizado ampliamente para la construcción, automóviles, rieles, construcción naval, petroquímica, maquinaria y armamento [11]. Sin embargo, el acero no es una sola aleación. Existen más de 3500 distintos grados de acero con distintas capacidades físicas, químicas y térmicas [86]; por lo tanto, realizar una clasificación de estos aceros en función de sus propiedades es necesario. En la siguiente sección se describe la codificación SAE-AISI, la cual clasifica los distintos tipos de acero.

4.8 Clasificación SAE-AISI

Es posible clasificar los aceros por su composición química, propiedades mecánicas, métodos de oxidación o por tratamientos térmicos y sus microestructuras resultantes. Sin embargo, catalogarlos por su composición química es lo más utilizado. La Tabla 4.1 muestra algunos elementos de la codificación SAE-AISI ¹ de cuatro dígitos las cuales designan algunas composiciones químicas estándar de distintos tipos de aceros de acuerdo con sus aleaciones. Los últimos dos dígitos indican el contenido nominal de carbono en el acero. En la tabla se denota como *wt. %* al porcentaje de material en la aleación.

Tabla 4.1: CODIFICACIÓN DE ACEROS AL CARBONO Y ALEACIONES (AISI-SAE).

Serie	Grupo Principal	Subgrupos
1XXX	Aceros al Carbono	10XX: Carbon simple (1.00wt. % C, máx.) 11XX: Resulturados 12XX: Resulturados y refosforizados 13XX: Aceros de Manganeso (1.75wt. % Mn) 15XX: No Resulturados (1.00 – 1.65wt. % Mn, máx.)
2XXX	Aceros al Níquel	23XX: 3.5wt. % Ni 23XX: 5.0wt. % Ni
3XXX	Aceros al Níquel-Cromo	31XX: 1.25wt. % Ni y 0.65 – 0.80wt. % Cr 32XX: 1.75wt. % Ni y 1.07wt. % Cr 33XX: 3.50wt. % Ni y 1.50 – 1.57wt. % Cr 34XX: 3.00wt. % Ni y 0.77wt. % Cr
4XXX	Aceros al Molibdeno	40XX: 0.20 – 0.25wt. % Mo 44XX: 0.40 – 0.52wt. % Mo
6XXX	Aceros al Cromo-Vanadio	61XX: 0.6 – 0.95wt. % Cr y 0.10 – 0.15wt. % V
7XXX	Aceros al Cromo-Tungsteno	72XX: 1.75wt. % W y 0.75wt. % Cr
9XXX	Aceros al Silicio-Manganeso	92XX: 1.40 – 2.00wt. % Si, 0.65 – 0.85wt. % Mn y 0.65wt. % Cr

En esta investigación se centra en el estudio de aceros al carbono simples, debido a la importancia en la industria automotriz y siderúrgica en mejorar sus tratamientos térmicos para sus productos finales.

¹Para obtener información completa sobre la codificación SAE-AISI, consulte [66].

Por lo tanto, la siguiente sección se enfoca en el análisis de este tipo de aceros.

4.9 Aceros al Carbono

Los aceros al carbono se componen principalmente por hierro Fe y carbón C, con pequeñas cantidades de manganeso (Mn). Se requiere un tratamiento térmico específico y pequeñas variaciones en su composición para alterar las propiedades físicas y mecánicas del acero. Un solo elemento no determina las características del acero, sino de los efectos combinados de los elementos en la aleación pueden afectar: dureza, maquinabilidad, resistencia a la corrosión, tensión, ductilidad, entre otros. Por otro lado, el carbón es el principal elemento que le otorga dureza y resistencia al acero; sin embargo, disminuye la soldabilidad y ductilidad de la aleación.

En consecuencia, la clasificación de los aceros al carbono se dividen en tres grandes grupos de acuerdo a la concentración de carbono:

- Aceros bajo carbono: también denominados aceros suaves, contienen hasta un $0.30wt. \%$ de carbono. Son caracterizados por su baja tensión de rotura y su alta ductilidad. No se pueden endurecer mediante un tratamiento térmico, excepto por procesos de endurecimiento superficial.
- Aceros medio carbono: contienen entre $0.31wt. \%$ y $0.55wt. \%$ de carbono. Proveen un balance entre dureza y ductilidad. Se endurecen mediante tratamientos térmicos, pero su resistencia se limita a las secciones más superficiales del material.
- Aceros de alto carbono: tienen entre $0.56wt. \%$ y $1.00wt. \%$ de carbono. Son adecuados para fabricar piezas resistentes al desgaste, ya que tienen una alta dureza y resistencia.

4.10 Diagrama de Fase Hierro-Carbono

El carbono es un elemento fundamental en los procesos de fabricación de Fe y acero, debido a su uso como reductor durante la extracción estos minerales. Por esta razón, el carbono tiene un papel predominante en la siderurgia. A pesar de que otros elementos aleantes pueden agregarse para producir aceros con fines específicos, la estructura del acero está determinada por el contenido de carbono, el tipo de elementos aleantes y por la velocidad de enfriamiento cuando se encuentra en estado de fundición.

Por lo anterior, un estudio del sistema hierro-carbono Fe–C es necesario para comprender cómo la microestructura va cambiando con respecto a la temperatura y la cantidad de carbono presente en el acero de estudio.

La [Figura 4.4](#) muestra el diagrama de fase hierro-carbono Fe–C, el cual puede caracterizarse y validarse con pruebas de difracción de rayos X, análisis microestructural y técnicas de dilatometría. En la práctica, el diagrama de fase hierro-carbono es un gráfico que representa las fases que existen en equilibrio termodinámico en función de la temperatura y la fracción de masa del carbono total en el hierro.

A partir de este diagrama se puede inferir algunas características en la clasificación del hierro y el acero:

- Los aceros son aleaciones de hierro con un contenido de carbono ($wt. \%C$) menor a 2.11 y presentan fase austenítica estable cuando se le expone a altas temperaturas.
- Se le considera hierro fundido a la aleación entre $2.11 - 4.30wt. \% C$ por la generación de una metafase de austenita en estado líquido.
- A un acero con $0.77wt. \% C$ se le denomina eutectoide. Este tipo de aceros contienen una mezcla idealmente homogénea de $\alpha - Fe$ y cementita formando un crecimiento de placas delgadas o laminillas conocidas como perlita.

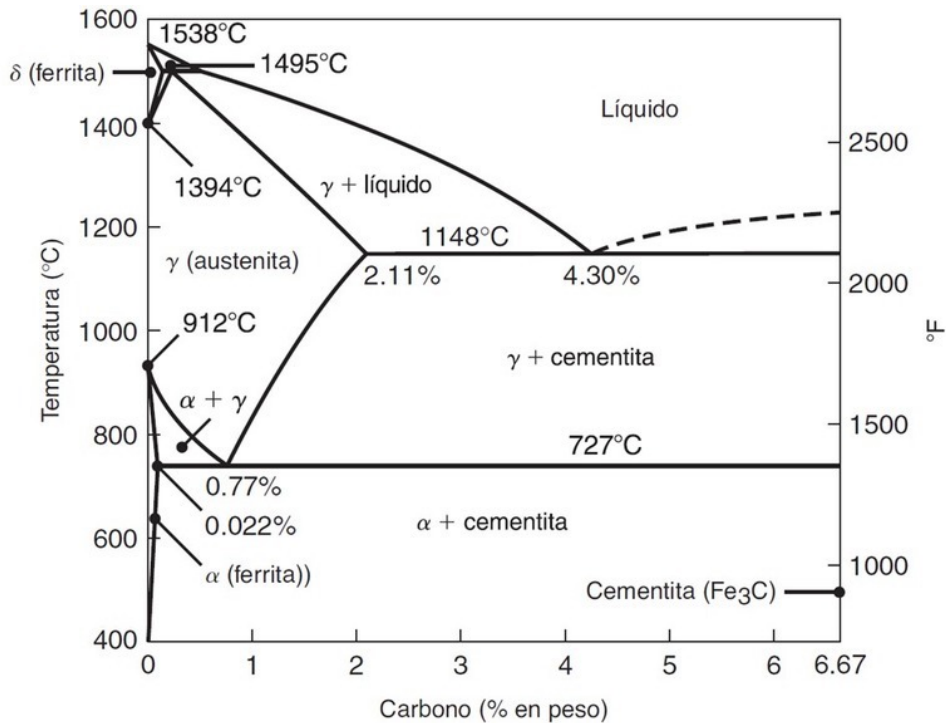


Figura 4.4: Diagrama de fase hierro-carbono [87].

- Los aceros hipoeutectoides son aquellos con $< 0.77wt. \% C$, su estructura consiste en pequeñas cantidades de perlita con un exceso de $\alpha - Fe$. Esta estructura los hace suaves y más dúctiles que los aceros eutectoides.
- Un acero $> 0.77wt. \% C$ se le denomina hipereutectoide, tienen las propiedades de ser más duros, frágiles y menos dúctiles que los aceros eutectoides.
- En aleaciones hierro-carbono $> 2.11wt. \% C$, el hierro fundido llega a su punto de fusión con temperaturas mayores a los $1150^\circ C$.
- El punto eutéctico en el diagrama se encuentra en aleaciones con $4.3wt. \% C$. En esta composición, cuando la aleación solidifica se forma una mezcla de austenita con $1.7wt. \% C$ en solución sólida y cementita. A esta estructura metaestable; es decir, con varios estados de equilibrio, se le conoce como ledeburita y posee una alta dureza y gran fragilidad.

En el proceso de fabricación del hierro Fe existen elementos aleantes (oxígeno O_2 , silicio Si, fósforo P, manganeso Mn, entre otros) y es necesario analizar los efectos de cada elemento en la generación de fases microestructurales. Por consiguiente, es importante considerar que el diagrama hierro-carbono solo aplica a aleaciones que contienen hierro y carbono.

4.11 Fundamentos de la Decarburización

La creciente competencia en las industrias manufactureras ha puesto un mayor interés en los fenómenos y mecanismos de reacción en los procesos térmicos de aleaciones metálicas hierro-carbono, ya que determinan las propiedades y características del producto final.

La decarburización es un proceso cinético que ocurre cuando átomos de carbono en la superficie de una aleación (típicamente acero) interactúan con la atmósfera del horno y son removidos del material

[88]. El carbono del interior tiende a difundirse hacia la superficie, moviéndose de una concentración alta a una baja de acuerdo a la segunda ley de Fick (4.11).

La difusión del carbono se vuelve prominente a temperaturas elevadas, como las presentes en los tratamientos térmicos que se producen en la fase austenítica. Los efectos nocivos de la decarburización no solo se limitan a una disminución de la resistencia a la tracción, sino que también se ha documentado que aumentan: la deformación cortante debajo de la superficie, la tasa de crecimiento de grietas y la tasa de desgaste; en contraste, disminuyen la resistencia a la fatiga [89]. En un acero al carbono simple sometido a un tratamiento térmico por debajo de 910°C, el contenido de carbono disminuye en la superficie hasta que se forma una capa de ferrita y continúa formándose a expensas de la austenita. Esta capa de ferrita actúa como una barrera para la decarburización adicional debido a la baja solubilidad del carbono en la ferrita.

Por consiguiente, se puede suponer que por debajo de la temperatura eutectoide (727°C) donde la austenita ya no está presente, habría una disminución significativa en la decarburización debido a una capa de ferrita y la falta de austenita soluble en carbono relativamente alta. La fase austenítica se considera extremadamente propensa a la decarburización.

4.11.1 Mecanismos de Reacción en la Decarburización

La decarburización se puede evitar si se elige la atmósfera correcta, aunque el tiempo y la temperatura son las dos variables más importantes. Es usual someter al acero a un tratamiento térmico en ambientes oxidantes a altas temperaturas (> 910°C). Inicialmente, la aleación metálica reaccionará con el oxígeno (O₂) mediante la relación:



donde M es la aleación metálica, en este caso Fe. El producto MO es un sólido compuesto de óxido de hierro (FeO). A su vez, el oxígeno (O₂) interactúa con el carbono para formar CO y se dispersa en la atmósfera una vez que ocurre la reacción. El resultado es una capa superficial de cascarilla con FeO sin carbono. La decarburización comienza a ocurrir cuando la tasa de consumo de carbono con el oxígeno excede el crecimiento de la cascarilla. Se empieza a extraer carbono adicional desde profundidades más interiores. La capa de FeO que se forma contribuye a la decarburización con la forma:



donde C se encuentra soluble en el acero. Generalmente, la cascarilla va cambiando su composición química cuando aumenta la tasa de oxidación resultando en compuestos como Fe₃O₄ o Fe₂O₃.

Debido a que el CO debe difundirse a través de la superficie, se asume que a medida que la capa oxidante aumenta la decarburización disminuye debido al aumento en la longitud de la cascarilla sin carbono. Incluso en presencia de una atmósfera con alto contenido de O₂ donde la fuente es abundante, la llegada de oxígeno es limitada. Sin embargo, si disminuyendo la concentración atmosférica de O₂ detiene el crecimiento de la cascarilla de óxido, la decarburización podría incrementarse a pesar de tener menos O₂ disponible.

No obstante, el análisis teórico de aleaciones que sufren más de una fase termodinámica durante su tratamiento térmico implica la homogenización de materiales con características microestructurales heterogéneas [90]. Como resultado, el análisis cuantitativo requiere una validación experimental con el estudio de las microestructuras generadas. Por lo tanto, es recomendable realizar un proceso metalográfico en el material de interés.

4.12 Metodología Metalográfica

Las propiedades del hierro y el acero están relacionadas a la composición química, calentamiento térmico y la microestructura del material. La metalografía se encarga del estudio de la microestructura y determina la estructura química, atómica y la distribución espacial de los constituyentes [91]. El análisis de la microestructura de los materiales permite conocer si el material fue procesado correctamente.

De acuerdo a [92], se sigue una metodología secuencial para la preparación de especímenes metalográficos, esta consiste en las etapas de: *i*) documentación, *ii*) sección y corte, *iii*) montaje, *iv*) desbaste plano, *v*) pulido en bruto, *vi*) pulido final, *vii*) grabado o ataque químico y *viii*) análisis metalográfico, las cuales se describen en las siguientes secciones.

4.12.1 Documentación

Al documentar adecuadamente la condición inicial de la muestra y el análisis microestructural en curso, la metalografía proporciona un control de calidad poderoso, así como una herramienta de investigación invaluable. La documentación tiene como objetivo anticipar resultados en el estudio de las fases térmicas, con base en investigaciones previas, a las cuales se someten los especímenes.

4.12.2 Sección y Corte

Según [92], la mayoría de las muestras metalográficas deben seccionarse en el área de interés y para facilitar su manipulación. Dependiendo del material, la operación de corte se puede obtener mediante corte abrasivo (metales y aleaciones), corte de obleas de diamante (cerámica, componentes electrónicos, biomateriales, minerales) o corte fino con un micrótopo (plásticos). Se requiere un corte adecuado para minimizar el daño que puede alterar la microestructura y producir una incorrecta caracterización metalográfica. El corte adecuado requiere la selección correcta del tipo, la unión y el tamaño del abrasivo; así como la velocidad de corte, la carga y el refrigerante adecuados.

En la Figura 4.5a se observa una máquina *Labotom-5*, la cual se especializa en el corte de aleaciones metálicas para pruebas de laboratorio y producción industrial. Además de contar con un equipo de corte especializado, es necesario seleccionar el tipo de abrasivo de acuerdo al material a seccionar. La Tabla 4.2 muestra los tipos de abrasivos más utilizados para corte metalográfico.

Tabla 4.2: TABLA DE SELECCIÓN DE CUCHILLAS ABRASIVAS.

Material (aleaciones)	Clasificación	Abrasivo/Enlace
Aluminio, Zinc, Latón	Suave no-ferroso	SiC / Resina
Aleación con tratamiento térmico	Duro no-ferroso	Alumina / Resina
Aceros < 0.45wt. % C	Suave ferroso	Alumina / Resina
Aceros > 0.45wt. % C	Duro ferroso	Alumina / Resina
Aleación de alto rendimiento	Aleación alto contenido Ni-Cr	SiC / Resina

4.12.3 Montaje

El montaje del espécimen metalográfico se realiza encapsulando la muestra en un compuesto de montaje por compresión, ya sea con termoendurecibles fenólicos, epóxicos o con termoplásticos y acrílicos. La mezcla se vierte en moldes con resina acrílica, epóxica o poliéster a temperatura ambiente y se adhiere con pegamento termoplástico. Realizar un montaje sobre el espécimen a estudiar tiene tres funciones fundamentales:

- Proteger el borde de la muestra y mantiene la integridad de las características de la superficie de un material.
- Llenar los huecos en materiales porosos.
- Mejorar el manejo de muestras con forma irregular.

Para metales, el montaje por compresión es ampliamente utilizado y utiliza materiales como: compuestos fenólicos, resinas epóxicas, entre otros. En la [Figura 4.5b](#) se muestra el montaje de especímenes de acero en resina epóxica amarilla. Una vez montado el espécimen es necesario desgastar la superficie de interés para su subsecuente revelado metalográfico. Para este desgaste, se realiza un desbaste.



(a) Máquina de corte *Labotom-5* [93].



(b) Montaje de especímenes en resina epóxica [94].

Figura 4.5: Corte y montaje de especímenes metalográficos.

4.12.4 Desbaste Plano

Este paso es un requisito para aplanar el espécimen y reducir el daño producido por el corte. El desbaste plano se logra disminuyendo el tamaño de partícula/arena abrasiva secuencialmente hasta obtener acabados superficiales que estén listos para pulir.

La [Figura 4.6a](#) muestra el abrasivo más utilizado para especímenes metálicos y polímeros: el carburo de silicio (SiC). Este material es duro y se mantiene afilado durante el desbaste. Según [92], los abrasivos de SiC se enlistan de acuerdo al tamaño de partícula como se muestra en la [Tabla 4.3](#).

Para una preparación manual, con el fin de asegurar que se elimine el daño de la partícula abrasiva anterior, la muestra debe rotarse 90 grados y rectificarse continuamente hasta eliminar todas las marcas del desbaste anterior. Si es necesario, el papel abrasivo se puede reemplazar por un papel más nuevo para aumentar la velocidad de desbaste. En esta preparación, cuando se hace uso de SiC con un estándar de 60 – 220 en el tamaño de partícula se le denomina desbaste grueso; si el desbaste se realiza con un tamaño de $P240 - P4000$ se conoce como desbaste fino.

Tabla 4.3: ESTÁNDAR DE TAMAÑO DE PARTÍCULA DE SiC.

Grado-P	Tamaño de partícula	Diámetro medio (μm)
60	60	250
80	80	180
100	100	150
120	120	106
150	150	90
180	180	75
220	220	63
P240	240	58.5
P320	280	46.2
P360	320	40.5
P500	360	30.2
P600	400	25.75
P1000	500	18.3
P1200	600	15.3
P2400	800	6.5
P4000	1200	2.5

4.12.5 Pulido en Bruto

Su objetivo es eliminar el daño producido durante el cortado y el desbaste plano. Un pulido en bruto adecuado mantendrá la muestra plana y retendrá todas las inclusiones o fases microestructurales del espécimen. El pulido se logra con abrasivos de diamante que van de $9 - 1\mu\text{m}$. El diamante policristalino produce altas tasas de corte con un mínimo de daño superficial debido a sus múltiples y pequeños bordes cortantes.

4.12.6 Pulido Final

El propósito del pulido final es eliminar el daño superficial generado por los procesos anteriores. Para especímenes metálicos, se recomienda el uso de almohadillas de pulido con un abrasivo de alúmina coloidal. Los tiempos de pulido deben ser inferiores a 30s.

4.12.7 Grabado o Ataque Químico

Este procedimiento mejora ópticamente las características microestructurales, como el tamaño de grano y las características de fase. El grabado altera selectivamente estas características microestructurales en función de la composición, tensión o estructura cristalina. Generalmente consiste en una mezcla de ácidos o bases con agentes oxidantes o reductores. Algunos de los grabados/ataques químicos más utilizados se muestran en la [Tabla 4.4²](#).

En la [Figura 4.6b](#) se observa a un espécimen montado en resina de color negro sumergida en un baño de Nital, la cantidad de inmersión depende del contraste que se desea en las microestructuras de interés.

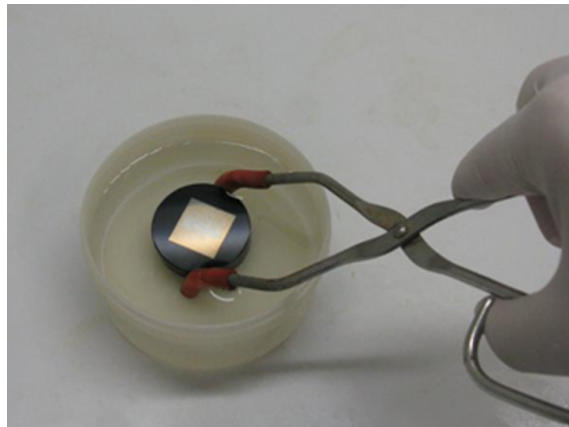
²Para más información sobre otros ataques químicos y especímenes, consulte [\[92\]](#)

Tabla 4.4: GRABADO/ATAQUES QUÍMICOS RECURRENTES.

Grabado químico	Ingredientes	Aplicación	Condiciones
Grabado Keller	190mL agua destilada 5mL ácido Nítrico 3mL ácido Clorhídrico 2mL ácido Fluorhídrico	Aleaciones de aluminio	10 – 30s inmersión. Solo utilizar un grabado químico fresco
Nital	100mL Etanol 1 – 10mL ácido Nítrico	Aceros al carbono y estaño	De segundos a un minuto de inmersión
Reactante Lepito	50mL ácido Acético 50mL ácido Nítrico	Aceros a alta temperatura	Utilizar en torundas
Reactante Marble	50mL agua destilada 50mL ácido Clorhídrico 10g sulfato de Cobre	Aceros inoxidable	Inmersión o grabado con torundas por unos segundos



(a) Plantilla de abrasivo SiC [95].



(b) Grabado/ataque químico de Nital [96].

Figura 4.6: Desbaste y ataque químico de especímenes metalográficos.

4.12.8 Análisis Metalográfico

El estudio de las microestructuras en el material provee información sobre la estructura del constituyente, tamaño de grano, estructura de solidificación, entre otros. La iluminación de campo brillante (*Bright Field*, BF) es la técnica más recurrente para el análisis metalográfico. El dispositivo emite una luz a través de un objetivo, la refleja en la superficie del espécimen montado y regresa al objetivo para ser captado por un lente o una cámara. Este tipo de iluminación produce un fondo brillante para superficies planas; mientras que para superficies irregulares genera un fondo más oscuro, ya que la luz se refleja de manera angular.

Una correcta preparación de los especímenes para su posterior análisis microestructural elimina cualquier anomalía en la caracterización de materiales inducida por el equipo utilizado para su procedimiento. En general, es posible minimizar el daño en etapas tempranas de la preparación microestructural eligiendo los parámetros correctos de material abrasivo, corte y pulido para garantizar un análisis representativo de la microestructura en cualquier material de estudio.

4.13 Conclusión del Capítulo

El análisis de las propiedades mecánicas, físicas, químicas y eléctricas de los materiales utilizados en las reacciones sólido-gas permite conocer los fenómenos que rigen al sistema. El estudio de las propiedades físicas como la densidad, el estrés, la presión, entre otros permiten cuantificar las limitaciones intrínsecas de los materiales. Por otro lado, los mecanismos termodinámicos como la difusión térmica, la convección y la radiación ponderan la transferencia de calor con base en el estado físico de los materiales involucrados. A su vez, las propiedades eléctricas permiten el análisis atómico de la estructura del material. Asimismo, los fenómenos de difusión química determinados por las leyes de Fick rigen el estado de equilibrio de distintos elementos expuestos al mismo sistema. Estas propiedades, en conjunto con el análisis de fases microestructurales de las aleaciones utilizadas en la metalurgia y en la siderurgia, permiten utilizar técnicas de identificación de sistemas y estadística inferencial para modelar el fenómeno de la decarburización y correlacionarlo con otras características presentes durante el proceso.

