

# FACULTAD METALURGIA – ELECTROMECÁNICA DEPARTAMENTO DE MECÁNICA

# METALURGIA-FÍSICA DEL ACERO AUSTENÍTICO REFRACTARIO HK- 40, EMPLEADA EN DIENTES DE BRAZOS DE HORNOS DE REDUCCIÓN

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

**Autor: Leslier Lorenzo Maceo Durruthy** 

Tutor: Prof. Inst. Eider Gresesqui Lobaina, Ms. C.

Moa - 2019

Declaración de autoridad:

Yo: Leslier Lorenzo Maceo Durruthy

Autor de este trabajo de diploma, certifico su propiedad intelectual a favor de la Universidad de Moa "Dr. Antonio Núñez Jiménez", la cual podrá hacer uso de la misma con la finalidad que estime conveniente.

Leslier Lorenzo Maceo Durruthy

Ms. C. Eider Gresesqui Lobaina

# Pensamiento

El profesionalismo es el resultado de varios años de entrega, paciencia y dedicación. La vida coloca las herramientas y solo usted, es el encargado de aprender a usarlas para llegar a ser un buen profesional.

Leslier Lorenzo Maceo Durruthy

# Agradecimientos

El inicio, desarrollo y final de este trabajo de diploma, no hubiese sido posible sin la colaboración, ayuda incondicional, creencia, paciencia, entrega y desinterés de las personas a las que hoy les dejo constancia de mi especial agradecimiento.

En primer lugar, a Dios todo poderoso omnipresente, guía extraordinario en todo mi proceso por el trascurso de la vida.

A mi tutor MSc. Ing. Eider Gresesqui Lovaina por el aporte de experiencia ayuda desinteresada y paciencia en la realización de mi tesis en opción al título de ingeniero mecánico.

A mi consultante Tomas por ser un importante eslabón en el desarrollo de este proyecto aportando su experiencia y ayuda desinteresada.

En especial a mi mamá, la mejor madre del mundo, Aleida Durruthy Speck por ser el motor impulsor que me permitió hoy llegar hasta aquí, por ser mi guía, por su apoyo en cada momento sin esperar recompensa alguna por ser la protagonista principal de lo que hoy seré: un profesional, por ser mi todo y mucho más; gracias mami.

A mi padrastro que es mi padre Conrado Suceta Jimenez por su ayuda continua e incondicional. A mi hermanita Lismey Suceta Durruthy por creer en mí y apoyarme en todo momento.

A mis abuelos que Dios lo tenga en la gloria en especial, mi abuelita Luz María Speck porque siempre quiso lo mejor para mí.

A mi novia Naislin Rodríguez del Pozo por su preocupación diaria, consejos, amor, entrega y dedicación total en los cinco años de mi carrera y en el desarrollo de este importante proyecto A mis amigos más cercanos Yunier, Yasser, Javier Tesidor, Georquis y Tony por su colaboración A los trabajadores de la Empresa Mecánica del Níquel (EMNi) de Moa, en especial a Yoel Ochoa Mc Intosh.

A Todos mis compañeros de estudio.

Al claustro de profesores del Departamento de Mecánica.

A la Revolución cubana por las oportunidades brindadas en mi formación como profesional y tener el privilegio de serlo dentro de esta bella rama que es la Ingeniería Mecánica.

A Todos muchas gracias.

#### Dedicatoria

En el transcurso de nuestras vidas siempre tenemos a seres especiales más allegados, más queridos por quien uno se entrega y dedica sus acontecimientos y logros personales. En este caso la culminación de este importante proyecto que resume todo mi esfuerzo, dedicación y entrega durante estos cinco años. Este resultado logrado, este sueño hecho realidad, la obtención del Título de Ingeniero Mecánico, hoy se lo dedico a ustedes: mis seres más queridos, mi familia más cercana y mi razón de ser.