CAPÍTULO 5

DESARROLLO DEL SISTEMA EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe el procedimiento experimental implementado para estudiar la correlación de las propiedades eléctricas de un material y la profundidad de capa decarburizada. Se detalla la metodología utilizada para la caracterización eléctrica de los especímenes de acero, las curvas de calentamiento para llevar a cabo reacciones sólido-gas y las técnicas metalográficas para medir la profundidad de capa decarburizada en especímenes de acero AISI-1045. Por otro lado, se explica el sistema embebido implementado en la caracterización eléctrica de los especímenes para garantizar una repetitividad experimental y la sincronía en las mediciones.

Sin embargo, en esta metodología experimental se realizaron mediciones sobre ocho especímenes de acero AISI-1045 debido a las regulaciones implementadas por el estado de emergencia sanitaria de COVID-19, las cuales restringieron el acceso a los laboratorios de reacciones sólido-gas y análisis metalográfico; además, limitaron la obtención y maquilado de especímenes de acero AISI-1045 para generar más experimentaciones y curvas de calentamiento.

5.1 Metodología Experimental

Es importante recordar que el objetivo principal del trabajo de investigación es estudiar la posible relación entre las propiedades eléctricas del material y los efectos de la decarburización, a través de datos experimentales como voltaje y corriente. Para esto, se ha propuesto el proceso que se muestra en la [Figura 5.1](#), el cual está dividido en cuatro fases: *i*) primera caracterización eléctrica, *ii*) reacción sólido-gas, *iii*) segunda caracterización eléctrica y *iv*) análisis metalográfico.

En la fase *i*) denominada primera caracterización eléctrica, se realizan mediciones de voltaje y corriente sobre un espécimen de acero para estimar su resistencia eléctrica en las condiciones iniciales. Después, en la fase *ii*) la pieza de acero se expone a un tratamiento térmico, con una curva de calentamiento definida, para generar una capa descarburada en la probeta de acero. Con lo anterior, la fase *iii*) realiza una segunda caracterización eléctrica para estimar la nueva resistencia del material debido al cierto grado de decarburización. Finalmente, en la fase *iv*) se realiza un revelado óptico metalográfico con la metodología descrita en la [Sección 4.12](#), para medir la profundidad de la capa decarburizada. A

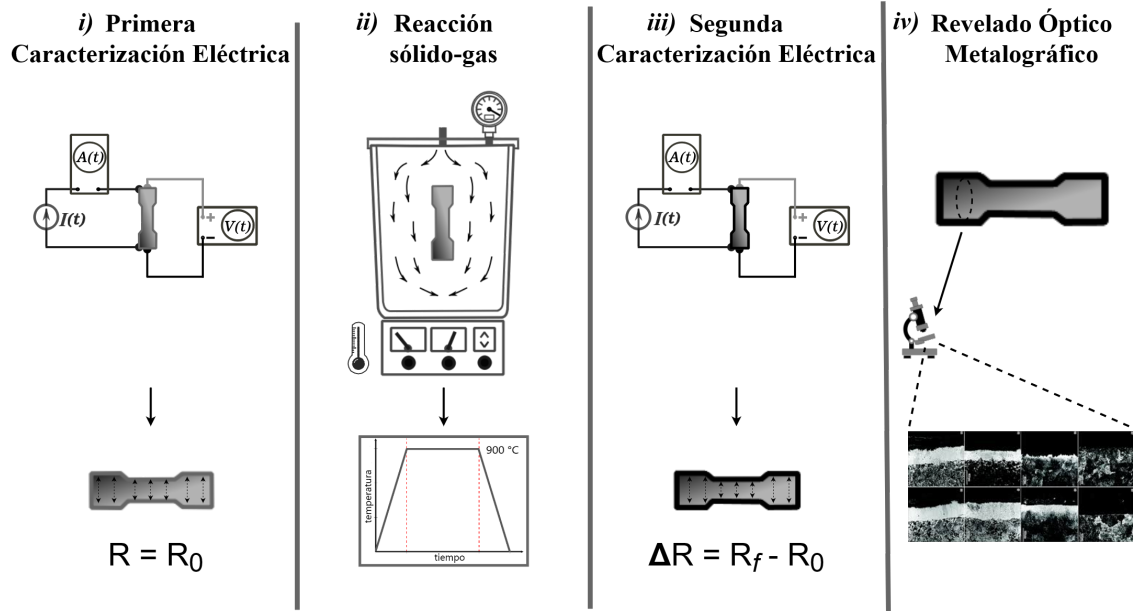


Figura 5.1: Diagrama de experimentación.

continuación, se describen las características de los especímenes utilizados y se detallan las dimensiones de su geometría.

5.2 Características de los Especímenes de Acero

Para el trabajo de investigación, se utilizaron especímenes maquinados obtenidos de una pieza de acero AISI-1045. La Figura 5.2 muestra la geometría de los especímenes y sus dimensiones: los extremos de la pieza (dz_1) tienen un radio mayor que la parte central (dz_3) para una correcta sujeción con el armazón del sistema experimental.

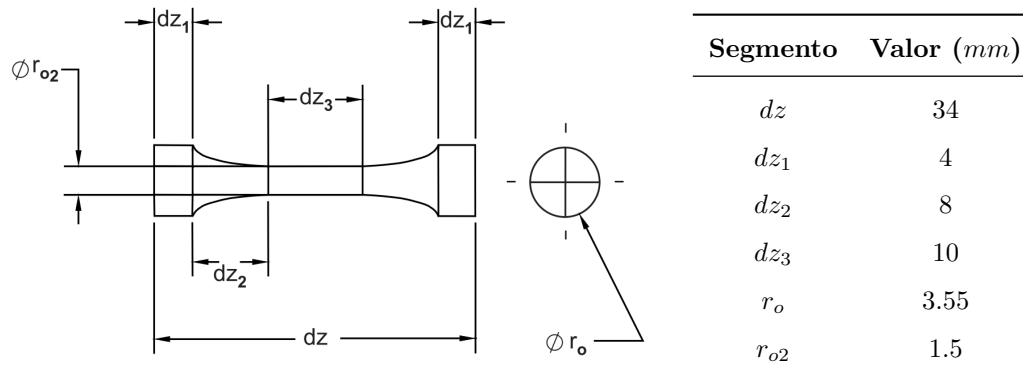


Figura 5.2: Geometría y mediciones de los especímenes de acero.

En la siguiente sección se describe la primera etapa de la metodología experimental denominada primera caracterización eléctrica, en la cual se detalla el método de medición sobre los especímenes de acero, se establece el modelo del sistema experimental y los componentes utilizados para su implementación.

5.3 Primera Caracterización Eléctrica

La caracterización eléctrica tiene la finalidad de realizar mediciones experimentales de voltaje y corriente sobre el espécimen de acero, al cual se le inyecta una corriente definida. Con los datos experimentales de voltaje y corriente es posible estimar una resistencia eléctrica de la probeta de acero. Para esto, se utilizó un sistema de caracterización basado en el efecto Joule, el cual es un fenómeno físico producido por la circulación de corriente a través de un conductor, donde parte de la energía eléctrica se transforma en energía térmica, elevando la temperatura del material conductor [97].

Sin embargo, en esta investigación no se realizó un tratamiento térmico por efecto Joule, ya que los valores de corriente inyectados para realizar la caracterización eléctrica no elevan la temperatura de los especímenes para llevar a cabo transformaciones en su microestructura. Por otra parte, uno de los métodos más utilizados en la medición de resistividad en los materiales es la técnica de cuatro puntos [98], la cual se describe y se implementa en el sistema de caracterización eléctrica

5.3.1 Método de Cuatro Puntos

Este método de medición suele utilizarse para medir la resistividad de muestras de un material en estudio, normalmente es utilizado en semiconductores y materiales óhmicos [99]. Para la medición se hace circular corriente en un área específica mediante dos electrodos mientras se mide el voltaje utilizando otros dos puntos de medición.

En la [Figura 5.3](#) se observa el diagrama general de esta técnica de medición. En la imagen se observa un espécimen semicircular al cual se le colocan cuatro electrodos o puntos de medición: a través de los electrodos externos (*a* y *d*) circula la corriente total que sufre el material de estudio, mientras que los puntos de medición internos (*c* y *b*) se obtiene información experimental del voltaje en el espécimen.

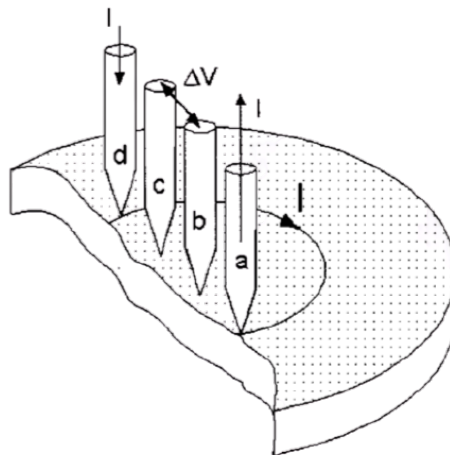


Figura 5.3: Diagrama general de métodos de cuatro puntos [100].

Esta técnica de medición cuenta con la característica de que, si el sistema sufre alguna variabi-

alidad debido al proceso, los cuatro electrodos sufren el mismo impacto de este ruido en los datos experimentales, facilitando su análisis e interpretación.

Para encontrar la resistividad de un material en función de los parámetros eléctricos de voltaje V y corriente eléctrica I tiene la forma:

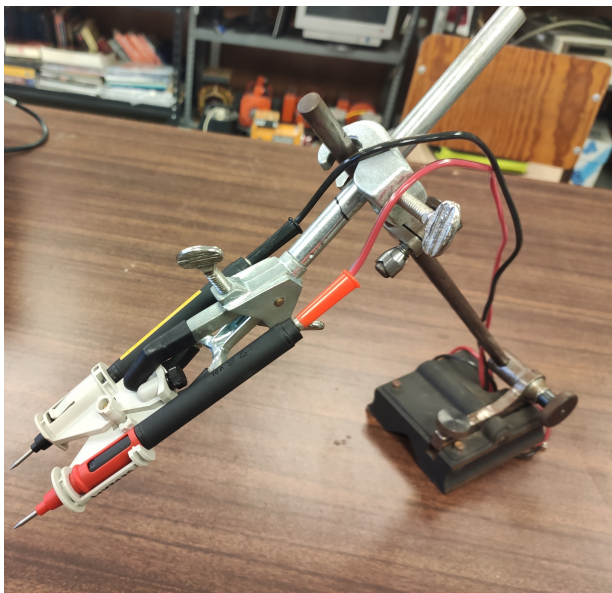
$$\rho = \frac{2\pi s V}{F I} \quad (5.1)$$

siendo s la distancia entre los electrodos interiores, F el factor de corrección que depende de las propiedades del espécimen, I la corriente y V el voltaje experimental obtenido de los puntos de medición. Si el tamaño de la muestra es $n \in \mathbb{N}$ veces mayor que s , F es igual a 1; por otro lado, si s es mayor que el radio del espécimen; F es mayor que 1.

En [101] se abordan las consideraciones realizadas en especímenes de prueba con respecto a su forma, tamaño y distribución de la muestra para determinar un valor en el factor de corrección F . Si consideramos una prueba mucho más grande que la distancia de separación s , (5.1) puede re-escribirse con la forma:

$$\rho = \frac{2\pi s V}{I} \quad (5.2)$$

Es importante destacar que el proceso de montaje en las pruebas experimentales tiene varias etapas: insertar el espécimen de acero en el sistema, correr la prueba experimental y retirar la probeta para montar el siguiente espécimen. Sin embargo, este montaje manual de las probetas puede provocar un sesgo en el estimador; por ende, para garantizar una medición de voltaje reproducible en cada una de las pruebas es necesario mantener una posición constante sobre el espécimen de acero. En la Figura 5.4 se muestra el montaje de las puntas de medición de voltaje donde se utilizó un sujetador para mantener una posición fija durante la experimentación.



(a) Mecanismo fijo de medición.



(b) Medición en el espécimen de acero.

Figura 5.4: Medición de voltaje en sistema de caracterización eléctrica.

Una vez establecido un sistema de sujeción que permita una distancia de medición constante entre las terminales de voltaje, es posible calcular el valor de resistencia teórica de los especímenes acero AISI-1045 con la geometría definida en la Sección 5.2. Con base en [102], la resistividad o resistencia

eléctrica de un material se define como (5.3):

$$R = \Phi \frac{L_s}{A_s} \quad (5.3)$$

en un trabajo previo a esta investigación [103], se calculó la resistencia eléctrica manteniendo un radio constante en el espécimen, a partir de la implementación del método de cuatro puntos en la investigación se tiene un largo de:

$$L_s = 13\text{mm} \quad (5.4)$$

con un área superficial entre los puntos de medición de:

$$A_s = 7.0215 \text{ mm}^2 \quad (5.5)$$

con lo anterior, y considerando la resistividad para un acero 1045 [104]:

$$\Phi = 1.62 \mu\Omega/\text{mm} \quad (5.6)$$

sustituyendo las ecuaciones (5.4) a (5.6) en (5.3) se obtiene la resistencia teórica de la probeta:

$$R \approx 300\mu\Omega \quad (5.7)$$

A partir del valor teórico de la resistividad de los especímenes de acero, se plantea entonces que el sistema de caracterización eléctrica debe ser capaz para estimar este parámetro eléctrica mediante datos experimentales. En la siguiente sección se plantea el modelo a partir de la identificación del sistema de caracterización eléctrica y se definen los componentes físicos que lo integran.

5.3.2 Modelación del Sistema de Caracterización Eléctrica

En base a la identificación de sistemas y al conocimiento previo que se tiene sobre las propiedades eléctricas del acero, es posible proponer un modelo eléctrico para el sistema de caracterización eléctrica. En la Figura 5.5a se muestra el modelo eléctrico; en este caso, se plantea que la probeta de acero sea representada por su resistencia eléctrica $R(t)$ equivalente, misma que sufrirá modificaciones como resultado de la decarburización. Por otro lado, la Figura 5.5b muestra el sistema simplificado del modelo eléctrico propuesto. Se plantea entonces que es posible estimar el valor de la resistencia del espécimen de acero $R(t)$, utilizando técnicas de identificación de sistemas, si se conoce la corriente eléctrica de entrada $I(t)$ al sistema y se mide el voltaje a la salida $v_{R(t)}$ en el espécimen de acero.

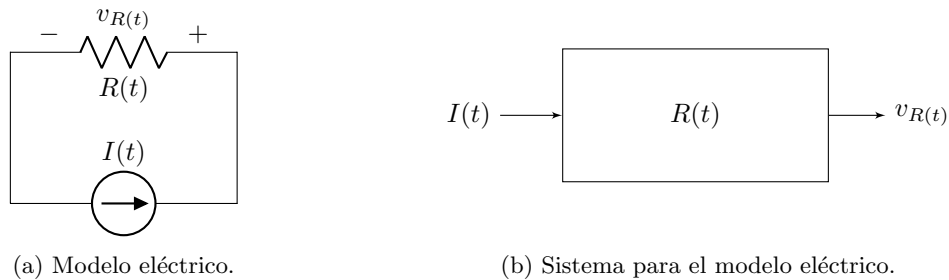


Figura 5.5: Representación del modelo de caracterización eléctrica.

Para realizar una identificación estática de la respuesta del sistema, se requiere un control de la corriente inyectada al sistema. La Figura 5.6 muestra el diagrama de la caracterización eléctrica, donde a los especímenes de acero se les inyecta corriente eléctrica mediante una fuente de alimentación y se capturan datos experimentales a través de sensores de corriente y voltaje.

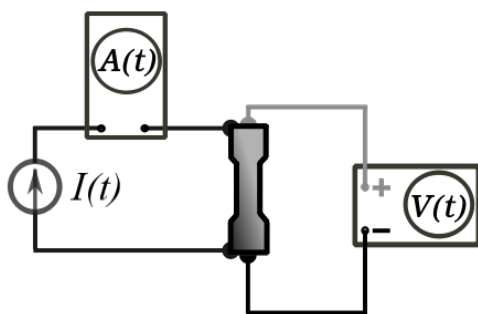


Figura 5.6: Diagrama de caracterización eléctrica.

La fuente de alimentación utilizada se muestra en la [Figura 5.7](#). Esta fuente suministra voltaje variable de $0 - 7.5V$ y/o corriente variable de $0 - 300A$ a la salida, con $2800W$ de potencia a una velocidad aproximada de $6A/ms$. El monitoreo remoto de la salida de voltaje y corriente se muestra simultáneamente en su display frontal. Los valores de voltaje y corriente se pueden programar a través de señales analógicas. Según [\[105\]](#), esta fuente está diseñada para uso continuo en aplicaciones computacionales, controles magnéticos o calentamiento de materiales.



Figura 5.7: Fuente de alimentación Sorensen XFR 7.5-300 DC [\[106\]](#).

Para medir la corriente del sistema se incorpora un sensor por efecto Hall, como se muestra en la [Figura 5.8](#). De acuerdo a [\[107\]](#), el sensor cuenta con un rango de $0 - 400A$, generando una señal lineal de corriente de $4 - 20mA$. Este sensor es ideal para el sistema de caracterización eléctrica, ya que realiza la medición de la corriente med



Figura 5.8: Sensor de corriente DTC400-42-24-s [\[107\]](#).

Por otro lado, la [Figura 5.9](#) representa el amplificador operacional de instrumentación INA128 con el cual se hace la medición de voltaje. Según [\[108\]](#), este amplificador cuenta con con una alta impedancia de entrada y alto rechazo al modo común (*Common Mode Rejection Ratio, CMRR*), logrando minimizar el error en los datos.

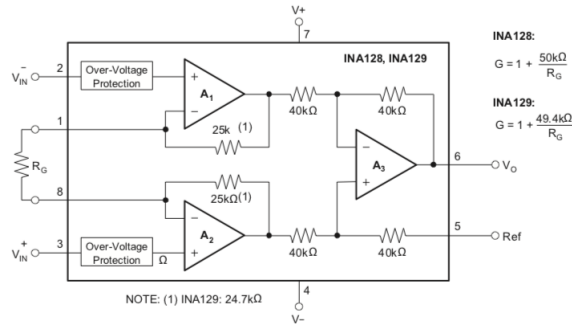


Figura 5.9: Esquema simplificado INA128/INA129 [108].

Una vez descrito el sistema de caracterización eléctrica, es necesario utilizar una ecuación que estime el valor de resistividad de los especímenes de acero a partir de los datos experimentales de voltaje y corriente del sistema; para esto, se implementa un estimador de propiedades eléctricas.

5.3.3 Estimador de Propiedades Eléctricas

Para el sistema propuesto se considera que tanto la corriente como el voltaje medidos pueden ser afectados por ruido en el proceso y los instrumentos de medición; por lo tanto, existe un error en la variable de salida $y(t)$. Para minimizar este error y obtener un valor puntual aproximado, se usa un estimador del valor de la resistencia del material conductor por el método de mínimos cuadrados ordinarios.

El método de mínimos cuadrados utiliza la función costo (5.9), para minimizar la diferencia entre el valor medido en el sistema $y(t)$ y el valor estimado $\hat{y}(t)$. Siendo el voltaje estimado $\hat{y}(t)$ el producto de la resistencia R y la corriente medida $u(t)$ con la forma:

$$\hat{y}(t) = Ru(t) \quad (5.8)$$

Para minimizar la diferencia entre los valores estimados y medidos, se propone el parámetro θ , que en este caso depende del valor de R :

$$V_N(\theta) = \frac{1}{N} \sum_{t=1}^N [y(t) - \hat{y}(t|\theta)]^2 \quad (5.9)$$

sustituyendo (5.8) en (5.9) resulta:

$$V_N(R) = \frac{1}{N} \sum_{t=1}^N [y(t) - Ru(t)]^2 \quad (5.10)$$

donde el parámetro de estimación \hat{R} se obtiene por medio de (5.11):

$$R = \arg \text{mín } V_N(R) \quad (5.11)$$

aquí $\arg \text{mín}$ indica el argumento a minimizar, es decir, el valor de R que minimiza V_N , y como (5.10) es cuadrático en R , es posible determinar el valor mínimo si se derivada y se iguala a cero:

$$0 = \frac{d}{dR} V_N(R) = \frac{2}{N} \sum_{t=1}^N u(t)[y(t) - \hat{R}u^T(t)] \quad (5.12)$$

expandiendo los términos semejantes del producto en (5.12):

$$\sum_{t=1}^N \hat{R}u(t)u^T(t) = \sum_{t=1}^N u(t)y(t) \quad (5.13)$$

finalmente, para obtener la estimación \hat{R} , se puede reescribir (5.13) como:

$$\hat{R} = \left[\sum_{t=1}^N u(t)u^T(t) \right]^{-1} \sum_{t=1}^N u(t)y(t) \quad (5.14)$$

Considerando a $u(t)$ como la medición de corriente y $y(t)$ el voltaje, el parámetro \hat{R} es la resistencia estimada del material conductor, el cual depende de N cantidad de puntos de medición.

La selección apropiada de la señal de excitación depende en gran medida del tipo de sistema a identificar, así como de las capacidades del actuador que generará la señal de excitación en el sistema experimental real. En este caso la fuente de corriente utilizada tiene ciertas limitaciones como: tiempo de escritura, tiempo de transición de un valor de corriente inicial al próximo valor (aproximadamente 6A por 10ms), valor de carga mínimo entre las terminales, entre otros. Derivado de lo anterior, y considerando la gran cantidad de ruido inherente en los sensores, se eligieron las señales pseudoaleatorias normalizadas o secuencias de ruido blanco. Este tipo de señales convergen a un valor puntual cuando se promedian, su distribución muestral no depende de los parámetros del sistema, son ampliamente utilizadas y su aleatoriedad disminuye errores en señales de excitación secuenciales, además se extrae mayor información del sistema cuando se realiza un análisis en frecuencia [29].

Al realizar la caracterización eléctrica de los especímenes y obtener la estimación de resistencia con el estimador de propiedades eléctricas, se propone que este parámetro eléctrico cambia cuando el acero sufre mecanismos de reacción que oxiden, y subsecuente decarburan el material. En la siguiente sección, se definen las pruebas experimentales para el estimador de propiedades eléctricas.

5.3.4 Definición de Experimentos

Las pruebas experimentales mostradas en [Tabla 5.1](#) utilizaron una señal de entrada tipo pseudoaleatoria normalizada, con una media μ de 10A, y una desviación estándar σ unitaria. Se eligieron estos estadísticos para evitar elevar la temperatura de los especímenes y eludir mecanismos de oxidación en el acero.

En cada experimento se varían los parámetros de la estimación de propiedades eléctricas: el número de puntos N utilizados para cada estimación y el número de estimaciones N_{rep} sucesivas. Cada dato se inyecta al sistema de caracterización eléctrica con un periodo de $T_s = 50$ ms. Esta velocidad de muestreo se define con base en la descripción del sistema embebido de aplicación en Tiempo-Real de la [Sección 5.8](#). Con lo anterior, la duración total de cada prueba se calcula con:

$$D = N \times N_{rep} \times T_s \quad (5.15)$$

siendo N el número de mediciones por estimación y N_{rep} el número de estimaciones sucesivas.

Esta experimentación tiene la finalidad de valorar el desempeño y la exactitud del estimador de propiedades eléctricas bajo diferentes parámetros de operación: señal de excitación $u(t)$, número de puntos por estimación N y números experimentos N_{Rep} por cada espécimen. Sin embargo, la decarburización es una reacción rápida que se ve favorecida termodinámica a altas temperaturas y la capa oxidante crece en cuestión de minutos, alterando la resistividad eléctrica del material, si se utilizara la mejor estimación en un tratamiento térmico, el parámetro se vería afectado durante la prueba. Por lo

Tabla 5.1: EXPERIMENTACIÓN DEL ESTIMADOR DE PROPIEDADES ELÉCTRICAS.

No.	Características de Entrada N, N_{rep}	Duración
1	1024, 300	4h 16min
2	1024, 150	2h 8min
3	1024, 75	1h 4min
4	1024, 33	28min
5	1024, 20	17min
6	512, 300	2h 8min
7	512, 150	1h 4min
8	512, 75	32min
9	512, 33	14min
10	512, 20	8min
11	256, 300	1h 4min
12	256, 150	32min
13	256, 75	16min
14	256, 33	7min
15	256, 20	4min

tanto, un equilibrio entre el número de puntos, cantidad de experimentos y duración de la prueba es deseado.

Con los resultados de estas pruebas, es posible determinar los estadísticos de media y desviación estándar de las estimaciones obtenidas y se pueden aproximar a una distribución normal. Por lo tanto, si se considera el intervalo $[\mu - 2\sigma, \mu + 2\sigma]$ se podrá tener un 95 % de certeza en las estimaciones.

Una vez implementado el estimador de propiedades eléctricas en el sistema de caracterización, se procede a la segunda etapa de la metodología experimental, la cual consiste en la exposición de los especímenes a reacciones sólido-gas para la generación de mecanismos de reacción e incidir en el crecimiento de la capa de decarburización.

5.4 Reacciones Sólido-Gas

El propósito de llevar a cabo un tratamiento térmico en los especímenes de acero es desencadenar mecanismos de reacción entre el acero y los gases en la atmósfera del horno para propiciar la oxidación, y posteriormente, generar una capa decarburada en la superficie del acero. Con base en la [Sección 4.11](#), para tener una reacción sólido-gas controlada los especímenes se sometieron a tratamientos térmicos de 900°C con experimentos a distintos tiempos de calentamiento: 5, 10, 15 y 30min.

Para esto, la [Figura 5.10](#) muestra el horno CHY-1700, el cual contiene un tubo de vacío horizontal utilizado para el tratamiento térmico. Según [\[109\]](#), el horno contiene un controlador programable capaz de alcanzar la temperatura de 1700°C.

De acuerdo a las especificaciones del horno [\[109\]](#), se programa una curva de calentamiento con una pendiente de calentamiento y enfriamiento de 10°C/min.

Es importante resaltar el tipo de atmósfera a la cual se exponen los especímenes de acero durante el tratamiento térmico. Para garantizar un análisis de decarburización a una temperatura de 900°C durante 5, 10, 15 o 30min se establece una exposición de O₂ a 20.17% (atmósfera terrestre). Sin embargo, el horno de vacío requiere considerar un lapso de tiempo para la pendiente de calentamiento y



Figura 5.10: Horno de vacío tubular con cámara cerámica CHY-1700 ChengYi [109].

de enfriamiento, propiciando la oxidación del espécimen antes de alcanzar los 900°C ; por lo tanto, se establece una atmósfera que minimice el efecto de la decarburización durante estos periodos.

De acuerdo a [110], exponer al acero bajo condiciones de vacío; es decir, reducir la densidad de partículas en la atmósfera del horno a una presión de 1×10^{-3} Torr o 1×10^{-1} Pa disminuiría considerablemente el efecto de oxidación en la aleación metálica, y por consecuencia, el efecto de decarburización en la superficie del material sería mínimo.

Con base en lo anterior, el controlador del horno se programa con una curva de calentamiento como se muestra en la Figura 5.11. La imagen muestra que para elevar la temperatura del horno a 900°C

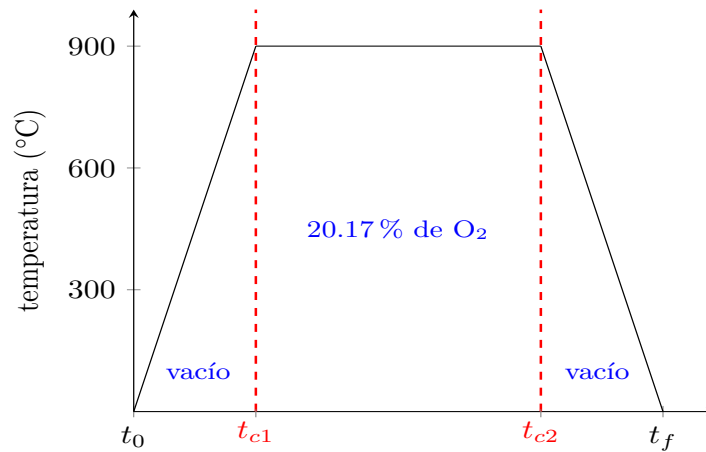


Figura 5.11: Curva de calentamiento del horno.

(considerando la pendiente de calentamiento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$), se establece la distancia entre $t_0 - t_{c1}$ de 90min con una atmósfera al vacío de 1×10^{-3} Torr de presión; después, se define la duración del tratamiento térmico $t_{c1} - t_{c2}$ de acuerdo al experimento: 5, 10, 15 o 30min con una atmósfera compuesta por 20.17% de O_2 , y finalmente, la pendiente de enfriamiento y su atmósfera debe ser la misma que de calentamiento (vacío a 1×10^{-3} Torr durante 90min); por lo tanto, el intervalo de tiempo dado por $t_{c2} - t_f$ se establece de 90min.

Para esta investigación, se implementaron 4 curvas de calentamiento distintas, donde las pendientes de enfriamiento y calentamiento se mantuvieron constantes a lo largo de todas las experimentaciones; sin embargo, se modificó la duración de exposición a 900°C constantes; es decir, el intervalo de tiempo

$t_{c1} - t_{c2}$. Estas curvas de calentamiento se proponen para incidir la oxidación entre el espécimen y la atmósfera, generando una capa de decarburización.

Con sustento en [111] se ha demostrado que los aceros AISI-1045 con tratamientos térmicos mayores de 1h a 900 – 1000°C generan cambios en las propiedades físicas y químicas del material; por ende, en esta investigación se definen tiempos de calentamiento menores de 1h a 900°C.

Para asignar el tiempo de calentamiento e implementar un diseño experimental totalmente aleatorio (*Completely Random Experiment Design*, CRED) con base en [112], se utilizaron 8 especímenes de acero AISI-1045; de esta manera, es posible identificar si la variabilidad en los parámetros eléctricos se debe a un mal montaje en cualquier experimentación. A cada espécimen de acero se le asignó un nombre de identificación y una duración del tratamiento térmico de manera aleatoria como se muestra en la [Tabla 5.2](#). Se duplicaron los 4 tiempos de calentamiento en dos especímenes diferentes para mostrar que existe repetitividad en la experimentación. Como resultado de este tratamiento térmico, en cada espécimen de acero se genera una profundidad de capa decarburizada en función de la curva de calentamiento y el tiempo de exposición.

Tabla 5.2: DURACIÓN DE REACCIONES SÓLIDO-GAS EN ESPECÍMENES.

Nombre de espécimen	Duración a 900 °C (min)
P1	15
P2	5
P3	30
P4	5
P5	15
P6	30
P7	10
P8	10

En la siguiente sección se detalla la tercera etapa de la metodología experimental, la cual se denomina segunda caracterización eléctrica y tiene la función de revelar el efecto de la decarburización en las propiedades eléctricas del material y comparar los resultados con las estimaciones de la primera caracterización.

5.5 Segunda Caracterización Eléctrica

La segunda caracterización eléctrica tiene el propósito de volver a realizar mediciones experimentales de voltaje y corriente sobre el espécimen de acero con cierto grado de decarburización producto de las reacciones sólido-gas realizadas en la fase anterior. Al igual que la primera caracterización eléctrica, los especímenes se montan en el sistema de caracterización eléctrica de la [Figura 5.6](#), se lleva a cabo la prueba experimental de identificación de características eléctricas y se retiran para montar el siguiente espécimen.

Es importante notar cómo cambia la superficie de los especímenes una vez expuestos al tratamiento térmico. La [Figura 5.12](#) muestra los cambios físicos provocados por el calentamiento, en las imágenes se observa una capa negra (FeO) que envuelve al material como resultado de la oxidación. Con la intención de evitar el desprendimiento de esta cascarilla de óxido, los tiempos de calentamientos en los experimentos son cortos.

Una vez obtenidos las mediciones experimentales previas y posteriores a las reacciones sólido-gas, es posible realizar comparaciones en cuanto al impacto de los mecanismos de reacción en las

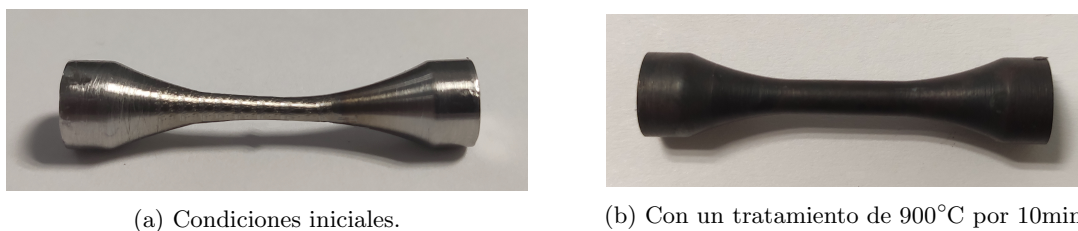


Figura 5.12: Cambios físicos en espécimen de acero.

propiedades eléctricas del acero debido a la oxidación y a la profundidad de la capa decarburada. Sin embargo, estudiar los efectos microestructurales de los experimentos térmicos mediante el revelado óptico metalográfico sobre los especímenes provee una validación a la correlación entre las propiedades eléctricas y los efectos de los mecanismos de reacción.

5.6 Revelado Óptico Metalográfico

El objetivo del revelado óptico metalográfico es obtener una imagen de las microestructuras en los especímenes de acero para realizar mediciones en la profundidad de la capa decarburizada mediante imágenes.

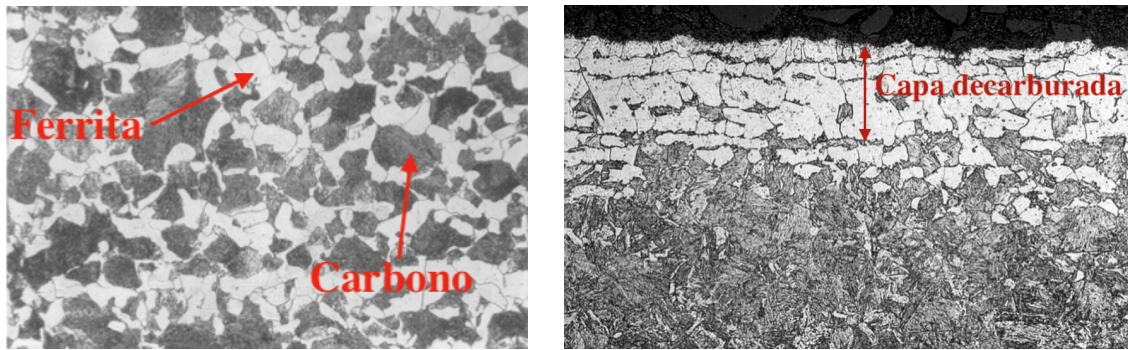
De acuerdo a la [Sección 4.12](#), la metodología metalográfica permite conocer las propiedades físicas y químicas del material con base en el estudio de las microestructuras. Con lo anterior, se condujo una metodología de análisis metalográfico para especímenes de acero AISI-1045 expuestos a un tratamiento térmico.

5.6.1 Documentación

De acuerdo a [[113](#), [114](#)], en el análisis de las microestructuras en el acero AISI-1045 se muestra la [Figura 5.13a](#) con una revelación óptica donde se aprecian los granos microconstituyentes de ferrita (estructuras delimitadas de color blanco), este acero se encuentra normalizado y no se ha expuesto a reacciones sólido-gas de calentamiento en su estructura. Por otro lado, al realizar el revelado óptico en un acero AISI-1045 expuesto a un tratamiento térmico, se espera un grado de decarburización en la superficie del acero como se muestra en la [Figura 5.13b](#). El fenómeno de decarburización se observa cómo la cantidad de ferrita con ausencia de carbono predomina en la microestructura, los granos tienden a fusionarse y se difunden en la superficie del espécimen.

5.6.2 Sección y Corte

Como se busca analizar la capa de decarburización en las probetas expuestas al tratamiento térmico, la zona de interés se ubica en la orilla del espécimen. Por consiguiente, se realiza un corte transversal para estudiar la profundidad de la capa decarburada en el perímetro de la probeta. La [Figura 5.14a](#) muestra un espécimen de acero con un calentamiento de 900°C a 10min con un corte realizado a 8mm de un extremo del espécimen con la máquina Struers Labotom 3 a una velocidad de 3540rpm y utilizando un disco abrasivo de alumina.



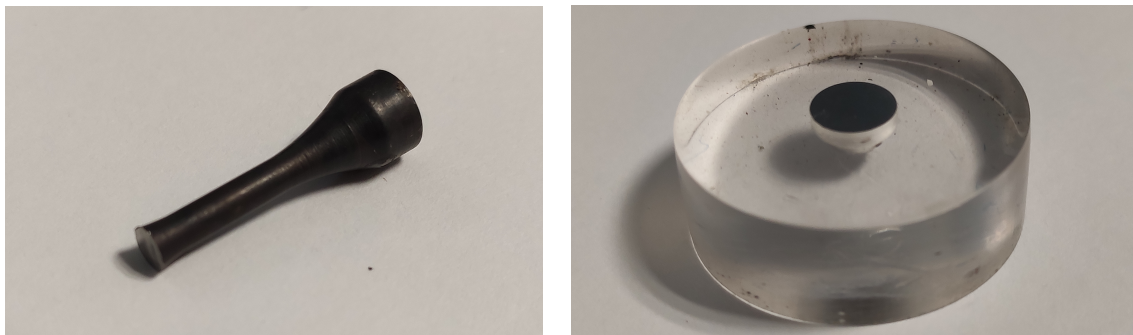
(a) Acero en condiciones iniciales [113].

(b) Acero con decarburización [114].

Figura 5.13: Microestructuras en acero de bajo carbono.

5.6.3 Montaje

Una vez obtenido un segmento del espécimen, se realiza el encapsulado en polimetilmetacrilato (PMMA), el cual es un compuesto plástico con una alta resistencia al rayado utilizado para crear baquelitas transparentes. Esta baquelita permite proteger el borde del material y mantener la integridad de sus microestructuras; además, mejora el manejo de las muestras para su posterior desbaste. La Figura 5.14b muestra el segmento del espécimen de 8mm montado en la baquelita transparente utilizando el equipo CitoPress-1.



(a) Especimen con corte transversal.

(b) Especimen encapsulado en lucita.

Figura 5.14: Corte y encapsulado de especímenes de acero.

5.6.4 Desbaste y Pulido

Para aplanar el espécimen y reducir el daño producido por el corte, se realizó un desbaste con abrasivos de SiC de distintos tamaños de partícula. Para un desbaste grueso, se utilizaron los siguientes grados-P de abrasivo de SiC en el siguiente orden: 80, 100, 150, 180 y 240. Después, se realiza un desbaste fino con los grados-P: *P320*, *P400*, *P600*, *P1000*, *P1200*, *P1500* y *P2000*.

Una vez desbastado el espécimen con la baquelita, el pulido elimina el daño superficial generado por el desbaste, el montaje y el corte. La Figura 5.15a muestra la baquelita transparente siendo pulida con alúmina MicroPolish 0.3 μ m sobre un disco de microfibra.

Después del pulido, se realiza un baño en una tina de ultrasonido con agua y alcohol isopropílico

durante 5min o hasta que deje de generar burbujas entre el espécimen y la baquelita, tal como se muestra en la [Figura 5.15b](#). Este baño tiene la finalidad de eliminar restos de alúmina que pudieron haberse introducido entre la baquelita de lucita y el espécimen, ocasionando que el posterior ataque químico no se realice con uniformidad.



Figura 5.15: Pulido y baño de especímenes de acero.

5.6.5 Grabado o Ataque Químico

Para mejorar las características microestructurales al momento de realizar el revelado óptico, se realiza un ataque químico que resalta las microestructuras de interés. De acuerdo a la [Tabla 4.4](#), para el acero AISI-1045 se hace un ataque con nital al 3%; sin embargo, la metodología de revelado indica una inmersión del espécimen por unos segundos. Con lo anterior, se realizaron 3 ataques químicos en un espécimen durante 5, 10 y 15s como se muestra en la [Figura 5.16](#).

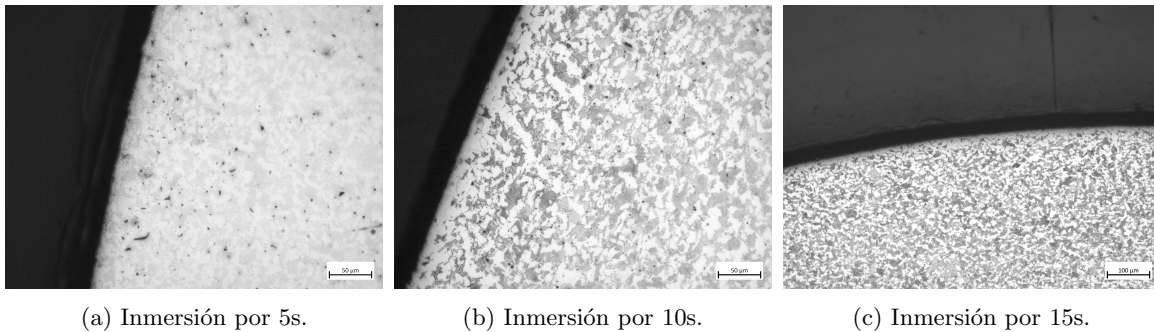
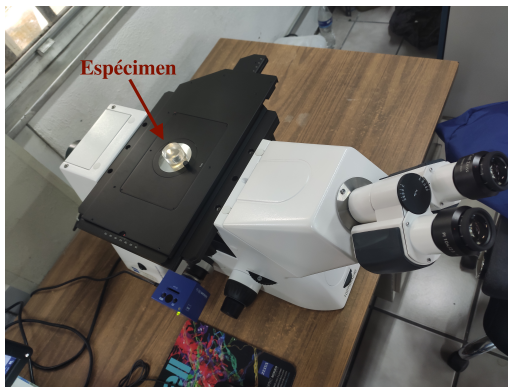


Figura 5.16: Ataque químico de nital 3%.

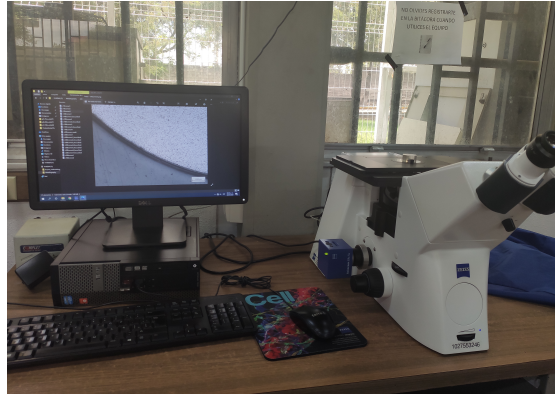
En la [Figura 5.16a](#) no se observa claramente los granos de ferrita del acero; por otra parte, en la [Figura 5.16b](#) se contrasta ligeramente la microestructura en la superficie del espécimen y se aprecian los granos microestructurales del acero. La [Figura 5.16c](#) muestra el mejor contraste de microestructuras en todo el material, se observan de manera nítida los límites de grano microestructural y en el fondo negro es posible apreciar si se genera cascarilla de FeO; por estas razones, se define un ataque químico con 15s de inmersión en nital a todos los especímenes.

5.6.6 Análisis Metalográfico

Una vez aplicado el ataque químico, los especímenes se encuentran preparados para el análisis microestructural, para esto se utiliza un microscopio de campo luminoso (*Bright Field*, BF) para el análisis metalográfico. La Figura 5.17 muestra el microscopio Zeiss con la baquelita colocada en el lente. El microscopio transmite directamente al monitor del ordenador para procesar las imágenes y obtener instantáneas en zonas específicas de interés en la microestructura del material.



(a) Colocación de espécimen en microscopio.



(b) Análisis de imagen en ordenador.

Figura 5.17: Análisis metalográfico a través de microscopio de BF.

Con las imágenes metalográficas de los especímenes, es posible medir la profundidad de la capa decarburada mediante técnicas de procesamiento de imágenes. En la siguiente sección se explica la metodología para la medición de la capa decarburada con base en las imágenes obtenidas del microscopio de BF.

5.7 Procesamiento de Imágenes Metalográficas

La metodología de medición de la capa decarburada en imágenes metalográficas es un proceso empírico con un gran margen de error, el cual a partir de unas cuantas líneas trazadas por el investigador a lo largo de la ferrita decarburada se estima una profundidad [115–117]. Sin embargo, en investigaciones recientes [118, 119] se ha optado por el análisis digital de imágenes para medir la decarburización.

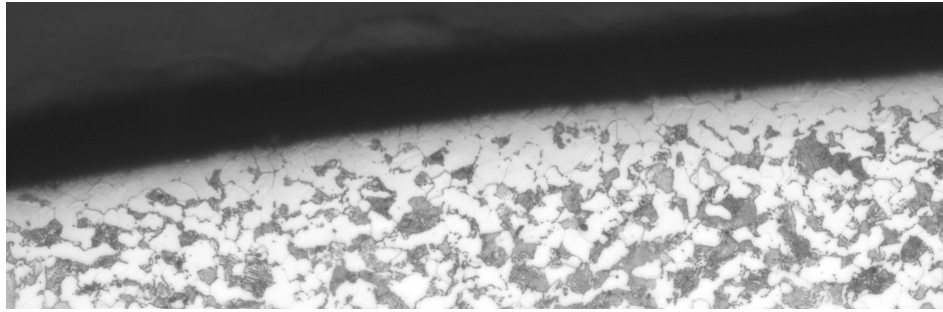
En esta investigación se desarrolla una metodología de procesamiento basado en el software ImageJ distribución Fiji, donde se realizan mediciones del área total de decarburización visible en la imagen y se obtienen sus estadísticos como la media, desviación estándar y el histograma de mediciones realizadas. A partir de estos estadísticos, es posible realizar un análisis inferencial de la profundidad de capa decarburada.

Para medir la capa decarburada en las imágenes, se realiza un conteo de la cantidad de píxeles que abarcan los granos microestructurales decarburados en la superficie del espécimen. El procesamiento de imágenes realiza una segmentación o división de la zona de interés en rebanadas (*slices*) de 1 píxel de ancho. Después, se implementa un *script* que cuenta la cantidad de píxeles de largo de cada *slice* y se genera una base de datos con la medición. A partir de estas mediciones, es posible realizar una estimación estadística descriptiva de la profundidad de decarburización. En este proceso se distinguen cuatro fases: *i*) pre-procesamiento de imagen, *ii*) fusión de regiones, *iii*) creación de máscara y *iv*) caracterización estadística. En las siguientes secciones se describe cada fase.

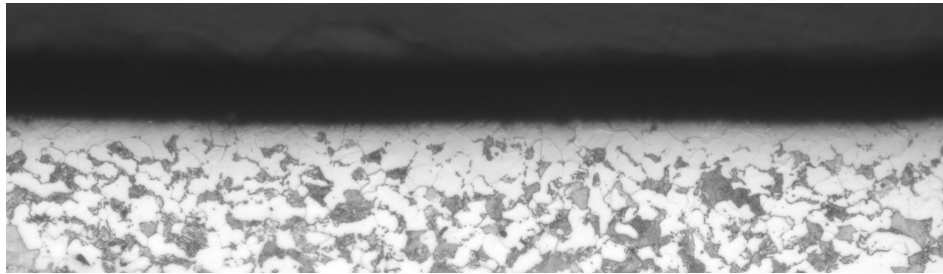
5.7.1 Pre-procesamiento de Imagen

El objetivo de esta fase es identificar el área de decarburización a través de las imágenes metalográficas. Debido a la forma cilíndrica de los especímenes, las metalografías presentan un grado de curvatura y es necesario parametrizar la longitud de arco en cada una de las metalografías.