A mi papá Conrado Suceta Jiménez

A mi hermana Lismey Suceta Durruthy

Y en especial a la autora intelectual, promotora de lo que hoy soy: mi mamá Aleida Durruthy Speck. Este es mi obsequio, mi mejor tesoro y mi mayor logro para usted por inculcar en mí, valores para ser mejor persona cada día, por creer siempre en que yo si podía llegar a la meta, por sus consejos, dedicación, por su amor incondicional y sincero, por su protección, por darme fuerza en los momentos más difíciles de la vida. Por ser quien eres, mi madre querida por encima de todo, del mundo y hasta del universo.

#### RESUMEN

El trabajo tiene como objetivo determinar el comportamiento microestructural y la dureza, así como el porciento de fases presentes en el acero refractario fundido HK-40 empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido de los hornos de reducción. Las muestras analizadas se obtuvieron en un horno de inducción con crisol de alta frecuencia y capacidad de 1 t, seleccionando los materiales de carga de acuerdo a la composición química correspondiente a la aleación. La preparación de la superficie se realizó usando papel abrasivo colocado sobre una placa de vidrio y cambiando el sentido del lijado a 90° al pasar de un pliegue a otro, para eliminar la capa de material distorsionado. Esto permite obtener una superficie lisa y pulida, libre de impurezas o ralladuras. Se determina que por el cromo presente en el acero HK-40 en 24,1 % y el carbono en 0,44 %, existe también la formación de fase sigma ( $\sigma$ ), la cual reduce notablemente la tenacidad y la resistencia a la corrosión de las aleaciones a temperatura ambiente. También afecta la resistencia a la termofluencia. La dureza promedio de 170 HB permite plantear que, por causa de esta propiedad no ocurre el efecto de la fractura de los dientes rascadores de los brazos de barrido. El comportamiento de los materiales en fractura indica un mecanismo combinado dúctil-frágil que aumenta su carácter de fragilidad a mayores contenidos relativos de fase sigma.

#### ABSTRACT

The objective of the work is to determine the microstructural behavior and the hardness, as well as the percentage of phases present in the molten refractory steel HK-40 used in the scraper teeth of the sweeping arms of the reduction furnaces. The analyzed samples were obtained in an induction furnace with high frequency crucible and capacity of 1 t, selecting the loading materials according to the chemical composition corresponding to the alloy. The preparation of the surface was carried out using abrasive paper placed on a glass plate and changing the direction of sanding to 90° when going from one fold to another, to eliminate the layer of distorted material. This allows to obtain a smooth and polished surface, free of impurities or scratches. It is determined that by the chromium present in the steel HK-40 in 24.1% and the carbon in 0.44%, there is also the formation of sigma phase ( $\sigma$ ), which significantly reduces the toughness and corrosion resistance of the alloys at room temperature. It also affects the resistance to creep. The average hardness of 170 HB makes it possible to state that, because of this property, the effect of the fracture of the scraper teeth of the sweeping arms does not occur. The behavior of the materials in fracture indicates a combined mechanism ductile-fragile that increases its character of fragility at higher relative contents of the sigma phase.

ÍNDICE	Pág.
INTRODUCCIÓN	Ι
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS	
1.1. Introducción	5
1.2. Acero inoxidable refractario termoresistentes de la serie H	5
1.3. Características generales de las aleaciones termorresistentes	7
1.4. Resistencia de los refractarios al choque térmico	11
1.5. Aceros inoxidables fundidos	12
1.5.1. Clasificación de los hierros de elevada aleación	13
1.5.2. Resistencia de los hierros blancos con elevado cromo	16
1.5.3. Proceso de producción de la fundición	18
1.5.4. Tratamiento térmico de la fundición blanca	20
1.6. Influencia de la dureza en los hierros fundidos	22
1.7. Conclusiones del capítulo	24
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS	
2.1. Introducción	25
2.2. Proceso de obtención de las muestras	25
2.2.1. Obtención de las probetas metálicas	26
2.3. Composición química estándar del acero refractario HK-40, % en masa	27
2.4. Preparación metalográfica de las probetas	28
2.4.1. Corte de las muestras	28
2.4.2. Encapsulado de las muestras resina epoxi ROYALPOX – 5050	29
2.4.3. Propiedades de la resina epoxi ROYAPOX – 5050	30
2.4.4. Operación de desbaste y pulido	30
2.4.5. Ataque químico de las muestras	31
2.4.6. Ensayo de dureza en las diferentes zonas	31
2.4.7. Microestructura patrón de las aleaciones	33
2.4.8. Microscopio óptico para el análisis de imágenes	33
2.4.9. Obtención del porciento de microconstituyentes	34
2.5. Comportamiento de la porosidad	34
2.6. Diseño de experimentos	36