Por lo tanto, se realiza un enderezado (*“straighten”*) de imagen, el cual permite una segmentación lineal de *slíces* sin alterar el tamaño de grano, como se observa en la [Figura 5.18](#).



(a) Metalografía obtenida del microscopio BF.



(b) Metalografía con enderezado.

Figura 5.18: *“Straighten”* de imágenes metalográficas.

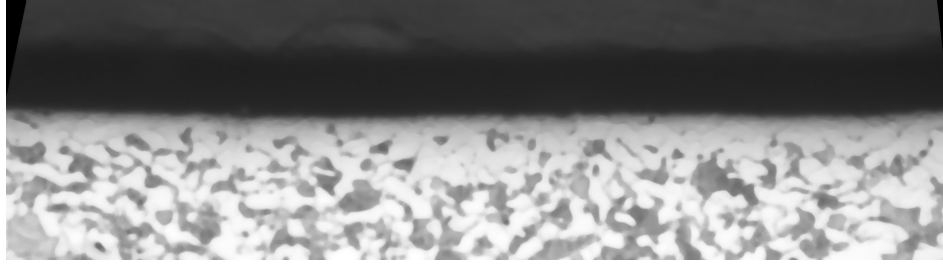
5.7.2 Fusión de Regiones

Una vez enderezada la metalografía, esta fase tiene como objetivo identificar y delimitar las zonas descarburadas a partir de los límites de grano microestructurales; es decir, establecer un área de decarburización a partir de la ferrita descarburada en la superficie del espécimen.

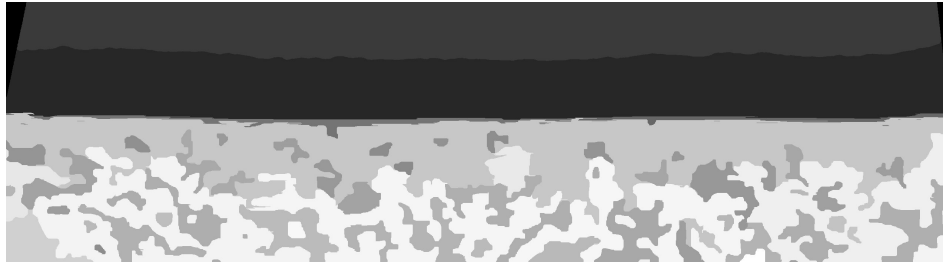
Con el fin de eliminar los límites de grano entre microestructuras similares, se le aplica un filtro de mediana (*“median filter”*, *MF*) a la metalografía con *straighten* mostrado en la [Figura 5.19a](#). Con base en [120], el algoritmo de la MF reemplaza cada pixel con el valor de la mediana de hasta n píxeles de radio. Utilizando este método, es posible segmentar los granos microestructurales de distintas fases. Para las metalografías obtenidas en esta investigación, se establece un radio de 9 píxeles.

Después, se utiliza un algoritmo de fusión estadística de regiones (*“statistical region merging”*, *SRM*) implementado en Fiji, el cual separa la imagen en regiones con intensidades o colores similares. Es importante considerar que el SRM trabaja con imágenes de 8 bits; por lo tanto, es necesaria una conversión de la imagen previa a la implementación del algoritmo de fusión estadística. De acuerdo a [121], el SRM comienza con una región de un pixel de radio y luego aplica una prueba estadística en las regiones adyacentes (en orden ascendente de diferencias de intensidad) para determinar si las intensidades medias son lo suficientemente similares para fusionarse. El algoritmo puede ajustarse

estableciendo la cantidad de regiones en la imagen mediante el parámetro Q .



(a) Aplicación de filtro de mediana.



(b) Implementación de ‘*statistical region merging*’.

Figura 5.19: Proceso de fusión de regiones en metalografías.

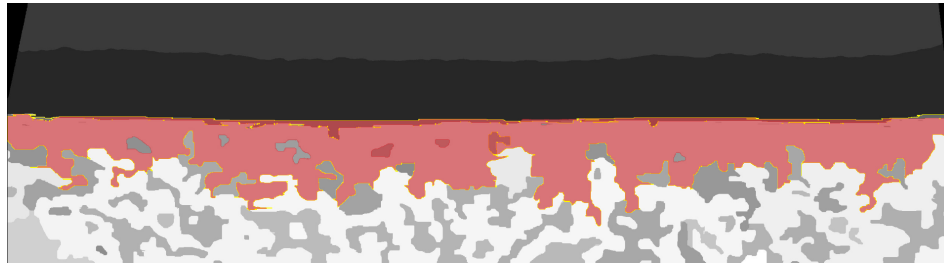
La [Figura 5.19b](#) muestra la metalografía después de aplicarse la conversión a 8 bits e implementarse el algoritmo SRM con un $Q = 4.8$. Se puede observar cómo el MF logra reducir los límites de grano en la imagen, permitiendo al SRM delimitar áreas estadísticamente similares, que corresponden a microestructuras adyacentes semejantes.

5.7.3 Creación de Máscara

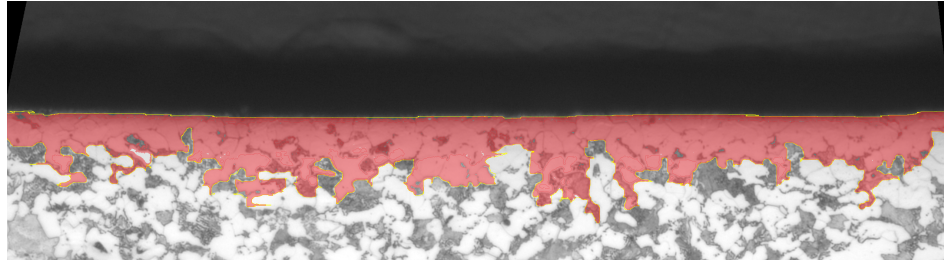
El propósito de esta fase es seleccionar y validar las zonas decarburizadas a partir de los parámetros establecidos en la fase de fusión de regiones. Para esto, se escogen las áreas en la superficie del material con la herramienta (“wand tool”). Según [\[122\]](#), esta herramienta crea una selección trazando objetos de un color uniforme o con una tolerancia configurable. La tolerancia permite seleccionar píxeles adyacentes a la selección realizada por el usuario. Con esta herramienta es posible marcar todas las áreas que se consideran zonas decarburadas, en la [Figura 5.20a](#) se estableció una tolerancia de 10 píxeles de área.

Como se observa en la [Figura 5.20b](#), para validar que la selección de las regiones pertenecen a las zonas decarburadas, es posible realizar una superposición de las zonas seleccionadas sobre la metalografía enderezada. De esta manera, el usuario tiene la capacidad de validar que las zonas seleccionadas son de interés o si es necesario modificar los parámetros introducidos en la fase de fusión de regiones y/o en la creación de la máscara.

Finalmente, se realiza una segmentación de la selección con el resto de la imagen. Para esto se crea una máscara, la cual convierte la imagen a colores binarios blanco y negro [\[123\]](#). La [Figura 5.20c](#) muestra que la máscara convierte las zonas seleccionadas con color blanco y el resto de la imagen a un fondo negro. Esta máscara contiene los granos microestructurales decarburados por los efectos de las reacciones sólido-gas en el espécimen.



(a) Selección de regiones con “wand tool”.



(b) Validación de selección con metalografía original enderezada.



(c) Máscara de zona decarburada.

Figura 5.20: Creación de máscara de decarburización.

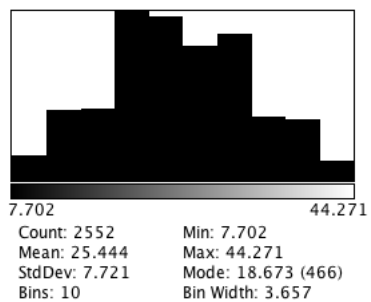
5.7.4 Caracterización Estadística

El objetivo de la caracterización estadística es utilizar el *script* para procesar la máscara en datos estadísticos que cuantifiquen la zona decarburada.

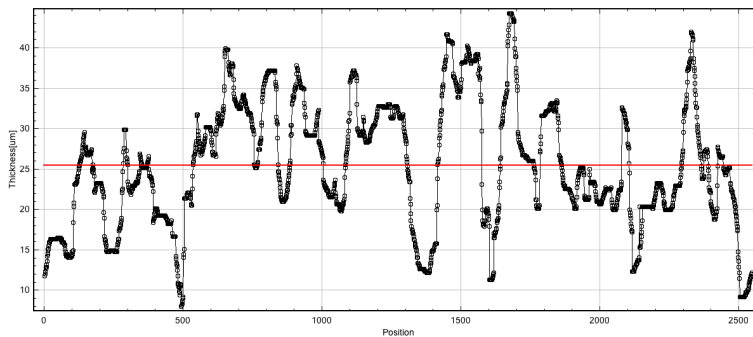
El *script* divide el área total de la máscara en *slices* o líneas de 1 píxel de ancho y n píxeles de largo, bajo el mismo principio de las sumas de Riemann. De acuerdo a [124], el principio de las sumas de Riemann menciona que es posible aproximar el área de una figura irregular si el ancho de cada *slice* o segmento es lo suficientemente pequeño o $\Delta x \rightarrow 0$. De esta forma, es posible contar los píxeles de largo de cada *slice* y asociarlo a una distancia conocida. Las metalografías obtenidas del microscopio entregan una escala real del espécimen y se obtiene que $300\text{píxeles} \approx 50\mu\text{m}$.

Como se muestra en la Figura 5.21a, el *script* entrega una base de datos en un archivo de valores separados por coma (*comma-separated values*, CSV) con las mediciones de los *slices* en metros y genera un histograma con los estadísticos de: no. de segmentos, media, desviación estándar, entre otros, y despliega una gráfica con el tamaño de cada *slice*, como se observa en la Figura 5.21b.

Con estos datos es posible realizar un análisis estadístico de la profundidad de capa decarburada y caracterizar la capa decarburada con distintas curvas de calentamiento. Los resultados de esta caracterización en todos los especímenes se discutirán con mayor detalle en el Capítulo 6.



(a) Histograma de mediciones.



(b) Medición de *slices* con respecto a su posición en máscara.

Figura 5.21: Descripción estadística de metalografías.

Otra área de desarrollo en esta investigación es la obtención de información experimental reproducible para la caracterización eléctrica de los especímenes. Se plantea entonces la implementación de un sistema embebido con aplicación en Tiempo Real. Este sistema mide las propiedades eléctricas de corriente y voltaje sobre el espécimen de manera síncrona y reproducible. En la siguiente sección se detalla el desarrollo de este sistema y su implementación en un sistema de calentamiento por efecto Joule.

5.8 Sistema Embebido de Aplicación en Tiempo Real

En la [Sección 5.1](#) se detalló el objetivo de las caracterizaciones eléctricas sobre los especímenes de acero, en donde se realizan mediciones de voltaje y corriente para estimar la resistencia eléctrica en condiciones iniciales (primera caracterización eléctrica) y su cambio de resistencia cuando se expone a las reacciones sólido-gas, generando una oxidación en el material, y por ende, una capa descarburada (segunda caracterización eléctrica). Estas mediciones se obtienen mediante un sistema embebido de aplicación en Tiempo Real (*“Real-Time Application”*, RTA), el cual configura los sensores de corriente y voltaje del sistema de caracterización eléctrica para realizar mediciones en el espécimen.

Una RTA confiere a un sistema la capacidad de procesar un conjunto de operaciones en un periodo de tiempo específico [125]. Esta característica permite al sistema de caracterización eléctrica obtener un conjunto de datos experimentales equidistantes y asegura la reproducibilidad en la experimentación en todos los especímenes de acero.

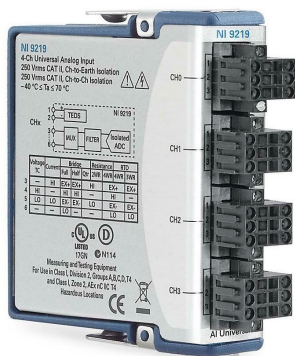
Para esta investigación, se utilizó un sistema RTA de National Instruments en LabView [126], el cual consta de un chasis modular NI cRIO-9076 CompactRio, un módulo de entrada NI9219 y un módulo de salida NI9263.

Según [127], el controlador embebido cRIO-9076 mostrado en la [Figura 5.22](#) es ideal en aplicaciones de control y monitoreo, con la capacidad de configurar hasta 4 módulos de propósito específico.

Por otro lado, como se observa en la [Figura 5.23a](#) el NI9219 es un módulo con 4 canales independientes de convertidores analógico a digital (*“analog-to-digital converter”*, ADC) diseñados para tomar hasta 1×10^5 mediciones por segundo provenientes de sensores de voltaje, corriente, termoacopladores, entre otros [128]. Es posible configurar el NI9219 en función al tipo de señal a la entrada del ADC, para esta investigación se utilizaron las configuraciones internas mostradas en la [Figura 5.24](#), las cuales procesan las señales analógicas de corriente y voltaje provenientes del sistema de caracterización eléctrica.



Figura 5.22: Controlador NI cRIO-9076 [127].

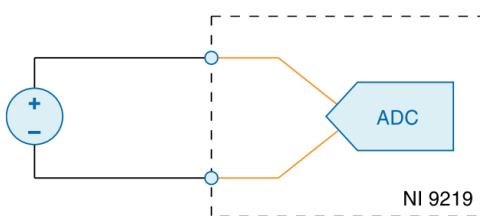


(a) Módulo NI9219 [128].

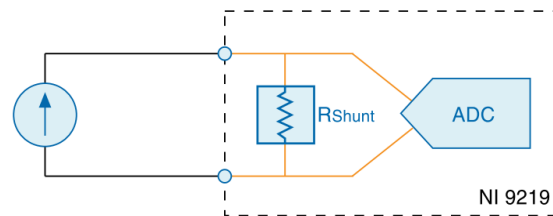


(b) Módulo NI9263 [129].

Figura 5.23: Módulos del sistema embebido de aplicación en Tiempo Real.



(a) Medición de voltaje [128].



(b) Medición de corriente [128].

Figura 5.24: Configuraciones del módulo NI9219.

De la misma manera, en la Figura 5.23b se muestra el módulo NI9263 contiene 16 convertidores digitales a analógicos (“digital-to-analog converter”, DAC) los cuales producen una señal de voltaje analógica de hasta $\pm 10V$ [129]. Este módulo permite controlar la cantidad de corriente que inyecta la fuente de alimentación al sistema de caracterización eléctrica. Ambos módulos son utilizados en conjunto con el controlador NI9219 para programarse en un ordenador.

De acuerdo a [130], para la implementación del sistema embebido se configuran instrumentos virtuales (“Virtual Instrument”, VI) en una arquitectura de programación de tiempo crítico; es decir, en un periodo definido de tiempo se le asignan tareas de al controlador NI9219 (alta prioridad) y se delegan otros procesos al ordenador huésped *host* en donde se realiza la programación y ejecución de

LabView (baja prioridad). Para desarrollar esta arquitectura, el proyecto debe contener: *i*) archivos de entrada y salida (“*input/output, I/O*”), *ii*) administración de tareas e *iii*) interfaz de usuario. En las siguientes secciones se describen estas características.

5.8.1 Archivos de Entrada y Salida

Para la caracterización eléctrica de los especímenes de acero mediante métodos de identificación de sistemas, es necesario que el sistema embebido obtenga datos experimentales que representen la respuesta del sistema en función de la entrada que se le aplique. Por lo tanto, como se muestra en la Figura 5.25, el sistema RTA lee un archivo CSV con la señal discretizada de entrada que la fuente de alimentación inyecta a los especímenes de acero; por otro lado, se procesan las mediciones de voltaje y corriente sobre el espécimen y se escriben en otro archivo en formato CSV.

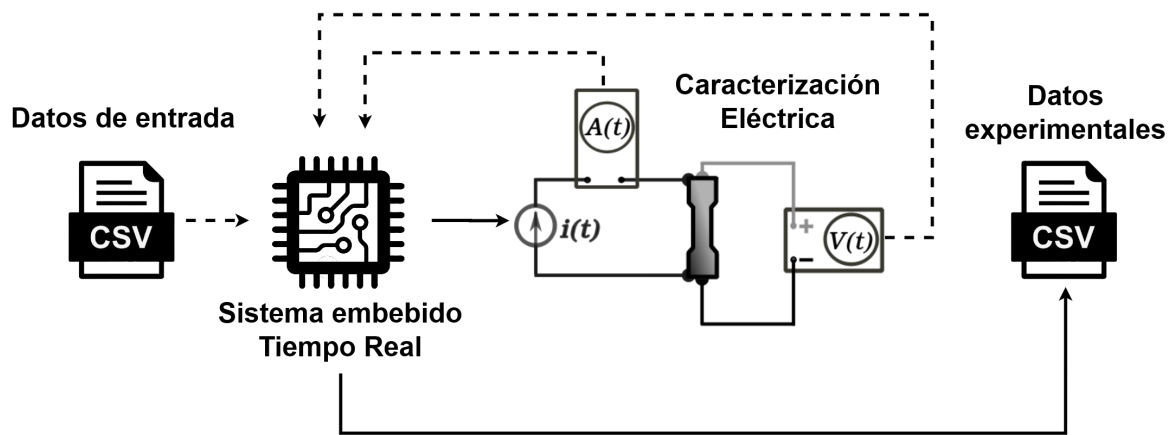


Figura 5.25: Diagrama de manejo de datos.

5.8.2 Administración de Tareas

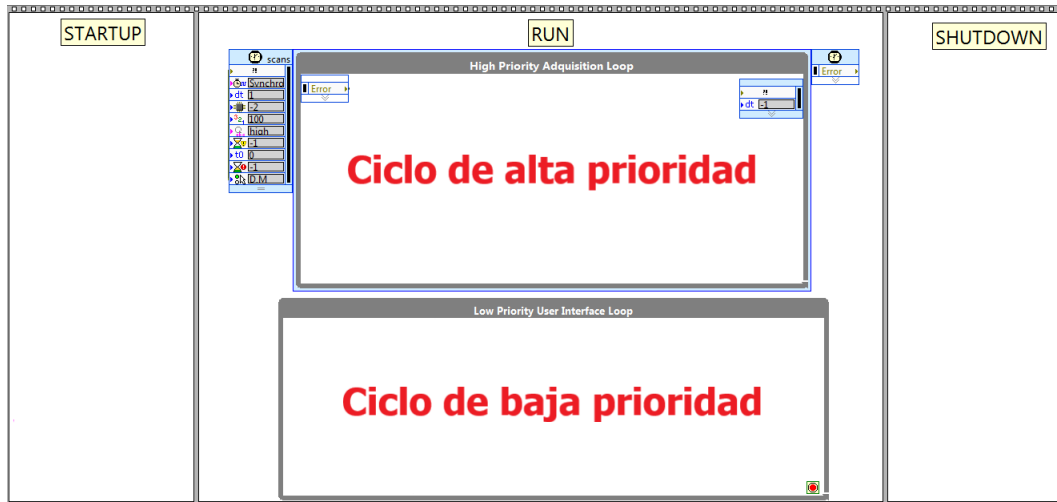
La administración de tareas comprende la configuración de los componentes físicos (sensores, módulos, controladores, entre otros) y la programación de sus funciones. La programación de cada función se realiza mediante segmentos de código secuenciales, los cuales se ejecutan en sincronía con el reloj del procesador. A estos segmentos de código se les denomina ciclos síncronos [126].

Según [130], el módulo RTA de LabVIEW permite la comunicación entre múltiples ciclos síncronos mediante variables compartidas, las cuales actúan como memorias intermedias (*buffers*) de escritura y lectura. El uso de estos *buffers* permite almacenar una gran cantidad de mediciones obtenidas de los ADC. Es posible programar el módulo RTA con una configuración a uno o dos ciclos síncronos:

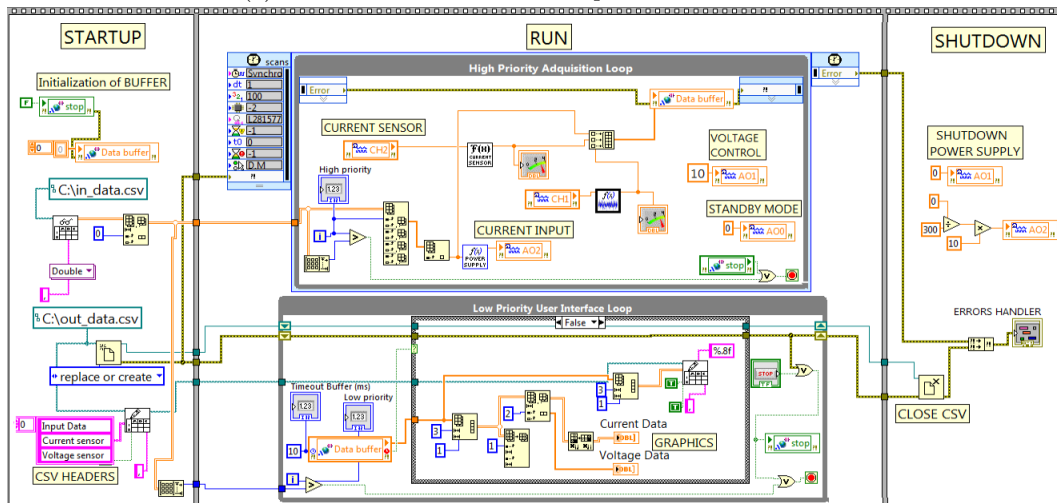
- Un ciclo síncrono. Controla la sincronización y la ejecución de todas las tareas en el sistema.
- Dos ciclos síncronos. Se configura a un ciclo como alta prioridad con la sincronía del controlador NI9219 y se encarga de controlar las tareas de tiempo crítico, mientras que el ciclo de baja prioridad contiene las tareas que realiza el ordenador *host*.

En la implementación del módulo RTA en el sistema de caracterización eléctrica, se consideran procesos de tiempo crítico (alta prioridad) a la señal de excitación y la medición experimental de voltaje y corriente en el sistema, mientras que la interfaz del usuario y el manejo del archivo de salida pasan a ser tareas de baja prioridad.

Una vez establecidas las funciones de acuerdo a su prioridad, se configuran los sensores y los módulos RTA con base en el tutorial [131], el cual sugiere una estructura secuencial a tres pasos con dos ciclos síncronos, como se observa en la Figura 5.26.



(a) Estructura secuencial con arquitectura a dos ciclos.



(b) Configuración del sistema embebido en la estructura secuencial.

Figura 5.26: Implementación del sistema de embebido con RTA.

Además, se realiza una división de las tareas del sistema embebido en tres bloques secuenciales:

- Encendido (*startup*). En esta sección se inicializa la variable compartida y se leen los datos del archivo CSV de entrada.
- Experimentación (*run*). Contiene la arquitectura a dos ciclos síncronos. En el ciclo de alta prioridad se realizan las mediciones de los sensores de voltaje y corriente, se almacenan en la variable compartida y se inyecta la corriente de entrada al sistema. En el ciclo de baja prioridad se escriben los datos provenientes de la variable compartida y se grafican en la interfaz de usuario.
- Apagado (*shutdown*). En este segmento se termina el proceso de experimentación, se apaga la fuente de alimentación y se cierra el archivo CSV de salida.

Otra característica del sistema RTA es la capacidad de definir una frecuencia de muestreo constante

o periodo de escaneo; es decir, el tiempo que tarda el ciclo de alta prioridad en realizar todas sus tareas. Para establecer este tiempo de escaneo se toma en cuenta las limitaciones físicas de los componentes del sistema y se valida con instrumentos de visualización electrónica.