2.6.1. Determinación de los coeficientes de regresión	37
2.6.2. Cálculo de la varianza	37
2.7. Conclusiones del capítulo	39
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS	
3.1. Introducción	40
3.2. Análisis de la composición química de la aleación HK – 40	40
3.3. Comportamiento microestructural de los dientes fundidos	41
3.4. Comportamiento del tamaño del grano	42
3.5. Análisis de la dureza	45
3.6. Determinación de la porosidad	45
3.7. Comportamiento de las fases presentes	49
3.8. Procesamiento estadístico de los datos	51
3.8.1. Análisis de varianza	52
3.9. Valoración económica	53
3.10. Valoración del impacto medioambiental	53
3.11. Conclusiones del capítulo	54
CONCLUSIONES GENERALES	
RECOMENDACIONES	
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	

# INTRODUCCIÓN

La actividad minero-metalúrgica constituye un renglón económico de gran envergadura para el desarrollo nacional. Cuba es uno de los países privilegiados en cuanto a lo que a este tema respecta. Aunque no tan desarrollada como otras industrias, posee importantes terrenos ricos en minerales y metales, principalmente níquel, cobalto y cobre.

En la tecnología de lixiviación carbonato-amoniacal, los hornos de soleras múltiples representan un importante eslabón de la cadena productiva. En ellos se verifica la reducción de los óxidos de níquel y cobalto mientras que los óxidos de hierro se reducen hasta hierro metálico. En el proceso "Caron", la Planta de Hornos de Reducción se considera entre las de mayor influencia en la finalidad del proceso, ya que la producción del sínter depende directamente de la magnitud del extractable, logrado durante la reducción del mineral.

Los Hornos de Reducción de la Empresa Che Guevara, están compuestos por un cilindro metálico vertical de 15 m de altura, revestido interiormente con ladrillos refractarios y exteriormente con una carcasa metálica, sistemas de alimentación, barrido, descarga y cámaras de combustión. Los hornos están provistos de 17 hogares o soleras en forma de bóvedas esféricas a través de los cuales circula la carga (mena) que, proveniente de la planta de secaderos, se le suministra al horno por la parte superior a través de un alimentador sinfín.

Existen en la planta un total de 24 hornos agrupados en tres lozas de ocho hornos cada una. La homogeneización y arrastre de la carga dentro del horno se garantiza con un sistema de 68 brazos (4 en cada hogar) acoplados a un árbol central hueco, los mismos tienen dispuestos dientes o paletas inclinadas que propician la descarga del mineral por la periferia o por el centro del horno en forma de zigzag.

Los dientes del mecanismo de barrido de los hornos de reducción juegan un papel decisivo en la reducción del mineral. Al mantener en movimiento la mena laterítica, homogenizan y mejoran la influencia de la atmósfera reductora sobre esta con el objetivo de que el proceso ocurra con mayor eficiencia. Están formados por una paleta inclinada un ángulo de 30° que empuja el mineral ya sea hacia el centro del hogar o hacia la periferia, sujeta a la base que se une a los brazos, mediante una cola de milano. Las paletas o dientes tienen diferentes longitudes en dependencia de la posición en el brazo y del hogar del horno en que trabajan.

Se fabrican por proceso de fundición, sin embargo, en la obtención de los mismos, los elementos de aleación tienden a la modificación de la microestructura de las fundiciones y con ello su dureza y resistencia, estando en ocasiones estos cambios influenciados, además, por una variación de la templabilidad, modifican la situación de los puntos críticos y además ejercen una acción muy importante y compleja de la grafitización. Elementos como el cromo, el manganeso y molibdeno son formadores de carburos.

La situación problémica de la investigación la constituye: la Empresa Mecánica del Níquel de Moa (EMNi) "Comandante Gustavo Machín Hoed de Beche", realiza fundiciones de acero austenítico refractario HK-40 para la fabricación de dientes rascadores y brazos agitadores de los hornos de reducción de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara" (ECG). Se ha observado que, luego de un corto período de trabajo, los mismos se fracturan, detectándose en la superficie discontinuidades metalúrgicas, consistentes en rechupes y porosidades en la región del cuello. Este fenómeno provoca que los mismos se fracturen de modo imprevisto una vez puestos en funcionamiento dentro de los hornos de reducción, ocasionando paradas imprevistas, desechos sólidos indeseables y pérdidas económicas para la empresa y la economía del país.

El **problema** a investigar lo constituye: aunque se han realizados estudios relacionados con la caracterización de la metalurgia física y de la dureza en la aleación del acero refractario HK-40, aún no se precisa el comportamiento de su fractura durante el proceso de arrastre y homogenización del mineral laterítico.

Como **objeto de la investigación** se establece: acero refractario fundido HK-40 empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido.

El **campo de acción** es la microestructura y la dureza del acero refractario fundido HK-40 empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido.

Sobre la base del problema a resolver se establece la siguiente **hipótesis**: con una caracterización físico-metalúrgica, donde se considere el análisis microestructural y el porciento de microconstituyentes, además del establecimiento de las durezas de la aleación

HK-40, se podrá determinar las características constructivas de esta aleación empleada en la fabricación de los dientes rascadores de los brazos de barrido de arrastre de mineral.

A partir de la hipótesis planteada, se define como **objetivo del trabajo**: determinar el comportamiento microestructural y la dureza, así como el porciento de fases presentes en el acero refractario fundido HK-40 empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido de los hornos de reducción.

Y se definen los siguientes objetivos específicos:

- Definir las características fundamentales de los aceros refractarios de la serie H obtenido por proceso de fundición, así como sus propiedades al estar sometidos a condiciones de cargas.
- Establecer las condiciones experimentales a partir de los parámetros considerados para la determinación de las propiedades mecánico-metalúrgico del acero refractario fundido HK-40 según sus condiciones de obtención.
- **3.** Fundamentar a partir de las variaciones metalúrgicas y la dureza, las causas que provocan el deterioro de los dientes de arrastre de mineral de los hornos de reducción, a partir de los resultados encontrados.

Para lograr el cumplimiento del objetivo propuesto, se plantean las siguientes tareas de trabajo:

- 1. Establecimiento del estado del arte relacionado con el objeto de estudio.
- 2. Planificación y realización de experimentos.
- **3.** Análisis de resultados y obtención de las microestructuras y las durezas resultantes en el acero refractario fundido HK-40 empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido.

- **4.** Fundamentación de las variaciones metalúrgicas y mecánicas obtenidas del análisis microestructural en el acero refractario fundido HK-40, empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido.
- **5.** Planteamiento de los efectos económicos, sociales y ambientales del proceso de desgaste y rotura de elementos empleados en la industria del níquel.

# **Capítulo 1: Marco teórico. Antecedentes investigativos**

### CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS

#### 1.1. Introducción

Los aceros fundidos refractarios son productos demandados por las industrias minera y petrolífera, para fabricar martillos trituradores y taladros de perforación. En virtud de su alta dureza, resistencia a la abrasión y a la oxidación/corrosión son usadas en regímenes de trabajo especiales. Se caracterizan por poseer unas microestructuras formadas a base de un alto contenido de carburos eutécticos, junto a otra fase predominantemente (Tabret y Sare, 1996). La fragilidad y falta de maquinabilidad limita la diversificación industrial de los aceros refractarios, lo que hace reducido su empleo a solo aquellos casos que no se precise ductilidad.