En la [Figura 5.27](#) se observa que el sistema embebido implementado es capaz de conmutar pequeñas variaciones en la corriente a una velocidad de 40 ms. Sin embargo, en pruebas experimentales subsecuentes se observó que, con un periodo de escaneo de 50 ms, el sistema de caracterización eléctrica muestra un correcto funcionamiento en la inyección de corriente al sistema y la medición de los parámetros eléctricos de interés.

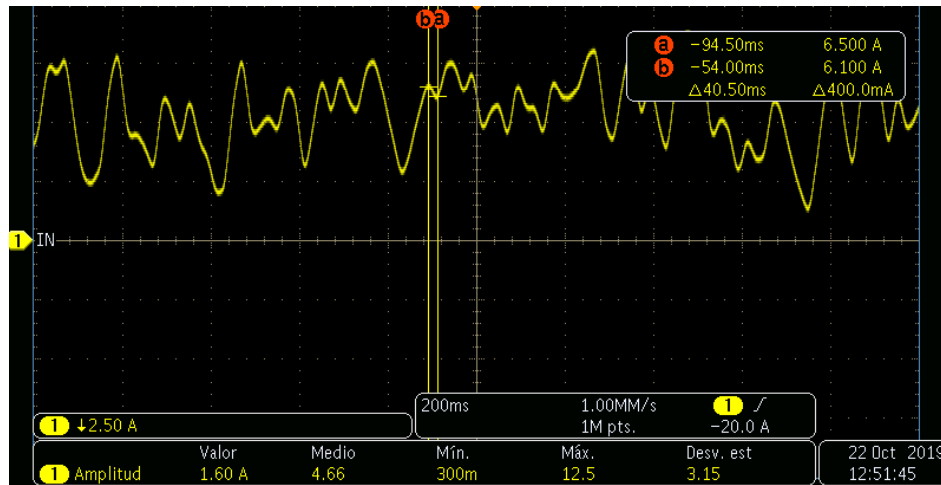


Figura 5.27: Medición de corriente mediante instrumentación electrónica.

5.8.3 Interfaz de usuario

El objetivo de la interfaz es permitir al usuario confirmar visualmente que las mediciones de los sensores se estén llevando a cabo de manera adecuada durante la experimentación. En el tutorial [131] se sugiere la visualización en tiempo real de los datos experimentales durante las pruebas de caracterización eléctrica.

Como se observa en la [Figura 5.28](#), la interfaz de usuario implementada para el sistema RTA contiene dos gráficas con el historial de mediciones realizadas de voltaje y corriente; a la derecha estas gráficas se muestran indicadores de magnitud de la medición más reciente hecha por los sensores de ambos parámetros eléctricos y un botón de parada (*stop*), el cual inicia el bloque secuencial de apagado y termina la experimentación. Con respecto a las gráficas, en el plano de corriente se dibujan los valores de entrada del sistema y la medición de corriente, mientras que la gráfica de voltaje se muestra la medición experimental de este parámetro eléctrico.

5.9 Conclusión del Capítulo

En este capítulo se describió la metodología experimental para la caracterización de propiedades eléctricas en los especímenes de acero AISI-1045. Este proceso involucra la medición de voltaje y corriente de los especímenes para obtener datos experimentales y procesarlos mediante identificación de sistemas, después los especímenes se exponen a reacciones sólido-gas, con distintos tiempos de exposición, incidiendo la oxidación y generando una capa decarburada en la superficie del material.

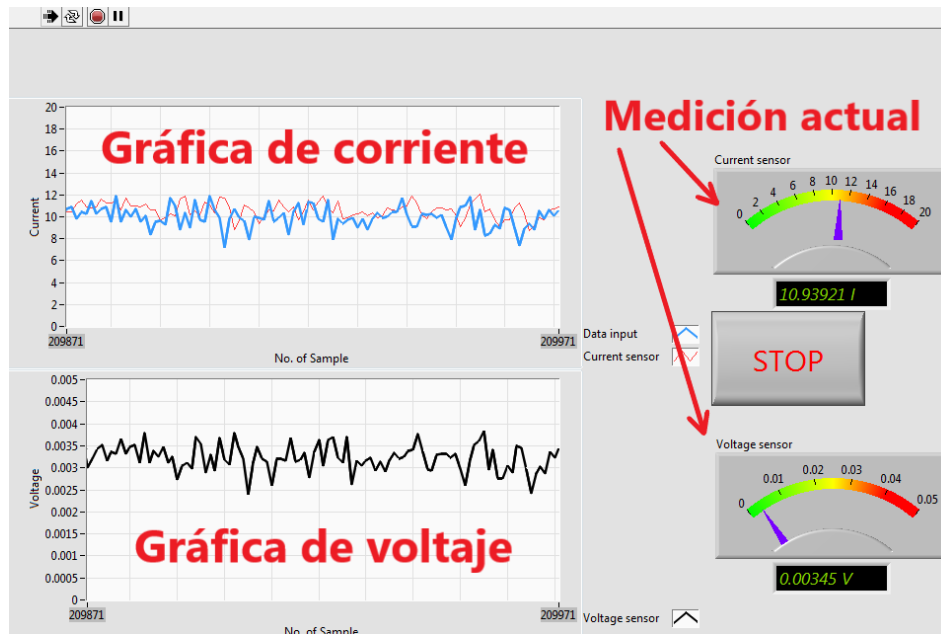


Figura 5.28: Interfaz de usuario.

Una vez realizado el tratamiento térmico, se realiza una segunda caracterización y se correlacionan los cambios en los parámetros eléctricos con respecto a la primera caracterización. Finalmente, para validar la generación de la capa decarburada se realiza un revelado óptico metalográfico y se obtiene una base de datos con la profundidad de decarburización en todos los especímenes. Para asegurar la reproducibilidad y establecer un periodo de muestreo definido en la medición de voltaje y corriente, se implementó un sistema embebido de aplicación en tiempo real, el cual permite excitar el sistema de caracterización eléctrica con señales conocidas y analizar su respuesta.

CAPÍTULO 6

ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

En este capítulo se exponen los resultados obtenidos al implementar la metodología experimental en los especímenes de acero AISI-1045. En la sección de estimador de propiedades eléctricas se elige el mejor estimador para su uso en el sistema de caracterización eléctrica con base en sus estadísticos de media y desviación estándar. Posteriormente, se implementa este estimador para caracterizar la resistencia eléctrica en los especímenes y se hace la comparación con un método directo de estimación de resistencia; además, se comprueba estadísticamente mediante el ANOVA si existe una relación entre la decarburización del acero y la resistencia eléctrica. Finalmente, se realiza un procesamiento metalográfico de los especímenes para medir la profundidad de capa decarburada.

6.1 Estimador de Propiedades Eléctricas

En la [Sección 5.3](#) se calculó una resistencia de acuerdo a las propiedades del sistema de caracterización eléctrica de $300\mu\Omega$ y se definió una experimentación para determinar los parámetros para el estimador de propiedades eléctrica.

La [Tabla 6.1](#) muestra los datos estadísticos de media y desviación estándar del conjunto de estimaciones. Las 15 configuraciones del estimador se implementaron en tres especímenes de acero AISI-1045; es decir, se realizaron 45 experimentos diferentes para determinar las características del estimador de propiedades eléctricas.

Los estadísticos de las pruebas reflejan que mientras más grande sea el número de puntos N en cada estimación, tiende a reducirse la dispersión en las estimaciones. Y esto fue consistente en los tres especímenes de acero. En base a los resultados de la [Tabla 6.1](#), y considerando que el intervalo $[\mu - 2\sigma, \mu + 2\sigma]$ contiene el 95% de las estimaciones, se tiene entonces que la configuración número 1 calcula valores de resistencia eléctrica en el intervalo: $[313.23, 315.27]\mu\Omega$ para el espécimen 1, $[299.76, 301.84]\mu\Omega$ en el espécimen 2 y $[310.17, 312.33]\mu\Omega$ en el espécimen 3. Nótese que la media en los tres especímenes son cercanos a los $300\mu\Omega$ calculados; por lo anterior, la variabilidad en los especímenes puede atribuirse a la no homogeneidad de la pieza de acero durante su producción o maquinado.

Con base en [\[29\]](#), se indica que la mejor estimación será la que incluya el mayor número de datos por estimación N y el mayor número de estimaciones sucesivas N_{rep} . Por lo tanto, se considera la prueba o configuración número 1 como la estimación más puntual de resistencia eléctrica en los especímenes

Tabla 6.1: ESTADÍSTICOS OBTENIDOS DEL ESTIMADOR DE PROPIEDADES ELÉCTRICAS EN TRES ESPÉCIMENES DE ACERO.

No.	Espécimen 1	Espécimen 2	Espécimen 3
	μ, σ ($\mu\Omega$)	μ, σ ($\mu\Omega$)	μ, σ ($\mu\Omega$)
1	314.25, 0.51	300.80, 0.52	311.25, 0.54
2	314.78, 0.49	301.40, 0.51	311.79, 0.51
3	315.08, 0.54	302.14, 0.42	312.08, 0.52
4	316.70, 0.62	302.31, 0.47	313.70, 0.49
5	317.43, 0.61	301.63, 0.47	314.43, 0.54
6	314.78, 0.68	301.40, 0.69	311.79, 0.69
7	315.07, 0.78	302.14, 0.78	312.08, 0.63
8	316.29, 0.62	302.19, 0.73	313.29, 0.67
9	316.56, 0.59	301.80, 0.59	313.56, 0.85
10	316.33, 0.78	302.14, 0.56	312.92, 0.91
11	315.07, 0.98	302.14, 1	312.08, 0.92
12	316.29, 0.95	302.19, 0.95	313.29, 1.04
13	317.17, 0.91	302.01, 1.04	314.17, 0.95
14	316.78, 1.08	303.04, 1.16	313.78, 1
15	316.33, 0.88	302.82, 0.76	313.33, 1.17

de acero AISI-1045 utilizados. Sin embargo, debido a que la decarburización es una reacción rápida, la cual podría cambiar la resistencia eléctrica del material en cuestión de minutos, utilizar el mejor estimador tomaría un tiempo de 4h 16min ocasionando alteraciones en los parámetros eléctricos y resultados en una incorrecta estimación de resistencia; por lo tanto, se exploran configuraciones más rápidas para esta aplicación.

Para determinar cuál es la mejor estimación para el sistema de caracterización eléctrica, es necesario identificar cómo el número de datos N y el número de estimaciones sucesivas N_{rep} afectan la estimación de la resistividad eléctrica en los especímenes.

En la [Figura 6.1](#) se muestran las estimaciones realizadas con el número de datos por estimación $N = 1024$, pero con distintos valores de estimaciones sucesivas N_{rep} . En la imagen se observan los histogramas de las estimaciones y sus aproximaciones a distribuciones normales con sus estadísticos de media y desviación estándar. A partir de la graficación de estos datos, se determina que cuando disminuye la cantidad de estimaciones sucesivas N_{rep} , existe un creciente desfase del valor medio de la resistencia, se trazaron dos líneas punteadas con el valor mínimo ($314.25\mu\Omega$) y máximo ($317.43\mu\Omega$) de las medias para representar el rango de las estimaciones. El comportamiento observado en la imagen consistente en los tres especímenes estudiados.

Por otro lado, es necesario observar el comportamiento de las estimaciones cuando la cantidad de estimaciones sucesivas N_{rep} se mantiene constante, pero con un número de datos N variable. En la [Figura 6.2](#) se muestra este comportamiento y se deduce que entre menor sea el número de datos N , mayor será la variabilidad en las estimaciones. De la misma manera, se observa un rango de estimaciones con un valor mínimo de $314.25\mu\Omega$ y un valor máximo de $314.87\mu\Omega$.

En la experimentación, el estimador con la configuración 10 ($N = 512, N_{rep} = 20$) destacó por el corto tiempo necesario para realizar cada estimación en 8mín y un valor de resistencia eléctrica en el intervalo: $[315.36, 318.48]\mu\Omega$ para el espécimen 1, $[302.02, 304.26]\mu\Omega$ en el espécimen 2 y $[312.1, 315.74]\mu\Omega$ en el espécimen 3. En la [Figura 6.3](#) se compara este estimador (rojo) con otras dos configuraciones mediante sus histogramas y aproximaciones a una distribución normal: la estimación más puntual

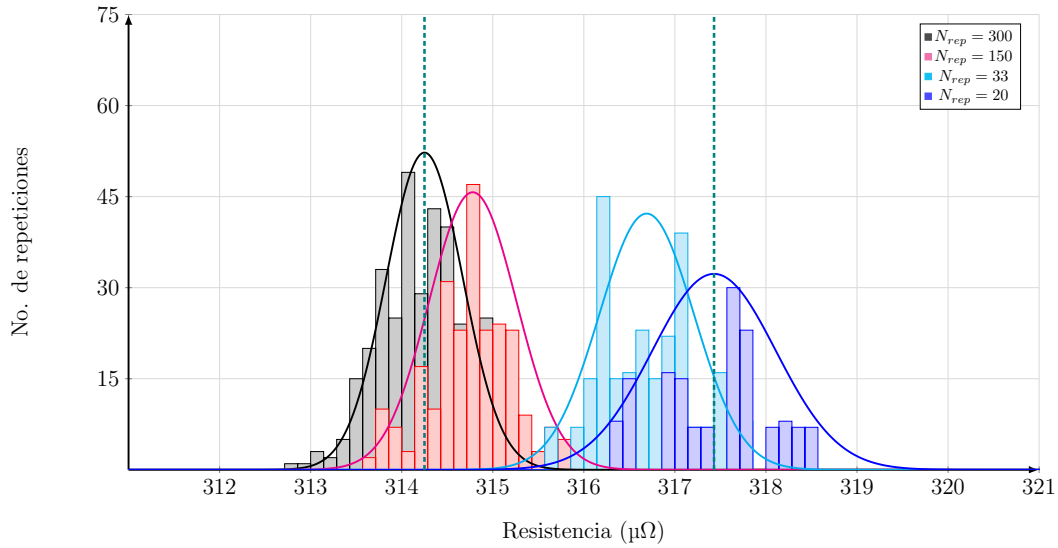


Figura 6.1: Estimaciones de $N = 1024$ a distintos valores de N_{rep} en espécimen 1.

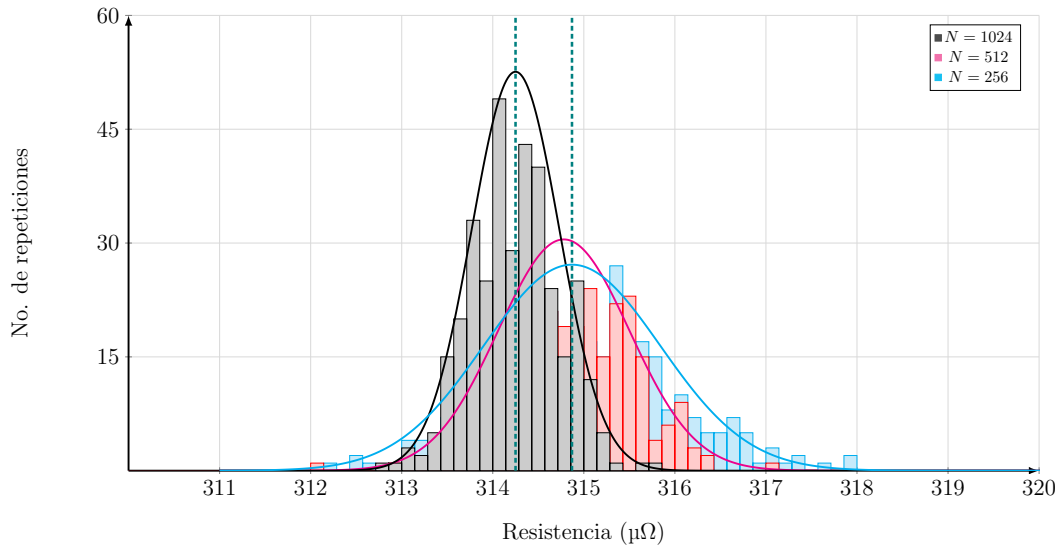


Figura 6.2: Estimaciones de $N_{rep} = 300$ a distintos valores de N en espécimen 1.

$N = 1024, N_{rep} = 300$ (negro) y la estimación más rápida (cyan) $N = 256, N_{rep} = 20$ con una duración de 4mín y la mayor dispersión en la estimación.

La estimación 10 tiene un número de datos por estimación considerable $N = 512$ y una reducida cantidad de sucesiones sucesivas $N_{rep} = 20$, la cual difiere en menos de $3\mu\Omega$ con las estimaciones más puntuales (estimación 1), en una duración total 32 veces más reducida. Por lo anterior, este estimador fue elegido para el sistema de caracterización eléctrica en el desarrollo experimental, ya que es ideal para pruebas medición de capa decarburizada por su corto tiempo y precisión.

Una vez seleccionado el estimador para su implementación en las dos caracterizaciones eléctricas, es posible compararlo con otros métodos de obtención de la resistividad eléctrica en los especímenes de acero. En la siguiente sección se describe la medición de la resistividad utilizando el método directo de

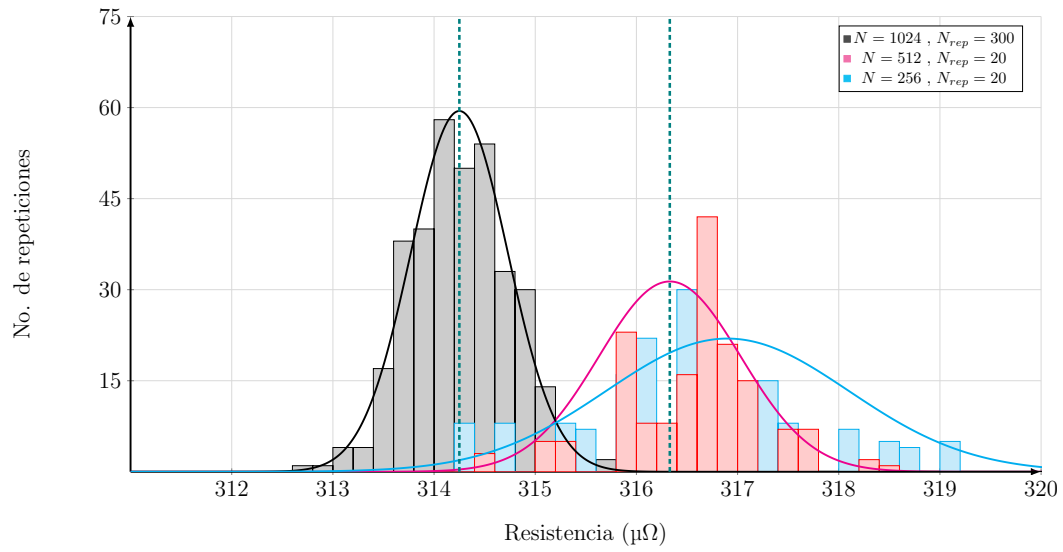


Figura 6.3: Estimador $N = 512, N_{rep} = 20$ implementado en sistema de caracterización eléctrica comparado con otras dos configuraciones.

voltaje y corriente en comparación con el estimador de propiedades eléctricas, y se realiza un ANOVA del cambio de resistencia eléctrica en los especímenes de acero.

6.2 Análisis de Resistencia Eléctrica

Con base en los datos experimentales de voltaje y corriente obtenidos de la primera caracterización eléctrica (sin capa decarburada) y de la segunda caracterización eléctrica (con capa decarburada), se determinaron los estadísticos de media μ y desviación estándar σ de los parámetros eléctricos mediante la relación directa entre voltaje, corriente y resistencia eléctrica con la ecuación (4.23), los cuales se muestran en la [Tabla 6.2](#).

Tabla 6.2: DATOS ESTADÍSTICOS DE RESISTENCIA EN ESPECÍMENES.

Especímen	Sin decarburar	Decarburado
	μ, σ ($\mu\Omega$)	μ, σ ($\mu\Omega$)
P1	314.12 , 15.21	258.66 , 19.43
P2	316.10 , 15.99	285.72 , 18.15
P3	226.11 , 18.04	249.61 , 23.36
P4	301.65 , 15.97	261.63 , 15.90
P5	314.12 , 15.21	252.32 , 15.72
P6	231.71 , 19.61	264.14 , 18.91
P7	273.52 , 11.60	300.94 , 11.60
P8	232.47 , 10.02	258.66 , 19.43

Una vez realizada la estimación de los parámetros eléctricos de los especímenes en ambas caracterizaciones eléctricas, se realiza el ANOVA. Este análisis determina si las estimaciones de resistencia previas a la decarburación, y con cierto grado de decarburización, tienen diferencias estadísticamente significativas en cada espécimen; es decir, comprobar cuantitativamente que someter los especímenes a reacciones sólido-gas afecta la resistencia eléctrica.

Con base en [65], se implementa el ANOVA para calcular el nivel de significancia estadística. En el análisis se introdujeron las estimaciones de resistencia eléctrica decarburadas y sin decarburar de todos los especímenes y se generaron los resultados mostrados en la [Tabla 6.3](#) en formato APA, Este formato arroja los estadísticos de: suma cuadrática de los datos, el valor f de la distribución Fisher-Snedecor y el *valor - p*. Además, la tabla calcula la sumatoria cuadrática de los residuos, este valor se obtiene de la diferencia entre cada estimación de resistencia y la media global de todos los datos y permite cuantificar la variabilidad de los datos atípicos que son mucho más grandes o más pequeños que el resto.

Tabla 6.3: TABLA ANOVA.

	Sumatoria cuadrática	Valor F	Valor- p
Resistencia	1.5 - 8	18	0.0000263
Residuos	$8.65e - 10$		

De acuerdo a [132], el estadístico de la sumatoria de desviaciones cuadráticas (RSS) y calcula la variabilidad de las estimaciones con respecto a la media muestral, este valor se calcula mediante la ecuación (3.43). El *valor - p* evalúa la hipótesis nula H_0 , la cual establece que todas las medias de los grupos o conjunto de muestras son iguales entre sí y no existe una diferencia estadística en los datos introducidos. Por lo tanto, si el *valor - p* < 0.05 la hipótesis nula se rechaza y se cumple con la hipótesis H_1 , la cual afirma que alguna media de un conjunto de datos es distinta a las demás medias del resto de valores.

Este $valor - p$ se obtiene de la distribución f , la cual cuantifica la variación entre la media de los grupos; es decir, si la hipótesis nula H_0 el valor F sería muy cercano a 1, ya que mientras más grande sea F, mayor será la variación entre las medias de los grupos.

Con lo anterior, al introducir las estimaciones de resistencia de todos los especímenes con decarburización y sin decarburización se calcula un valor $p < 0.00002$; por lo tanto, se rechaza la hipótesis nula H_0 y se establece que existe una diferencia o relevancia estadística entre las medias de las estimaciones de resistencia eléctrica con la afirmación que la presencia de una capa de decarburización en especímenes de acero AISI-1045 modifica su resistencia eléctrica.

Sin embargo, el $valor - p$ del ANOVA indica que existe una diferencia o relevancia estadística entre las medias, pero no hace distinción en cada uno de los especímenes. Para esto, se realiza el análisis Tukey, el cual compara un par de conjuntos mediante el ANOVA. La [Tabla 6.4](#) muestra el análisis Tukey para los conjuntos de estimaciones en las dos caracterizaciones eléctricas (con y sin capa decarburada) para cada uno de los especímenes de acero AISI-1045.

Tabla 6.4: ANÁLISIS TUKEYHSD.