En el presente capítulo se establece como objetivo establecer el comportamiento a la resistencia de los aceros fundidos refractarios de la serie H, así como sus propiedades al estar sometidos a condiciones de cargas.

#### 1.2. Acero inoxidable refractario termoresistentes de la serie H

La importante producción mundial de aceros fundidos resistentes al calor ha motivado, durante los últimos años, una gran variedad de trabajos de investigación orientados al estudio de la microestructura y propiedades de estos materiales, con el propósito de optimizar sus procesos de fabricación, como también el alcance de sus aplicaciones en el medio industrial. De esta forma, los aceros refractarios encuentran amplias posibilidades de uso en la industria metalúrgica y minera, metal-mecánica, química, petroquímica, papelera, atendiendo a su buena resistencia mecánica en presencia de gases y líquidos corrosivos a temperaturas, normalmente, sobre 873 K (Davis, 1997; Rhode, 1994).

De acuerdo con Baker (1994), dependiendo de los contenidos de cromo y de níquel del material fundido, su microestructura puede resultar en una distribución predominantemente ferrítica, austenítica o de fase dual, incluyendo, además, una fina distribución de carburos y otras fases intermedias en la matriz metálica cuando se adiciona carbono al sistema (Kalinushkin *et at.*, 1992). En este contexto, aceros refractarios con contenido de carbono mayor que 0,20 % exhiben la presencia de algunos carburos de hierro y cromo, del tipo M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> y M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (Sasmal, 1999), independientemente del proceso de solubilización que haya experimentado el material; estos carburos aumentan notablemente la resistencia mecánica del material a altas temperaturas.

En la figura 1.1 se muestra el diagrama ternario de equilibrio de fases que caracteriza la presencia de las diferentes fases en los aceros refractarios termoresistentes.



Figura 1.1. Sistema Fe-Cr-Ni: corte isotérmico a 1 073 K. Se observan las zonas de estabilidad de la fase sigma. Fuente: Baker (1994).

Las aleaciones con bajo contenido de níquel, como lo son aquellas de grado HC o HD, con microestructura total o parcialmente ferrítica, son susceptibles de fragilización por exposición prolongada a temperaturas en el intervalo de 813 a 1 173 K. Este comportamiento obedece a la transformación que la matriz ferrítica o zonas de ferrita experimentan parcialmente hacia la formación de la fase intermedia denominada "fase sigma" (Sopousek y Kruml, 1996). Este microconstituyente es un compuesto intermetálico complejo, formado principalmente por hierro y cromo, de gran dureza y fragilidad, cuya estructura tipo, basada sobre una distribución atómica ideal con estequiometria AX2 y código de Pearson Pt30, cristaliza con grupo espacial P42/mnm.

Otras fases como  $\alpha$ ',  $\mu$ ,  $\chi$ ,  $\epsilon$  y G también pueden precipitar, pero su detección es normalmente muy difícil debido a su bajo contenido relativo en la aleación. La figura 1.2 muestra, en términos cualitativos, la influencia de los elementos de aleación sobre la precipitación de dichas fases intermedias en el sistema Fe-Cr-Ni -C (Gunn, 1997).



Figura 2.1. Efecto de los elementos de aleación sobre la formación de fases intermedias en el sistema Fe-Cr-Ni-C. Fuente: Gunn (1997).

Dado que la composición química en el sistema Fe-Cr es aproximadamente  $Cr_6Fe_7$ , los átomos de cromo y hierro exhiben una distribución desordenada en los correspondientes lugares cristalográficos, con factores de ocupación determinados por las posiciones equivalentes definidas por el grupo espacial, resultando en un ordenamiento del tipo Frank-Kasper (Sinha, 1972).

La aleación inoxidable austenítica ACI HK 40, de producción nacional, tienen amplia aplicación en la industria minero metalúrgica de Cuba en la fabricación de componentes (tramos de ejes centrales, de brazos agitadores y de dientes rascadores) para hornos de reducción del mineral laterítico, donde se requiere una atmósfera totalmente reductora con alto contenido de CO,  $CO_2$  y nitrógeno. La aleación se somete a tratamientos isotérmicos de carburización y de nitruración. En las temperaturas en que normalmente operan los hornos (650 – 850 °C en ocasiones, hasta 1 000 °C) puede ocurrir la disociación del carbono y el nitrógeno presente en los gases (Velázquez *et al.*, 2001).