Espécimen	Diferencia de medias ($\mu\Omega$)	Mínimo ($\mu\Omega$)	Máximo ($\mu\Omega$)	Valor-p
1	57.5	55.8	59.3	< 0.00002
2	30.3	28.6	32.06	< 0.00002
3	21.8	20.1	23.5	< 0.00002
4	42.1	40.3	43.8	< 0.00002
5	58.3	56.6	60	< 0.00002
6	31.0	29.3	32.8	< 0.00002
7	17.5	15.8	19.2	< 0.00002
8	66.7	65	68.4	< 0.00002

De acuerdo a [\[133\]](#), el análisis Tukey entrega la diferencia de medias entre las estimaciones previas y posteriores a las reacciones sólido-gas, los estadísticos de mínimo y máximo describen el intervalo donde se puede estimar el valor de la diferencia de medias en un 95%. De la misma manera que el ANOVA, el $valor - p$ en cada uno de los especímenes se estima en un valor < 0.00002 en el análisis Tukey, lo que significa que existe una diferencia o relevancia estadística entre las medias de las estimaciones de resistencia eléctrica antes y después de exponerlos a reacciones sólido-gas en cada uno de los ocho especímenes estudiados; por lo tanto, la resistencia eléctrica se modifica, como resultado de la decarburización, en toda la experimentación de esta investigación.

Una vez realizado el ANOVA y el análisis Tukey, es posible estudiar las estimaciones realizadas con el estimador de propiedades eléctricas en comparación con otro tipo de estimaciones directas; por ejemplo, mediante la Ley de Ohm.

En la [Figura 6.4](#) se observan los histogramas de algunos especímenes de acero, sus aproximaciones a distribuciones normales de acuerdo a sus estadísticos. En la gráfica se aprecia cómo la estimación de resistencia eléctrica mediante el método directo $R = V/I$ cuenta con una alta dispersión, esto se debe al ruido provenientes de los componentes del sistema, los instrumentos de medición, entre otros. Para minimizar esta variabilidad se implementa el estimador de propiedades eléctricas descrito en la sección anterior.

En la [Figura 6.5](#) se observan los histogramas de las estimaciones de resistencia sobre un espécimen de acero con el método directo [\(4.23\)](#) (gris) y utilizando el estimador de propiedades eléctricas (azul). En la gráfica se observa una reducción en la variabilidad de las estimaciones de hasta un 92% cuando se hace uso del estimador de propiedades eléctricas en comparación con el método directo de $R = V/I$. En ambas estimaciones el valor de la media no se ve afectado, lo cual indica una minimización de las

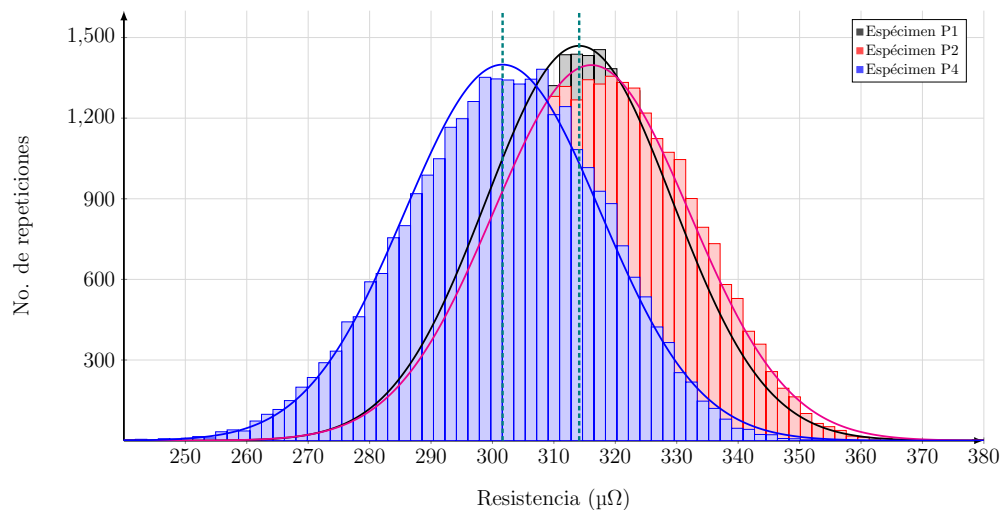


Figura 6.4: Histogramas de resistencia experimental en especímenes mediante método directo $R = V/I$.

variaciones presentes en el sistema sin alterar el cálculo de la resistencia eléctrica. Este comportamiento se presentó en los ocho especímenes de acero al utilizar el estimador de propiedades eléctricas.

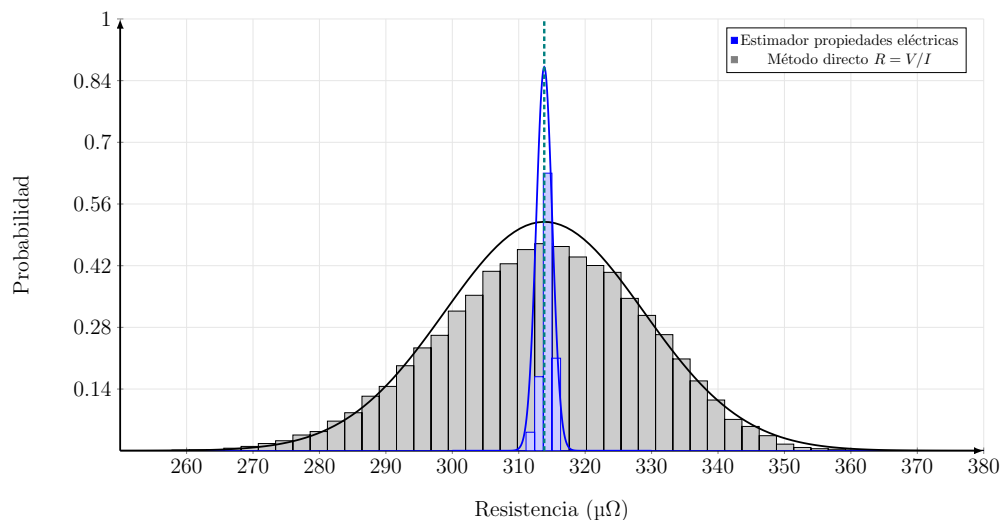


Figura 6.5: Estimación por método directo vs. estimador de propiedades eléctricas.

Una vez implementado el estimador de propiedades eléctricas en la primera caracterización eléctrica, los especímenes se someten a un tratamiento térmico para desencadenar mecanismos de reacción entre el acero y los gases en la atmósfera, propiciar la oxidación, y posteriormente, generar una capa decarburada en la superficie del acero. Este proceso de reacciones sólido-gas genera cambios en las propiedades eléctricas del acero AISI-1045 debido a los cambios microestructurales en la capa de decarburización, y por lo tanto, una variabilidad en la estimación de la resistencia eléctrica de cada espécimen utilizando las mismas características de entrada y el mismo estimador de propiedades eléctricas.

Con base en las estimaciones obtenidas de estas dos caracterizaciones eléctricas, en la [Figura 6.6](#) se grafica el cambio de resistencia eléctrica de los especímenes de acero al ser sometidos a las reacciones

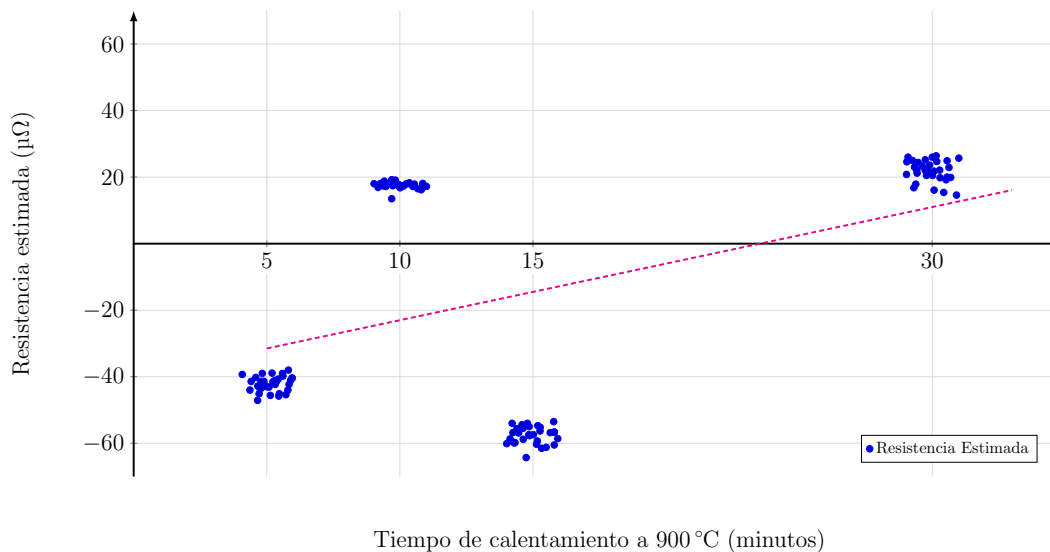


Figura 6.6: Gráfica de variabilidad de resistencia eléctrica en especímenes.

sólido-gas. En la imagen se observa una reducción en la resistencia cuando el espécimen se calienta a 900°C durante 5 y 15 mín; sin embargo, cuando el acero AISI-1045 sufre un tratamiento térmico de 900°C durante 10 y 30 mín la resistencia estimada aumenta.

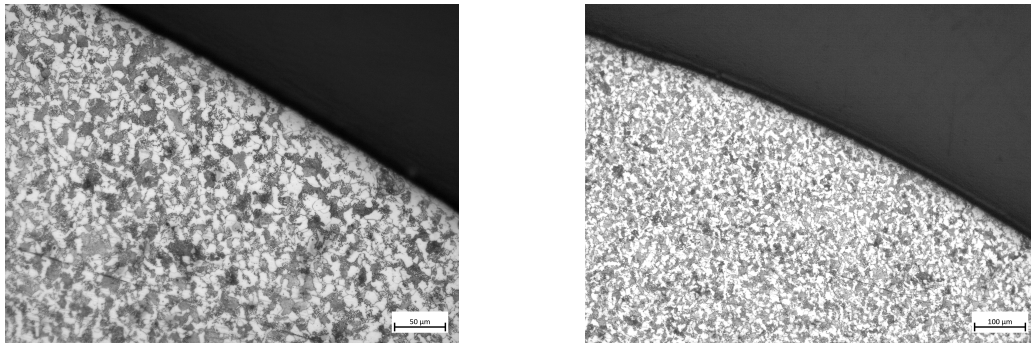
Esta fluctuación se debe a que la generación de la capa de FeO en la capa superficial del acero reduce la cantidad de carbono en el espécimen, el cual propicia la oxidación en la superficie del material, y subsecuentemente, la generación de la capa de decarburización. En la imagen se traza una línea punteada (magenta) la cual marca una de tendencia considerando los cambios de resistencia eléctrica en todas las experimentaciones. Esto se debe a que conforme aumenta el déficit de carbono en el material, en la red cristalina se generan dislocaciones entre granos microestructurales del acero AISI-1045, y por ende, la resistencia eléctrica tiende a aumentar.

Por lo anterior, en la siguiente sección se detallan los resultados obtenidos de la medición de profundidad de decarburización, con la finalidad de validar mediante análisis metalográfico el cambio de resistencia eléctrica en los especímenes de acero.

6.3 Profundidad de Capa de Decarburización

En la [Sección 5.7](#) se describió el procedimiento de análisis metalográfico sobre los especímenes de acero, el cual consiste en la identificación y medición de la capa decarburada presente en los especímenes de acero AISI-1045 después de someterlos a reacciones sólido-gas controladas. En esta sección se describen los resultados obtenidos de este análisis y se mencionan las características más sobresalientes.

En la [Figura 6.7](#) se muestran metalografías de los dos especímenes expuestos a 900°C durante 5min donde la microestructura compuesta de carbono y ferrita en el acero se muestra uniforme a lo largo de toda la imagen; por lo tanto, en esta curva de calentamiento no se generó una capa superficial de decarburización en el acero AISI-1045.

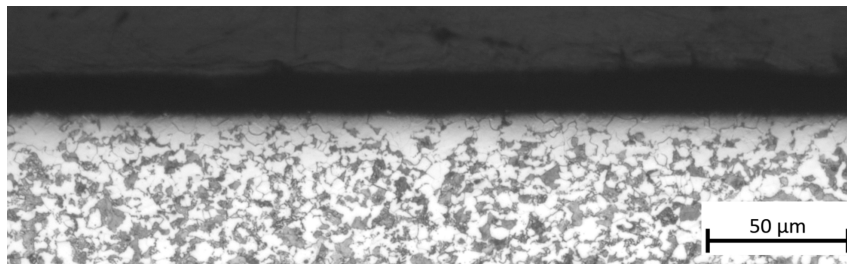


(a) Enfoque de 50µm por cada 300 píxeles.

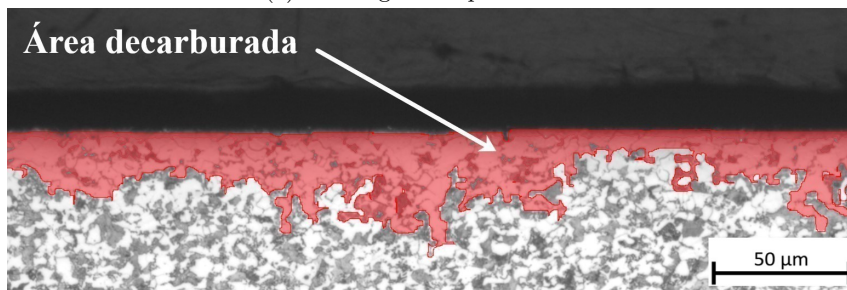
(b) Enfoque de 100µm por cada 300 píxeles.

Figura 6.7: Especímen con tratamiento térmico de 900°C por 5min.

Por otro lado, en la [Figura 6.8](#) se observan metalografías de un espécimen expuesto durante 10min, en la cual se identificó una capa superficial de decarburización.



(a) Metalografía espécimen P7.

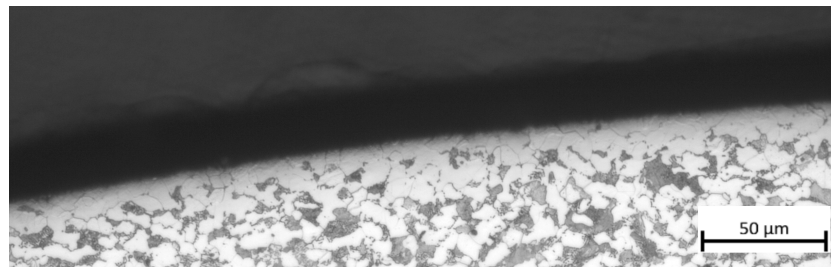


(b) Identificación de área decarburada.

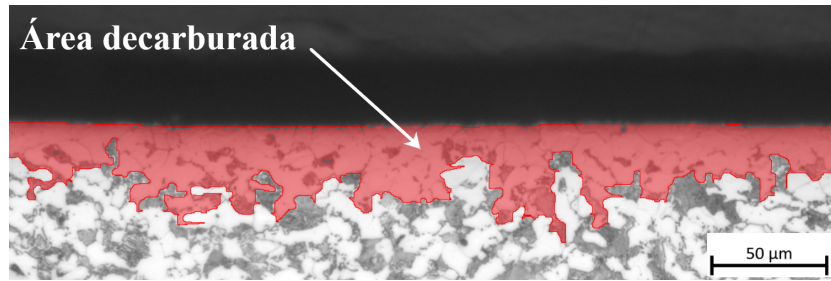
Figura 6.8: Especímen con tratamiento térmico de 900°C por 10min.

Con la metodología de procesamiento se identifican los granos microestructurales afectados por la decarburización, en la [Figura 6.8b](#) se sobrepuso la máscara que contiene el área decarburizada con base en la metodología de identificación. A partir de esta máscara que delimita el área de decarburización, el *script* implementado en el análisis medirá la cantidad de píxeles y se determinará la profundidad de capa decarburada.

De la misma manera, en la [Figura 6.9](#) se muestran las metalografías de un espécimen calentado a 900°C por 15min, en comparación con los especímenes calentados durante 10min, existe una mayor área afectada por la decarburización. A su vez, la profundidad de capa decarburada mostrada en [Figura 6.10](#) presenta una decarburización más profunda y uniforme, los granos de ferrita disminuyen su tamaño de grano si se comparan con las metalografías de los especímenes expuestos a 5, 10 y 15mín.



(a) Metalografía espécimen P1.



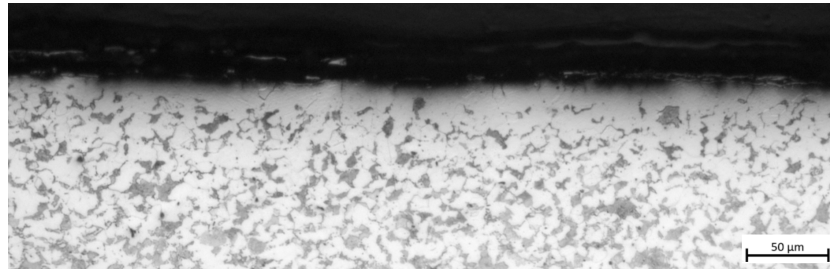
(b) Identificación de área decarburada.

Figura 6.9: Especímen con tratamiento térmico de 900°C por 15min.

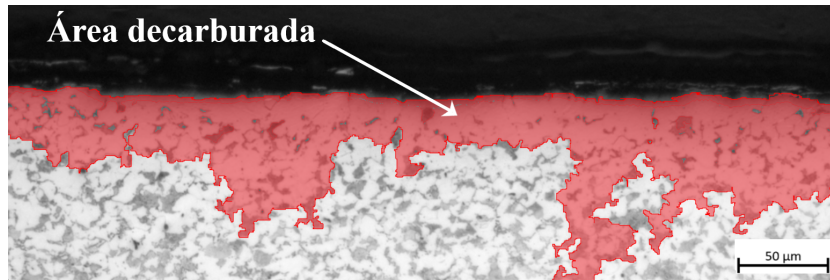
El *script* implementado para la descripción estadística realiza la medición de más de 2000 *slices* en cada una de las metalografías analizadas; a partir de estos datos, se seleccionaron aleatoriamente 512 mediciones y se obtuvo su media estadística para determinar una profundidad de capa decarburada. La [Figura 6.11](#) grafica las medias obtenidas de las metalografías con curvas de calentamiento durante 5, 10, 15 y 30 minutos a 900°C; además, se traza una línea de tendencia (magenta) que traza el crecimiento de capa decarburada, es posible describir matemáticamente esta tendencia mediante la ecuación:

$$d_{decarb} = 2.46x - 11.339 \quad (6.1)$$

siendo x el tiempo de calentamiento y d_{decarb} es la profundidad de decarburización en μm . La ecuación (6.1) es una aproximación al proceso de decarburización en los especímenes de acero, el cual indica que un incremento en el tiempo de calentamiento conlleva a un mayor crecimiento en la capa de decarburación; por ejemplo, se toma en cuenta que con una exposición de 5min a 900°C no se genera una capa de decarburización, mientras que a 10min se estima una profundidad media de decarburización de 15 μm ; de la misma manera, a 15min la pérdida de carbono en el acero provoca una capa superficial media de 26 μm , finalmente, a 30min la capa de decarburización incide hasta 61 μm . Esta tendencia indica que conforme se incrementa el tiempo de exposición del acero AISI-1045 a 900°C se espera un aumento en la profundidad de la capa de decarburización.



(a) Metalografía espécimen P3.



(b) Identificación de área decarburada.

Figura 6.10: Especimen con tratamiento térmico de 900°C por 30min.

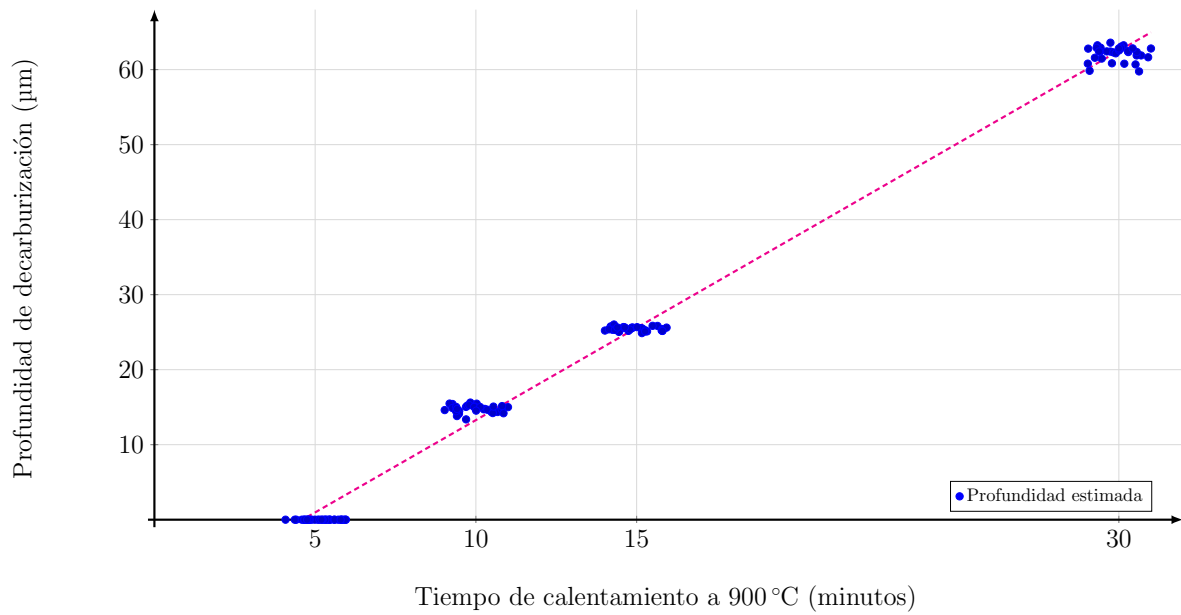


Figura 6.11: Evolución de capa decarburada en acero AISI-1045.

6.4 Conclusión del Capítulo

En este capítulo se describieron los resultados obtenidos de la estimación de la resistencia eléctrica en especímenes de acero AISI-1045. Para el estimador de propiedades eléctricas se realizaron 15 estimaciones distintas variando sus parámetros de número de datos por estimación N y la cantidad de estimaciones sucesivas N_{rep} ; de esta manera, a partir de la media, la desviación estándar y el tiempo de estimación se eligió la configuración de $N = 512$, $N_{rep} = 20$, la cual realiza su conjunto de estimaciones en un tiempo de 8min. Este estimador de propiedades eléctricas es eficiente en minimizar la variabilidad producida por las limitaciones físicas del sistema y el ruido de los sensores, reduciendo hasta un 92% la desviación si se compara con métodos de estimación de resistencia eléctrica directos como la ley de Ohm $R = V/I$. Además, el ANOVA estableció una relevancia estadística entre la resistencia eléctrica y la decarburización en especímenes de acero AISI-1045. Finalmente, el proceso metalográfico concretó que conforme aumenta el tiempo de calentamiento existe un incremento visible en la medición de la capa decarburada.

CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES, OBSERVACIONES Y TRABAJO FUTURO

Esta investigación tuvo como fundamento el estudio del fenómeno de decarburización y su influencia en las características eléctricas de un material.

El desarrollo experimental constó de cuatro etapas: *i)* primera caracterización eléctrica, donde se realizaron mediciones experimentales de voltaje y corriente en especímenes de acero por medio de un sistema embebido de aplicación en Tiempo-Real, para calcular su resistencia eléctrica mediante un estimador de propiedades eléctricas, cuyos parámetros fueron establecidos de acuerdo al sistema; *ii)* reacciones sólido-gas, en esta etapa los especímenes se expusieron a curvas de calentamiento definidas para incidir en la oxidación del material y generar una capa de decarburización; *iii)* segunda caracterización eléctrica, se volvió a estimar la resistencia eléctrica de los especímenes con cierto grado de decarburización utilizando el mismo estimador de propiedades eléctricas de la primera etapa y se realizó una correlación entre la resistencia eléctrica con decarburización y sin decarburización; *iv)* revelado óptico con metalografías, en esta última etapa se realizó un procesamiento metalográfico donde se midió la profundidad de decarburización en los especímenes.