Es importante destacar que, el cromo, el níquel y el silicio son elementos que desempeñan un papel importante en la reducción de los valores de las profundidades de capas durante la carburización. La efectividad del cromo es válida para cantidades no menores del 20 % del contenido de aleación. Al aumentar el contenido de níquel se reducen los valores de la carburización y alcanza el valor óptimo para la relación Fe/Ni4. Cuando la cantidad de silicio aumenta, los valores de la carburización, disminuyen debido a que la presencia de elementos disueltos (Ni y Si) es mayor y por consiguiente, existen menos espacios vacantes en la matriz austenítica que faciliten la disolución del carbono.

#### 1.3. Características generales de las aleaciones termoresistentes

Las aleaciones destinadas para elaborar piezas, mecanismos e instalaciones que trabajan a altas temperaturas deben de satisfacer simultáneamente dos condiciones (Roach y Van Echo, 1981): tienen que ser resistentes a la oxidación, que necesariamente tendrá lugar a esas elevadas temperaturas y por otra parte, mantener sus propiedades de resistencia mecánica a un nivel que garantice su estabilidad durante la explotación. El primero de los requisitos resulta del hecho de que la oxidación implica el deterioro paulatino de la superficie y su transformación en capas de óxido de propiedades bien distantes, en lo que a resistencia mecánica se refiere, de las del material original.

La pérdida de la sección efectiva de las piezas como resultado de la oxidación, que avanza desde la superficie hacia la profundidad, haría necesario un sobre dimensionamiento de las mismas y la predicción de vida útil sería relativamente corta. Con el segundo requisito, desde que se conoce la reducción en la resistencia mecánica que tiene lugar en los aceros comunes con la elevación de la temperatura en solo unos cientos de grados. Los mecanismos de difusión que tienen lugar en los metales y aleaciones (principalmente la autodifusión) se activan considerablemente al elevarse la temperatura, aumenta la movilidad de los átomos que participan en los mecanismos de deslizamiento, que en definitiva son los responsables de que la capacidad de los materiales para soportar cargas se reduzca muy sensiblemente (Roach y Van Echo, 1981).

Señala Bochvar (1977) que para conseguir altas propiedades termoresistentes de las aleaciones muy frecuentemente se utilizan una serie de métodos de endurecimiento. Sin embargo, entre ellos la contribución más importante la tiene la creación de una solución sólida con alta resistencia a elevadas temperaturas como base de la aleación.

Según Vasileva (1968), un análisis de la composición de las aleaciones de níquel termoresistentes más empleadas en diferentes países muestra que el más importante y obligatoriamente presente en todas estas aleaciones en calidad de elemento de aleación lo constituye el cromo. El cromo se disuelve bien en el níquel, sus átomos brindan seis electrones de valencia a la red bivalente del níquel lo cual eleva significativamente la densidad de electrones y el enlace interatómico en la solución. El cromo tiene más alta temperatura de fusión que el níquel (2 180 K) y menor movilidad difusiva. La aleación del níquel con dicho elemento es importante para la creación de una solución sólida con alta resistencia a elevadas temperaturas como base de la aleación.

Pavlov *et al.* (1967) y Zéger (1960) estudiaron la naturaleza del endurecimiento de soluciones sólidas binarias de níquel (de composición equiatómica) con Al, Mo, Cr, Nb y W. En calidad de características de fuerza se valoraron el cambio del módulo de elasticidad E, y el módulo de cizalladura G en un amplio intervalo de temperaturas y se determinó la probabilidad de formación de defectos de empaquetamiento en las aleaciones.