La implementación de un sistema embebido de aplicación en Tiempo-Real para el desarrollo experimental brindó una repetitividad y sincronía en todas las experimentaciones realizadas, ya que fue posible fijar una sincronización en la medición e inyección de señales conocidas a la entrada del sistema. Para el sistema de caracterización eléctrica de esta investigación se logró una velocidad de muestro máxima de 50ms, debido a las limitaciones físicas de los componentes en el sistema como la fuente de alimentación y los sensores de voltaje y corriente.

Para la caracterización eléctrica de los especímenes de acero AISI-1045 mediante la medición experimental de voltaje y corriente, se implementaron 15 estimadores de resistencia eléctrica con distintos datos por estimación $N = 1024, 512, 256$ y diverso número de estimaciones sucesivas $N_{rep} = 300, 150, 75, 33, 20$; de los cuales, la configuración $N = 512, N_{rep} = 20$ se eligió como el estimador más eficiente por su equilibrio entre su corto tiempo en realizar las 20 estimaciones en 8min; es decir, 24s en obtener una estimación, el margen de error de $3\mu\Omega$ con respecto a estimaciones más precisas y una desviación de hasta $0.92\mu\Omega$, esto permitirá su aplicación en sistemas de caracterización eléctrica mientras se lleva a cabo el tratamiento térmico.

Además, se calculó una reducción de hasta un 92% de variabilidad (desviación estándar) en los datos cuando se utiliza este estimador en comparación con métodos directos de estimación que no consideran el ruido generado por el sistema.

Con base en los resultados de esta investigación, y mediante el ANOVA, se determinó que la presencia de una capa de decarburización modifica la resistencia eléctrica de especímenes de acero AISI-1045 expuestos a curvas de calentamiento de hasta 900 °C.

Por otro lado, al realizar las comparaciones de resistencia eléctrica estimada con y sin capa de decarburización se obtiene un incremento en la resistencia eléctrica cuando el tiempo de calentamiento aumenta. Como parte del estado del arte, se observó un comportamiento similar a la investigación de [77] en donde se plantea una alta resistencia eléctrica cuando especímenes de acero AISI-1045 debido a la alta presencia de ferrita en la microestructura del material.

Con la medición de la capa de decarburización fue posible identificar las microestructuras afectadas por el déficit de carbono en el acero y fue posible aproximar una tendencia de crecimiento de capa decarburada en función de la duración del tratamiento térmico con una ecuación lineal de la forma:

$$d_{decarb} = 2.46x - 11.339 \quad (7.1)$$

siendo x el tiempo de calentamiento y d_{decarb} es la profundidad de decarburización en μm . Esta aproximación indica que conforme se incrementa el tiempo de exposición del acero AISI-1045 a 900°C se espera un aumento en la profundidad de la capa de decarburización, esta aseveración fue consistente en todos los especímenes estudiados. Sin embargo, este modelo es aplicable para tiempos cortos de calentamiento (5, 10, 15 y 30min) y cuando los especímenes de acero alcanzan una temperatura máxima de 900°C expuestas a una atmósfera de 20.17% de O_2 .

7.1 Observaciones

Durante este trabajo de investigación se identificaron algunas áreas de oportunidad para mejorar los resultados obtenidos.

Uno de los planteamientos iniciales para el desarrollo experimental había sido el uso de hasta 16 especímenes de acero AISI-1045 para realizar más experimentaciones con distintas curvas de calentamiento; sin embargo, las regulaciones implementadas por el estado de emergencia sanitaria de COVID-19, las cuales restringieron el acceso a los laboratorios de reacciones sólido-gas y análisis metalográfico limitaron la obtención y maquinado de una mayor cantidad de especímenes de acero. Además, estas restricciones acotaron el estudio de la cinética de decarburización debido a la falta de especímenes de acero, ya que no se pudieron extender los tiempos de calentamiento en las reacciones sólido-gas ni hubo una repetitividad en los experimentos.

El sistema de caracterización eléctrica es utilizado para calentamiento de piezas metálicas por efecto Joule y los sensores de corriente y voltaje fueron adaptados para el desarrollo de este trabajo de investigación; por ende, los cables que conectaban la fuente de alimentación a los especímenes de acero se encontraban deteriorados por las altas temperaturas y generaban una variabilidad adicional que se presentaba en las mediciones, al cambiar este material se apreció una mejora en la inyección de corriente.

En el desarrollo del sistema embebido en Tiempo Real la bibliografía consultada era limitada, por lo que una gran parte del trabajo de investigación fue la implementación y optimización de la inyección de corriente en el sistema, la sincronía con los sensores de voltaje y corriente, y la interfaz de usuario. Además, debido a que la medición de voltaje en el sistema se encuentra en el orden de los mV, fue necesario implementar métodos de acondicionamiento para aumentar la resolución del sensor.

Debido a la geometría circular de los especímenes de acero fue necesario un procesamiento para el revelado óptico a través de metalografías, este proceso puede omitirse si se busca el maquinado

de especímenes con superficies planas, de esta manera, la medición de la decarburización sería más óptima.

7.2 Trabajo Futuro

Una ventaja del estimador de propiedades eléctricas desarrollado es su velocidad de estimación y puede ser utilizado para calcular parámetros eléctricos mientras que lleva a cabo un tratamiento térmico en materiales conductores; por lo tanto, es posible implementarlo en sistemas que analicen la cinética de evolución de un fenómeno físico o químico a través del tiempo.

Para lograr mayores tiempos de muestreo y sincronización implementando es recomendable diseñar un sistema la inyección de corriente acorde las propiedades que se quieran estimar y la geometría de los especímenes de estudio. Esto motiva a continuar utilizando sistemas especializados en aplicaciones en Tiempo Real para implementar herramientas de identificación de sistemas y estimación de parámetros en futuros trabajos de investigación.

APÉNDICE A

ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE PARÁMETROS ELÉCTRICOS

A.1 Generación de Señales de Excitación

Como se describe en la [Sección 5.8](#), el sistema embebido de Tiempo Real realiza la lectura de un archivo CSV y configura la fuente de alimentación que inyecta corriente a los especímenes de acero. Este sistema embebido es capaz de establecer un periodo de escaneo definido por el usuario mediante la ventana de propiedades del módulo cRIO-9076. En la [Figura A.1](#) se muestra la ventana de propiedades con un periodo de escaneo de 50ms.

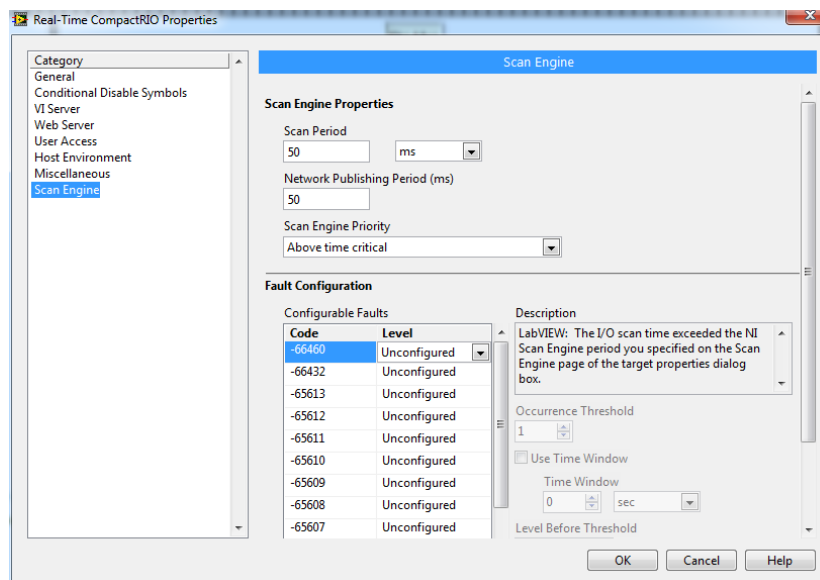


Figura A.1: Velocidad de escaneo del sistema embebido a 50ms.

Por lo tanto, es posible generar la señal de excitación mediante MATLAB con características específicas. Para el desarrollo de esta experimentación, se implementaron señales aleatorias normalizadas o señales de ruido blanco con una distribución $N(\mu = 10, \sigma = 2)$. El comando de MATLAB `randn(r,c)` genera una matriz de r filas por c columnas de dimensión.

La primera parte del código muestra la generación de una señal aleatoria y su subsecuente exportación a un archivo CSV, donde es posible establecer la cantidad de números aleatorios normalizados con $N = 1024$ y $N_{rep} = 300$.

```

1 N=1024;
2 Nrep=300;
3 A=10+randn(N*Nrep,1)*2;
4 csvwrite('randn_1024_300.csv',A)

```

En la [Figura A.2](#) se observa el histograma de los datos generados por el código anterior y su aproximación a una distribución normal $N(10, 2)$.

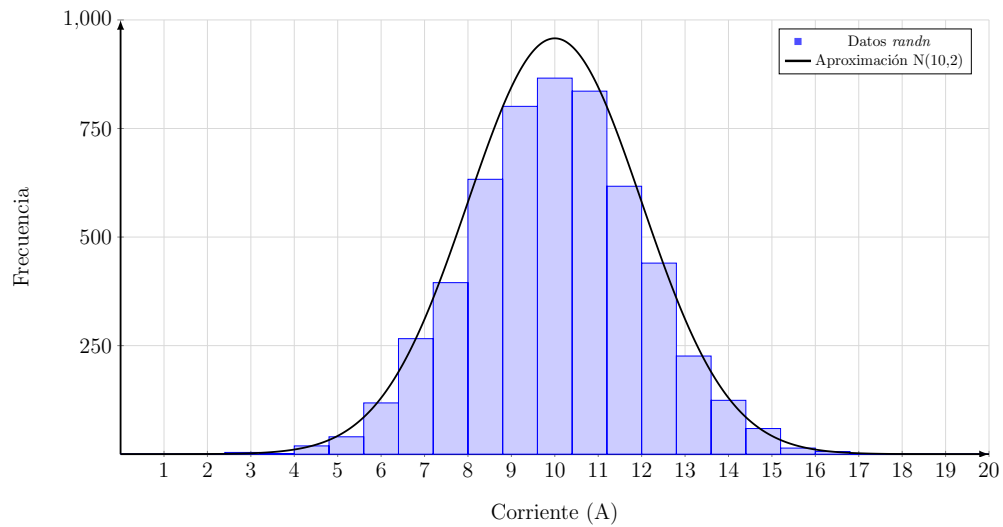


Figura A.2: Histograma de señal ruido blanco con aproximación a distribución normal $N(10, 2)$.

A la salida del sistema embebido de Tiempo Real se genera un archivo CSV con los datos experimentales, como se muestra en la [Tabla A.1](#), la cual entrega la información medida con los sensores de voltaje (**Voltaje**) y corriente (**Corriente**) con el valor de entrada (**Input Data**) inyectado en la fuente de alimentación.

A.2 Estimador de Propiedades Eléctricas

Una vez generados los archivos CSV de salida en cada uno de los especímenes de acero, se crea un algoritmo en MATLAB que implemente el estimador de propiedades eléctricas (5.14) con las 15 configuraciones de cantidad de puntos de medición N y el número de repeticiones sucesivas N_{rep} .

Tabla A.1: DATOS GENERADOS EN ARCHIVO CSV DE SALIDA DEL SISTEMA EMBEBIDO.

Input Data	Corriente	Voltaje
11.143	9.84871177	0.0031029
11.929	10.13596645	0.00303231
9.6493	11.10942081	0.0035522
11.966	12.24045487	0.00382803
9.5577	10.99530398	0.00316982
10.886	11.75950847	0.00379126
10.905	10.95255477	0.00313713
8.7924	11.06238954	0.00348562
9.7468	11.49173715	0.00350563
9.3662	10.17393402	0.00287013
9.4329	10.09678563	0.00313863
10.845	10.24523028	0.00301917
11.777	10.13653739	0.00303426
8.961	11.07801905	0.00344425
10.117	12.08401704	0.00379153
10.222	10.58529699	0.00295824
10.135	10.39189074	0.00322193
10.744	10.79390455	0.0033078
9.3883	10.81381612	0.00327593
10.742	11.17700594	0.0034605
11.132	10.49922764	0.00304465
9.5587	10.89374785	0.00343002
9.475	11.55446929	0.00357749
10.047	10.725463	0.00311957
10.942	10.2046221	0.00307229
8.8266	10.54961318	0.003212
9.4449	11.2258214	0.00353932
11.934	10.21625502	0.0028892
10.906	9.93271146	0.00303361
8.1727	11.73303108	0.00383475
9.5836	11.81924317	0.00355224
9.811	9.78291083	0.00273059
9.378	9.80139504	0.00309762
10.951	10.40752025	0.00318141
12.155	10.1845678	0.00301895
9.7978	11.06874126	0.0035035
11.281	12.27849381	0.00390109
10.397	11.25672358	0.00320345
10.252	11.42686399	0.00360435
10.427	11.30090013	0.00337097
10.602	10.99409073	0.00331105
9.1096	11.0115758	0.00337254
9.2417	11.19820213	0.00341757
9.1821	10.29040598	0.00295356
10.402	9.85891734	0.00298168

La primera parte del código consiste en leer los valores contenidos en los archivos CSV, con MATLAB es posible leer varios archivos al mismo tiempo.

```

1 N=[1024 512 256]; % Matriz con N de puntos de medicion
2 Nrep=[300 150 75 33 20]; % Matriz con repeticiones sucesivas
3 myCell=cell(length(N),2);
4 A=zeros(300,15);
5 [filename, filedir] = uigetfile('*.csv', 'Multiselect', 'on');
6 path = fullfile(filedir, filename);
7 path = path';
8 file = struct('name', path); % Lectura de multiples archivos CSV
9 count=1;

```

La siguiente sección de código contiene el algoritmo de la ecuación (5.14) con un ciclo que estima los valores de resistencia eléctrica con las 15 configuraciones de N y N_{rep} . El algoritmo ordena aleatoriamente los pares de datos experimentales e implementa el estimador de propiedades eléctricas.

```

1 for i=1:length(filename)
2     for j=1:length(N)
3         for k=1:length(Nrep)
4             x=[];
5             import{i} = csvread(file(i).name,4,0);
6             indx = randperm(N(j)*Nrep(k)); % Seleccion aleatoria de indices
7             for m=1:(N(j)*Nrep(k))
8                 data(m,:) = import{i}(indx(m),:);
9             end % Colocacion aleatoria de datos experimentales
10            Iest = reshape(data(:,2),N(j),Nrep(k)); % Matriz de corriente
11            Vest = reshape(data(:,3),N(j),Nrep(k)); % Matriz de voltaje
12            for l=1:Nrep(k)
13                R(l)=Vest(:,l) '* Iest(:,l)/(Iest(:,l) '* Iest(:,l));
14            end % Estimador de propiedades electricas
15            R=[R. '; zeros(300-Nrep(k),1)]
16            A(:,count)=R;
17            count = count + 1;
18            Iest = [];
19            Vest = [];
20            R = [];
21            data = [];
22        end
23    end

```

La última sección del código de MATLAB comprende la creación del archivo CSV con las estimaciones de resistencia eléctrica en las 15 configuraciones establecidas en la experimentación. Para insertar un identificador de cada columna con los valores de estimación, es necesario realizar un formato separado por comas a los encabezados e insertarlos en el archivo CSV.

```

1 filenameF = sprintf('estimator_%d.csv',i); % Creacion de archivo CSV
2 cHeader = {'res1024_300' 'res1024_150' 'res1024_75' 'res1024_33' '
      res1024_20' 'res512_300' 'res512_150' 'res512_75' 'res512_33' '
      res512_20' 'res256_300' 'res256_150' 'res256_75' 'res256_33' '
      res256_20'}; % Encabezado de cada estimacion
3 commaHeader = [cHeader; repmat({' ',''},1,numel(cHeader))];
4 commaHeader = commaHeader(:)';
5 textHeader = cell2mat(commaHeader); % Formato CSV a encabezados
6 fid = fopen(filenameF,'w'); % Escritura encabezados en archivo CSV
7 fprintf(fid,'%s\n',textHeader)
8 fclose(fid)
9 dlmwrite(filenameF,A,'-append'); % Escritura de estimaciones
10 A=zeros(300,15);
11 count=1;

```

A.3 ANOVA y Análisis Tukey

Después de realizar la estimación de parámetros eléctricos, es posible implementar un ANOVA y un análisis Tukey en lenguaje R; sin embargo, estas herramientas estadísticas deben implementarse con un bajo número de estimaciones de resistencia ($n < 40$); por ende, se toman las estimaciones realizadas con la configuración $N = 512$ y $N_{rep} = 32$ de los ocho especímenes, antes y después del tratamiento térmico.

La primera sección del código en R contiene la inicialización de variables, marcos de datos (*data-frame*), listas de datos y se cargan los archivos CSV.

```

1 pacman::p_load(pacman, dplyr, rio, readr, ggpubr, scales)
2 library("plyr")
3 setwd("D:/Documents/Repositories/estimator") #Ruta de archivo de salida
  CSV
4 dataset <- list()
5 data <- data.frame()
6 dataF <- data.frame()
7 x <- list()
8 res_est = data.frame()
9 myfiles = list.files(path=getwd(), pattern="*.csv", full.names=TRUE,
  recursive = TRUE)
10 nsample <- as.integer(list(1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8)) #No.
  especimen
11 time <- as.integer(list(0,15,0,5,0,30,0,5,0,15,0,30,0,10,0,10)) #Tiempo
  de calentamiento

```

En la segunda sección, se crea un *dataframe* con el tiempo de calentamiento de todos los especímenes, para identificar cada uno de los especímenes y sus estimaciones con y sin decarburización. Los *dataframes* en R son estructuras de datos a los cuales se les pueda insertar vectores de variables de diferentes tipos; además, son útiles para manejo de información y para análisis estadístico, ya que cada renglón puede interpretarse como casos, individuos u observaciones, mientras que las columnas describen atributos o variables.

```

1  for (i in 1:length(myfiles)) {
2    dataset[[i]] <- import(myfiles[i])
3    names(dataset[[i]][1] <- "Resistencia" #Cambia el nombre al
      encabezado
4    Resistance <- dataset[[i]][1]
5    temp_x <- append(x, Resistance)
6    x <- append(x, temp_x)
7    temp$Sample <- rep(nsample[i], times = 32)
8    temp$Time <- rep(time[i], times = 32)
9    temp$File <- rep(i, times = 32)
10   data <- rbind(data, temp) #Creacion de dataframe con estimaciones
11 }

```

El lenguaje R se enfoca en análisis estadístico, es por esto que en la última sección de código es posible realizar un ANOVA y un análisis Tukey con un par de comandos sobre el *dataframe* creado con las estimaciones de todos los especímenes.

```

1  detach("package:plyr", unload = TRUE)
2  data$File <- as.factor(data$File)
3  # ANOVA
4  res.aov <- aov(data$Resistance ~ data$File, data = data)
5  # Tabla ANOVA
6  summary(res.aov)
7  # Analisis Tukey, basado en el ANOVA
8  TukeyHSD(res.aov)

```

BIBLIOGRAFÍA

- [1] A. Chalabyan, L. Mori, and S. Vercammen, “The current capacity shake-up in steel and how the industry is adapting,” no. January, pp. 1–20, 2018.
- [2] E. Basson, “WORLD STEEL IN FIGURES 2018, World Steel Association, Accessed 2018-12-10,” 2018. [Online]. Available: <https://www.worldsteel.org/en/dam/jcr:f9359dff-9546-4d6b-bed0-996201185b12/World%2520Steel%2520in%2520Figures%25202018.pdf>
- [3] A. Duguay, “Caution Ahead for the Steel Industry in 2019,” 2018. [Online]. Available: <https://www.manufacturing.net/article/2018/12/caution-ahead-steel-industry-2019>
- [4] C. Sánchez, “Afecta Ley 232 a industria siderúrgica de México,” 2018. [Online]. Available: <https://www.elfinanciero.com.mx/monterrey/afecta-ley-232-a-industria-siderurgica-de-mexico>
- [5] G. Chávez-Campos, E. Reyes-Archundia, and H. Vergara-Hernández, “Modelos Dinámicos para el Estudio de la Cinética de Oxidación y Decarburización de Aceros en Altas Temperaturas en una Atmósfera Oxígeno-Carbón,” Tech. Rep., 2018.
- [6] M. When and C. Steel, “Myth and Methodology When Comparing Steel Standards,” *Comparative and General Pharmacology*, pp. 1–19, 2011.
- [7] Y. Prawoto, M. Mat Yajid, and K. Lee, “Microstructural consideration on quantitative analysis of thermal treatment: Application to decarburization of steel,” *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, vol. 25, no. 2, pp. 141–147, 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jksues.2012.05.001>
- [8] K. Marques, E. Azevedo, and V. Lopes, “Decarburization Kinetics during Annealing of a Semi-processed Electrical Steel,” *ISIJ International*, vol. 44, no. 3, pp. 618–622, 2008.
- [9] D. Young, “The Nature of High Temperature Oxidation,” *High Temperature Oxidation and Corrosion of Metals*, pp. 1–30, 2016. [Online]. Available: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081001011000017>
- [10] F. Zhao, C. L. Zhang, and Y. Z. Liu, “Ferrite decarburization of high silicon spring steel in three temperature ranges,” *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 61, no. 3, pp. 1369–1376, 2016.
- [11] Y. Weng, H. Dong, and Y. Gan, *Advanced Steels, The recent scenario in steel science and[1] Y. Weng, H. Dong, Y. Gan, Advamced Steels, The recent scenario in steel science and technology, Springer International Publishing, 2011. technology, 2011.*
- [12] W. Gouveia, V. Seshadri, I. Silva, and C. Silva, “Mathematical Modeling of Decarburization and Oxidation during Reheating Process of SAE1070 Steel Billets,” *Advanced Materials Research*, vol. 845, pp. 231–236, 2013. [Online]. Available: <http://www.scientific.net/AMR.845.231>

- [13] Z. You, G. Cheng, X. Wang, Z. Qin, J. Tian, and J. Zhang, “Mathematical Model for Decarburization of Ultra-low Carbon Steel in Single Snorkel Refining Furnace,” *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, vol. 46, no. 1, pp. 459–472, 2014.
- [14] B. K. Rout, G. Brooks, M. A. Rhamdhani, Z. Li, F. N. Schrama, and J. Sun, “Dynamic model of basic oxygen steelmaking process based on multi-zone reaction kinetics: Model derivation and validation,” *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, vol. 49, no. 2, pp. 537–557, apr 2018. [Online]. Available: <http://link.springer.com/10.1007/s11663-017-1166-7>
- [15] R. Sarkar, P. Gupta, S. Basu, and N. Ballal, “Dynamic Modeling of LD Converter Steelmaking: Reaction Modeling Using Gibbs’ Free Energy Minimization,” *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 46, no. 2, pp. 961–976, apr 2015. [Online]. Available: <http://link.springer.com/10.1007/s11663-014-0245-2>
- [16] Y. Wang, L. Biegler, M. Patel, and J. Wassick, “Parameters estimation and model discrimination for solid-liquid reactions in batch processes,” *Chemical Engineering Science*, vol. 187, pp. 455–469, 2018. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2018.05.040>
- [17] U. Prince, “What Are Dynamic Models?” no. 23, pp. 23–52, 2006.
- [18] G. Billings, “Oxidation and Decarburization kinetics of Iron-Carbon Alloys,” Ph.D. dissertation, McMaster University, 1966.
- [19] B. Koroušič and I. Ljubljana, “Predicting of Reactions During Carburization and Decarburization of Steels in Controlled Atmospheres,” *Kovine, zlitine, tehnologije*, vol. 30, no. 6, pp. 521–526, 1996.
- [20] L. Suárez, Y. Houbaert, X. Vanden Eynde, and R. Colás, “Development of an experimental device to study high temperature oxidation,” *Oxidation of Metals*, vol. 70, no. 1-2, pp. 1–13, 2008.
- [21] S. Choi and Y. Lee, “An Approach to Predict the Depth of the Decarburized Ferrite Layer of Spring Steel Based on Measured Temperature History of Material during Cooling,” *ISIJ International*, vol. 54, no. 7, pp. 1682–1689, 2014. [Online]. Available: <http://jlc.jst.go.jp/DN/JST.JSTAGE/isijinternational/54.1682?lang=en&from=CrossRef&type=abstract>
- [22] M. Quiroga, E. Medrano, F. Reyes, and J. Miranda Ramos, “Metallographic analysis and electrical resistivity of the 1045 steel after being heat-treated,” *Journal of Metals, Materials and Minerals*, vol. 27, no. 1, pp. 53–58, 2017.
- [23] T. Masamitsu and M. Hiroshi, “Mechanism of Decarburization in RH Degasser,” *Iron and Steel Institute*, vol. 133, no. 1, pp. 1–12, 1970.
- [24] L. Ljung and G. Torkel, *Modeling of Dynamic Systems*, 1994, vol. 1.
- [25] K. Keesman, *System Identification*, ser. Advanced Textbooks in Control and Signal Processing. London: Springer London, 2011, vol. 17, no. 3. [Online]. Available: <http://link.springer.com/10.1007/978-0-85729-522-4>
- [26] S. Wendt, “The Concept of State in System Theory,” pp. 1–5, 1998. [Online]. Available: http://www.fmc-modeling.org/download/publications/wendt_1998-concept_of_state_in_system_theory.pdf
- [27] K. Ogata, *Modern Control Engineering*, fifth edit ed. Prentice Hall, 2002, vol. 39, no. 12.