Sourmail (2001) estudió el efecto del cromo molibdeno y el wolframio en el endurecimiento del níquel a altas temperaturas y establecieron la dependencia que sigue el cambio de las propiedades mecánicas (termoresistencia y dureza en caliente) de las aleaciones al alear el níquel con elementos del grupo VI<sup>A</sup>. La sustitución del cromo en las soluciones de níquel por molibdeno (para iguales concentraciones atómicas) conlleva a un significativo aumento de la

temoresistencia de las aleaciones durante la sustitución del molibdeno por wolframio esta disminuye. La solubilidad de los elementos del grupo VI<sup>A</sup> en el níquel disminuye desde el Cr al Mo y W (Hernández y Shmatko, 2002). El límite de solubilidad del cromo y wolframio en la aleación Ni-Cr-W se determina en suma 39 % de Cr y W (Hall y Jones, 1996).

La influencia del molibdeno en las propiedades de la aleación X15H85 (15Cr85Ni) fue estudiada por Hernández (2006) estableció que, el molibdeno endurece la solución sólida luego del temple, mientras mayor es el contenido del mismo, la introducción en la aleación de 14,6% de Mo eleva la microdureza desde 2 127 a 3 283 MPa. Diferentes trabajos han sido dedicados al estudio de la influencia el contenido de estos elementos sobre la resistencia a alta temperatura de las aleaciones del sistema Ni-Cr-Mo-W y en particular a la búsqueda de las cantidades óptimas para el contenido total y la relación entre estos elementos.

Paulik y Paulik (1971) investigaron el comportamiento durante la termofluencia de la aleación de níquel con 20 % de Cr con diferente contenido de wolframio (hasta el 20 %). El ensayo se llevó a cabo en el aire a 900 - 1 000 °C bajo tensiones de 14,7 -49,0 MPa y en vacío a 900 °C y 34,3 - 49,0 MPa. Las aleaciones que contenían menos de 15 % de Cr tenían una significativa diferencia en las velocidades de termofluencia en diferentes medios. Resultados similares fueron obtenidos en el trabajo de Atxaga *et al.* (2000) al investigar la influencia del wolframio (hasta el 20 %) en la resistencia a la termofluencia de la aleación termoresistente Ni-20 % Cr, exponen que la velocidad de termofluencia disminuye sensiblemente con el aumento del contenido de wolframio.

Durante la elaboración de nuevas aleaciones termoresistentes que no contuvieran cobalto para la fabricación de partes de reactores nucleares en los sistemas Ni-Cr-Mo y Ni-Cr-W Watanabe y Yoshitaka (1973) determinaron teóricamente el intervalo en composición de las aleaciones a partir de que, la concentración media de vacancias electrónicas Nv debe ser menor que la concentración crítica de vacancias electrónicas, calculada por el modelo de Barrows. La comprobación experimental de las aleaciones con contenidos calculados mostró que la mayor resistencia prolongada la tiene la aleación con 23 % de cromo y 18 % de W. En el caso del molibdeno la aleación que satisface estas condiciones contiene 25 % de cromo y 9,5 % de molibdeno.

Henderson *et al.* (2004) determinaron un conjunto de propiedades de las aleaciones de níquel que contenían 10 - 25 % de Cr; 0 - 35 % de W; 0,07 % de C; 0,004 % de B; 0,03 % de Zr luego de revenirlas entre 900 y 1 000 °C durante cinco horas. El aumento del cromo hasta 25 % influye

favorablemente sobre la resistencia prolongada. El valor máximo corresponde a 5 % atómico de Mo + W. A diferencia de emplear un solo componente, ya sea molibdeno o wolframio, en las aleaciones del sistema Ni-Cr-Mo-W, la aleación conjunta con estos elementos influye enormemente en la sensibilidad a la aparición de grietas en caliente.

La influencia del contenido de molibdeno y wolframio sobre la termoresistencia de las aleaciones conteniendo cerca de 15 % de cromo se estudió en el trabajo de Görnerup (2004). En este caso las aleaciones contenían desde 5,29 hasta 24,74 % de wolframio y desde 2,3 hasta 21,1 % de molibdeno.