- [28] L. Ljung, “Technical report from Automatic Control: System Identification,” *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*, pp. 1–68, 1997. [Online]. Available: <http://doi.wiley.com/10.1002/047134608X.W1046>
- [29] J. Schoukens, R. Pintelon, and Y. Rolain, *Mastering System Identification in 100 Exercises*, 2012.
- [30] L. Ljung and G. Torkel, *Modeling of Dynamic Systems*, 1994, vol. 1.
- [31] S. Rouchier, “Solving inverse problems in building physics: An overview of guidelines for a careful and optimal use of data,” *Energy and Buildings*, vol. 166, pp. 178–195, 2018.
- [32] R. Maine and K. Iliff, “Identification of Dynamic Systems - Theory and Formation.” *NASA Reference Publication*, 1985.
- [33] L. Ljung, *System identification: Theory for the user*. Linkoping, Sweden: Prentice Hall, 1987.
- [34] G. Temple, R. Bellman, and K. Cooke, “Differential-Difference Equations,” p. 276, 1967.
- [35] B. Sohlberg and E. Jacobsen, *Grey Box Modelling – Branches and Experiences*. IFAC, 2008, vol. 41, no. 2. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.3182/20080706-5-KR-1001.01934>
- [36] B. Kulakowski, J. Gardner, and L. Shearer, *Dynamic Modeling and Control of Engineering Systems*, third edit ed. Cambridge University Press.
- [37] J. Olvera, “Convulación: Un proceso natural en los sistemas lineales e invariantes en el tiempo,” vol. 1, pp. 1–8, 2012. [Online]. Available: <https://www.mty.itesm.mx/etie/deptos/m/Paginas/MateParaTodos/e07/archivos/convolucion.pdf>
- [38] R. Gray and J. Goodman, *Fourier transforms An Introduction for Engineers*, second edi ed. New York: Springer Science+Business Media New, 1195.
- [39] V. Sharma, K. Nagar, and L. Almeida, “Operation Transform Formulae of Fourier-Laplace Transform,” *International Journal of Pure & Applied Sciences & Technology*, vol. 15, no. 2, pp. 62–67, 2013.
- [40] Z. Mao and M. Todd, “Statistical modeling of frequency response function estimation for uncertainty quantification,” *Mechanical Systems and Signal Processing*, vol. 38, no. 2, pp. 333–345, 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ymssp.2013.01.021>
- [41] J. Falconer, “The Study of Control Systems by Correlation Methods,” *Electrical Engineering University of Glasgow*, 1961. [Online]. Available: <http://theses.gla.ac.uk/73439/1/10656197.pdf>
- [42] I. Pardoe, “10.2 - Autocorrelation and Time Series Methods,” 2016. [Online]. Available: <https://online.stat.psu.edu/stat462/node/188/>
- [43] J. Sjoberg, Q. Zhang, L. Ljung, A. Benveniste, B. Deylon, P. Glorrennec, H. Hjalmarsson, and A. Juditsky, “Nonlinear Black-Box Modeling in System Identification: a Unified Overview,” vol. 2013, no. 10, pp. 1–55, 2013.
- [44] H. Samsudin, R. Auras, D. Mishra, K. Dolan, G. Burgess, M. Rubino, S. Selke, and H. Soto-Valdez, *Migration of antioxidants from polylactic acid films: A parameter estimation approach and an overview of the current mass transfer models*. Elsevier Ltd, 2018, vol. 103. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.021>
- [45] F. Aulanier, “Toward efficient shipping noise probability density function estimation using sea-lane source decomposition and probability theory,” *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 144, no. 3, pp. 1732–1732, 2018. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1121/1.5067683>

- [46] D. Montgomery, E. Peck, and G. Vining, *Introduction to Linear Regression Analysis*, fifth edit ed. John Wiley and Sons, inc., 2012.
- [47] J. Lambers and A. Sumner, “Direct Methods for Linear Systems,” *Explorations in Numerical Analysis*, pp. 77–122, 2018.
- [48] J. Holcomb, N. Draper, H. Smith, J. Rawlings, S. Pantula, and D. Dickey, *Applied Regression Analysis: A Research Tool*, 1999, vol. 53, no. 2.
- [49] A. Novales, *Estimación de Modelos No Lineales*. Universidad Complutense, 2016.
- [50] C. Kelley, “Iterative Methods for Optimization,” *Society for Industrial and Applied Mathematics Philadelphia*, no. 9789400722996, pp. 69–88, 2012.
- [51] A. Geron, *Hands-on machine learning with Scikit-Learn and TensorFlow : concepts, tools, and techniques to build intelligent systems*, 2017.
- [52] S. Ruder, “An overview of gradient descent optimization algorithms,” pp. 1–14, 2016. [Online]. Available: <http://arxiv.org/abs/1609.04747>
- [53] C. Kelley and E. Sachs, “A pointwise quasi-Newton method for unconstrained optimal control problems,” *Numerische Mathematik*, vol. 55, no. 2, pp. 159–176, 1989.
- [54] R. Schoenberg, “Optimization with the Quasi-Newton Method,” *Unpublished Manuscript*, pp. 1–13, 2001.
- [55] M. Asadoorian and D. Kantarelis, *Essentials of Inferential Statistics*. University Press of America, 2005.
- [56] S. Allua and C. Thompson, “Inferential Statistics,” *Air Medical Journal*, vol. 28, no. 4, pp. 168–171, 2009. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.amj.2009.04.013>
- [57] H. Van-Elst, “Foundations of Descriptive and Inferential Statistics,” no. September, 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.13140/RG.2.1.2112.3044>
- [58] L. Wasserman, *All of Statistics*, 2019, vol. 53, no. 9.
- [59] R. Gutiérrez, “Guía para la aplicación de las herramientas estadísticas en el desarrollo del cálculo de incertidumbre,” Ph.D. dissertation, Universidad Veracruzana, 2002.
- [60] G. Moser, J. Zerubia, and S. B. Serpico, “SAR amplitude probability density function estimation based on a generalized Gaussian model,” *IEEE Transactions on Image Processing*, vol. 15, no. 6, pp. 1429–1442, 2006.
- [61] D. Montgomery and G. C. Runger, “Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería,” p. 486, 2003.
- [62] H. Kim, “Analysis of variance (ANOVA) comparing means of more than two groups,” vol. 7658, pp. 74–77, 2014.
- [63] J. Amat, “ANOVA análisis de varianza para comparar múltiples medias,” p. 49, 2016. [Online]. Available: https://www.cienciadedatos.net/documentos/19_anova
- [64] A. Hervé and L. Williams, “Pairwise Comparisons,” *Encyclopedia of Research Design*, 2010. [Online]. Available: <https://wwwpub.utdallas.edu/~herve/abdi-NewmanKeuls2010-pretty.pdf>
- [65] A. Kassambara, “One-Way ANOVA Test in R,” pp. 1–16, 2017. [Online]. Available: <http://www.sthda.com/english/wiki/one-way-anova-test-in-r>

- [66] F. Cardarelli, *Materials Handbook*. London: Springer London, 2008, vol. 53, no. 9. [Online]. Available: <http://link.springer.com/10.1007/978-1-84628-669-8>
- [67] M. Moldover, J. Trusler, and T. Edwards, “Measurement of the Universal Gas Constant R Using a Spherical Acoustic Resonator,” vol. 60, no. 4, pp. 249–252, 1988. [Online]. Available: <https://journals.aps.org/prl/pdf/10.1103/PhysRevLett.60.249>
- [68] J. Davidson, *Microstructure of Steel and Cast Irons*. Paris: Springer Science Business Media, 2003.
- [69] A. Paul, T. Laurila, V. Vuorinen, and S. V. Divinski, *Thermodynamics, diffusion and the kir-kendall effect in solids*, 2014, vol. 9783319074.
- [70] C. Tasan, M. Diehl, D. Yan, M. Bechtold, F. Roters, L. Schemmann, C. Zheng, N. Peranio, D. Ponge, M. Koyama, K. Tsuzaki, and D. Raabe, “An Overview of Dual-Phase Steels: Advances in Microstructure-Oriented Processing and Micromechanically Guided Design,” *Annual Review of Materials Research*, vol. 45, no. April, pp. 391–431, 2015.
- [71] R. Redwing, “Face Centered Cubic Structure (FCC),” 2020. [Online]. Available: <https://www.e-education.psu.edu/matse81/node/2133>
- [72] J. Tapia, “Ingeniería de los Materiales,” p. 14, 2020. [Online]. Available: <https://www.coursehero.com/file/p7a0adm/2-x-100-La-morfolog{\unhbox\voidb@x\bgrouplet\unhbox\voidb@x\setbox\@tempboxa\hbox{\OT1i\global\mathchardef\accent@spacefactor\spacefactor}\accent19\OT1i\egroup\spacefactor\accent@spacefactor\futureletenumiv\protect\penalty\@M\hskip\z@skip}a-y-estructura-granular-de-la-ferrita-es-muy-variada/>
- [73] R. Redwing, “Body Centered Cubic Structure (BCC),” 2020. [Online]. Available: <https://www.e-education.psu.edu/matse81/node/2132>
- [74] W. Kuo, “CHAPTER 1: Semiconductor Materials and Physics,” 2019. [Online]. Available: <http://www.cityu.edu.hk/phy/appkchu/AP6120/1.pdf>
- [75] P. Pavlov, *Física del Estado Sólido*, segunda ed ed. Moscu, Rusia: Editorial MIR, 1987.
- [76] L. Pitre, F. Sparasci, D. Truong, A. Guillou, L. Risegari, and M. E. Himbert, “Measurement of the Boltzmann constant k_B using a quasi-spherical acoustic resonator,” *International Journal of Thermophysics*, vol. 32, no. 9, pp. 1825–1886, 2011.
- [77] M. Quiroga, “Estudio y Medida de la Resistividad Eléctrica del Acero 1045 Después de un Tratamiento Térmico,” Ph.D. dissertation, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, 2009. [Online]. Available: http://cybertesis.unmsm.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12672/14787/Quiroga_am.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- [78] K. Tenny and M. Keenaghan, “Ohms Law,” 2020. [Online]. Available: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK441875/>
- [79] M. Olmo, “Ley de Ohm,” 2018. [Online]. Available: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/hframe.html>
- [80] M. Olmo, “Vista Microscópica de la Ley de Ohm,” 2018. [Online]. Available: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/hframe.html>
- [81] U. Sevilla, “Densidad e intensidad de corriente (GIE),” 2017. [Online]. Available: [http://laplace.us.es/wiki/index.php/Densidad_e_intensidad_de_corriente_\(GIE\)](http://laplace.us.es/wiki/index.php/Densidad_e_intensidad_de_corriente_(GIE))
- [82] M. Olmo, “Campo Eléctrico y Diferencia de Voltaje,” 2018. [Online]. Available: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/electric/elewor.html>

- [83] A. Finn, “La Ley de Ohm y Resistencia Eléctrica Definitivo.”
- [84] H. Lee, “Investigation on the Use of Iron and Steel for Restoration Purposes During 19th and 20th Century,” Ph.D. dissertation, Technical University of Catalonia (UPC), 2008.
- [85] W. Hui, H. Dong, Y. Weng, J. Shi, and M. Wang, “Long Life High Strength Steels to Resist Fatigue Failure and Delayed Fracture,” *Advanced Steels*, 2011.
- [86] L. Mittal, “About Steel,” 2020. [Online]. Available: <https://www.worldsteel.org/about-steel.html>
- [87] Lauvarten, “Diagrama hierro-carbono,” 2020. [Online]. Available: <https://quizlet.com/co/279346538/diagrama-hierro-carbono-diagram/>
- [88] G. Voort, “Understanding and Measuring Decarburisation,” *Advanced materials and Processes*, pp. 22–27, 2015.
- [89] R. Wright, “A Modern Look at Decarburization,” *Physics Education*, vol. 2, no. 5, pp. 237–242, 2010.
- [90] Y. Prawoto, M. Mat Yajid, and K. Lee, “Microstructural consideration on quantitative analysis of thermal treatment: Application to decarburization of steel,” *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, vol. 25, no. 2, pp. 141–147, 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jksues.2012.05.001>
- [91] B. Bramfitt, “Structure/Property Relationships in Irons and Steels,” *Metals Handbook Desk Edition*, pp. 153–173, 2018.
- [92] D. Zipperian, “Metallographic Specimen Preparation Basics,” *Pace Technologies*, p. 18, 2009. [Online]. Available: <http://www.metallographic.com/Technical/Basics.pdf>
- [93] S. Jensen, “LABOTOM-5/-15,” 2018. [Online]. Available: <https://www.struers.com/en/Products/Cutting/Cutting-equipment/Labotom#references>
- [94] S. Jensen, “ABOUT MOUNTING,” 2018. [Online]. Available: <https://www.struers.com/en/Knowledge/Mounting#>
- [95] TecMicro, “CONSUMIBLES METALOGRAFÍA – LIJADO Y PULIDO,” 2020. [Online]. Available: <https://materialografia.es/lijado-y-pulido/>
- [96] S. Jensen, “TIPOS DE ATAQUE,” 2018. [Online]. Available: <https://www.struers.com/es-ES/Knowledge/Etching#etching-how-to>
- [97] J. Marafona and J. Chousal, “A finite element model of EDM based on the Joule effect,” *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 46, no. 6, pp. 595–602, 2006.
- [98] D. Schroder, *Semiconductor Material and Device Characterization*. New York: Wiley, 1990. [Online]. Available: <http://www.optima.ufam.edu.br/SemPhys/Downloads/Dieter.pdf>
- [99] J. Hargreaves and D. Millard, “The accuracy of four-probe resistivity measurements on silicon,” *British Journal of Applied Physics*, vol. 13, no. 5, pp. 231–234, 1962.
- [100] A. Schuetze, W. Lewis, C. Brown, and W. Geerts, “A laboratory on the four-point probe technique,” *American Journal of Physics*, vol. 72, no. 2, pp. 149–153, 2004.
- [101] E. Hansen, “On the influence of shape and variations in conductivity of the sample on four-point measurements,” *Applied Scientific Research, Section B*, vol. 8, no. 1, pp. 93–104, 1960.

- [102] N. Bantia, S. Djeridane, and M. Pigeon, “Electrical Resistivity of Carbon and Steel Micro-Fiber Reinforced Cements,” *Cement and Concrete Research*, vol. 22, no. 5, pp. 804–814, sep 1992. [Online]. Available: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0008884692901044>
- [103] M. Cruz, “Identificación de Parámetros en Procesos de Calentamiento Óhmico,” Ph.D. dissertation, Instituto Tecnológico de Morelia, 2019.
- [104] W. Matt, “ASTM SAE AISI 1045 Carbon Steel Heat Treatment, Chemical Composition, Properties,” 2018. [Online]. Available: <https://www.theworldmaterial.com/astm-sae-aisi-1045-carbon-steel-material/>
- [105] D. Zapico, “Sorensen XFR Series,” pp. 35–42, 2020. [Online]. Available: https://www.prbx.com/wp-content/uploads/pimfiles/997/XFR_Datasheet_140916.pdf
- [106] D. Zapico, “Ametek Sorensen, DC Power Supplies, XFR 7.5-300, 0-7.5 V Output Voltage, 2250 W Output Power,” 2020. [Online]. Available: <https://www.averest.com.my/Masurement-Metrology-M-Sdn-Bhd-Ametek-Sorensen-DC-Power-Supplies-XFR-7.5-300>
- [107] T. Hohmann, “DCT Series DC Current Transducers,” 2020. [Online]. Available: <https://cdn.automationdirect.com/static/specs/acuampdct.pdf>
- [108] R. Templeton, “INA12x Precision, Low-Power Instrumentation Amplifiers,” 2019. [Online]. Available: <https://www.ti.com/lit/ds/symlink/ina128.pdf?ts=1602605461768>
- [109] H. Chengyi, “CHY-T1550S Laboratory Compact 1500 degree Tube Furnace,” 2019. [Online]. Available: <https://www.hnchengyi.com/1500c-tube-furnace/chy-t1550s-compact-tube-furnace.html>
- [110] J. Nutting and E. Wondris, “Steel,” *Encyclopædia Britannica*, 2019. [Online]. Available: <https://www.britannica.com/technology/steel/Vacuum-treatment>
- [111] I. Akhyar and M. Sayuti, “Effect of Heat Treatment on Hardness and Microstructures of AISI 1045,” *Advanced Materials Research*, vol. 1119, pp. 575–579, 2015.
- [112] R. K. Vieira, R. C. Soares, S. C. Pinheiro, O. A. Paiva, J. O. Eleutério, and R. P. Vasconcelos, “Completely random experimental design with mixture and process variables for optimization of rubberized concrete,” *Construction and Building Materials*, vol. 24, no. 9, pp. 1754–1760, 2010. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.02.013>
- [113] J. J. Bonnen and T. H. Topper, “Experimental determination and modelling of long crack crack-face interference-free crack propagation behaviour in normalized SAE 1045 steel,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, no. 3-4, pp. 804–820, 2008.
- [114] D. Herring, “Decarburization,” 2016. [Online]. Available: <https://www.industrialheating.com/articles/92860-decarburization>
- [115] J. Krankota and J. Armijo, “Decarburization kinetics of low alloy ferritic steels in sodium,” *Metallurgical Transactions*, vol. 3, no. 9, pp. 2515–2523, 1972.
- [116] M. Zorc, A. Nagode, J. Burja, B. Kosec, and B. Zorc, “Surface decarburization of the hypoeutectoid carbon steel C45 during annealing in steady air at temperatures $T > AC1$,” *Metals*, vol. 8, no. 6, 2018.
- [117] C. De la Rosa, M. Trejo, M. Román, and A. López, “Effect of Decarburization on the Residual Stresses Produced by Shot Peening in Automotive Leaf Springs,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25, no. 7, pp. 2596–2603, 2016.

- [118] W. Huang, C. Wang, Y. Chang, and C. Yeh, “A Digital Analysis Approach for Estimating Decarburization Layer Depth of Carbon Steel via a Portable Device,” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 644, no. 1, 2019.
- [119] Y. Jing, Y. Yuan, X. Yan, L. Zhang, and M. Sha, “Decarburization mechanism during hydrogen reduction descaling of hot-rolled strip steel,” *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 42, no. 15, pp. 10 611–10 621, 2017. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.01.230>
- [120] Z. Weisong, “Adaptive Median Filter,” 2019. [Online]. Available: https://imagej.net/Adaptive_Median_Filter
- [121] J. Schindelin, “Statistical Region Merging,” 2017. [Online]. Available: https://imagej.net/Statistical_Region_Merging
- [122] M. Schmid, “19 Tools,” 2020. [Online]. Available: <https://imagej.nih.gov/ij/docs/guide/146-19.html>
- [123] I. of Health, “Process Menu,” 2018. [Online]. Available: <https://imagej.nih.gov/ij/docs/menus/process.html>
- [124] P. Thompson and J. Silverman, “The Concept of Accumulation in Calculus,” *Mathematical Association of America*, pp. 43–52, 2008.
- [125] P. Pankaj, “Applications of Real-time System,” 2020. [Online]. Available: <https://www.geeksforgeeks.org/applications-of-real-time-system/>
- [126] R. Templeton, “¿Qué es el Módulo de LabVIEW Real-Time? - National Instruments,” 2019. [Online]. Available: <https://www.ni.com/es-mx/shop/data-acquisition-and-control/add-ons-for-data-acquisition-and-control/what-is-labview-real-time-module.html>
- [127] R. Templeton, “cRIO-9076,” 2018. [Online]. Available: <https://www.ni.com/en-us/support/model.crio-9076.html>
- [128] R. Templeton, “DATASHEET NI 9219,” p. 18, 2016. [Online]. Available: http://www.ni.com/pdf/manuals/374473a_02.pdf
- [129] N. Instruments, “Datasheet ni 9263.” [Online]. Available: https://www.ni.com/pdf/manuals/373781b_02.pdf
- [130] N. Instruments, “Getting Started with the LabVIEW Real-Time Module,” 2011. [Online]. Available: <http://www.ni.com/pdf/manuals/371375g.pdf>
- [131] R. Templeton, “Take Your First Measurement in LabVIEW Real-Time (Data Logging),” 2019. [Online]. Available: <http://www.ni.com/tutorial/11198/en/>
- [132] R. Hartman, “ANOVA tables in R,” 2018. [Online]. Available: <http://www.understandingdata.net/2017/05/11/anova-tables-in-r/>
- [133] A. Schlegel, “Post-Hoc Analysis with Tukey’s Test,” 2018. [Online]. Available: <https://rpubs.com/aaronsc32/post-hoc-analysis-tukey>

Colophon

This document was typeset using the `itmthesis` class developed by Gerardo Marx Chávez-Campos. The class was designed based on the `classicthesis` class developed by André Miede. The `itmthesis` is available for L^AT_EX at:

<https://gmarxcc@bitbucket.org/itmthesis/the-itmorelia-thesis-class.git>

Happy users of `itmthesis` usually send a real postcard, coffee mug, hoodie or any kind of present to my university “Instituto Tecnológico de Morelia”, Michoacán, México.

Colofón

Este documento fue generado usando la clase `itmthesis` desarrollada por Gerardo Marx Chávez-Campos. La clase fue diseñada basada en la clase `classicthesis` desarrollada por André Miede. La clase `itmthesis` está disponible para L^AT_EX en:

<https://gmarxcc@bitbucket.org/itmthesis/the-itmorelia-thesis-class.git>

Si eres un usuario agradecido con este diseño puedes mandar una postal, taza de café, sudadera de tu universidad o cualquier tipo de presente en forma de agradecimiento a la universidad de origen de tu servidor: “Instituto Tecnológico de Morelia”, Michoacán, México.

DECLARACIÓN

Yo, **Ing. Rolando Mena Ontiveros**, con número de control **M12121129** declaro que el trabajo titulado: *Identificación de Parámetros Eléctricos para el Estudio de la Cinética Química y Mecanismos de Reacciones Sólido-Gas en un Reactor con Atmósfera Controlada a Alta Temperatura*, es resultado de mi trabajo e investigación original. No se ha realizado una copia de otro trabajo o fuente excepto los respectivamente citados de forma explícita en el texto.

Morelia, Michoacán, México, Septiembre 2020

Ing. Rolando Mena Ontiveros,
24 de noviembre de 2020