García-Pontes *et al.* (2006) analizaron la influencia de la composición química sobre la termoresistencia de un grupo de aleaciones en base a níquel utilizadas en la URSS y EE.UU. Como criterio para la evaluación de la termoresistencia empleó la temperatura que correspondía a la resistencia prolongada de 100 horas de ensayo con carga de  $\sigma 100 = 196$  MPa. Él concluyó que la termoresistencia óptima se alcanza con el contenido total de molibdeno y wolframio de 6 a 9 %. Con el aumento de la relación W/Mo las propiedades termoresistentes se elevan y la relación más satisfactoria resulta ser W/Mo  $\geq 2$ .

La influencia del contenido total de cromo, cobalto, wolframio, molibdeno y elementos formadores de fases intermetálicas (Ti, Al, Nb, Ta) aparece claramente. El contenido total óptimo de elementos aleantes es de 30 - 40 % y de los formadores de fases de 8 - 10 %, aunque su aumento hasta 16 % eleva un poco la termoresistencia.

El acero HK-40 es una aleación que trabaja hasta 1 100 °C (Beckitt y Clark, 1967). Si es expuesto a altas temperaturas, el proceso de disolución de los carburos primarios propicia la precipitación (Haro *et al.*, 2000). Con lo anterior, sus propiedades mecánicas cambian y el acero tiende a fallar (ASM, 1990; Whittaker *et al.*, 2013). Es una aleación que recibe su nombre de la AISI. La H denota su resistencia a las temperaturas (Heat Resistant), la K el contenido de Cr con base en el diagrama ternario Fe-C-Cr y el 40 se refiere a la cantidad de carbono presente en la aleación; 0,40 % peso. La microestructura es dendrítica; una matriz de austenita, rodeada con zonas interdendríticas de carburos primarios de la forma  $M_{23}C_6$ .

Velázquez *et al.* (2001) evaluaron el comportamiento de los aceros austeníticos fundidos de la serie HH y HK 40 (de producción nacional) ante los procesos de carburización y nitruración en los rangos de temperaturas desde 750 hasta 1 000 °C. Estudiaron la cinética y la termodinámica de las posibles reacciones y los productos de las mismas se caracterizan mediante técnicas de Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis (MEB-EDAX). En el

análisis microscópico observaron la formación de carburos de cromo después de la carburización, mientras que la nitruración dio lugar a la formación de nitruros de cromo. Se concluye que la aleación HK-40 posee una elevada resistencia intrínseca a la carburización y a la nitruración, que hace factible su empleo en componentes de hornos de soleras múltiples para la reducción de minerales lateríticos.

#### 1.4. Resistencia de los refractarios al choque térmico

Existen factores que pueden contribuir de manera aislada o conjunta en la disminución de la resistencia de los elementos provocando la aparición de roturas; sin embargo, existe uno que predomina y generalmente constituye un factor común en las fallas ocurridas a elevadas temperaturas: las inestabilidades metalúrgicas.

Se denominan inestabilidades metalúrgicas a los cambios que ocurren en la estructura metalográfica originados por permanencias a altas temperaturas. Estas inestabilidades provocan focos que incluyen transiciones de fracturas transgranulares a intergranulares, recristalización, envejecimiento, precipitación o descomposición de fases, retardo de las transformaciones en el equilibrio de fases, oxidación, corrosión intergranular, agrietamiento por corrosión bajo tensión y contaminación por trazas de elementos, entre otras (Saxena, 1998; Beddoes y Gordon, 1999).

Los aceros refractarios son aquellos que resisten altas temperaturas (mayores a 650 °C), también llamados aleaciones resistentes al calor. Los factores más importantes en la selección de estos materiales son: termofluencia, resistencia mecánica, oxidación, carburización, sulfridización y choque térmico. La mayor parte de los aceros refractarios son fundiciones vaciadas, en el caso de nuestros aceros, los tubos se vacían por centrifugado y las conexiones por vaciado estático (Molina, 1992).

Durante el enfriamiento en el molde, la primera fase en solidificar es la austenita sin formarse carburos. La austenita solidifica en forma dendrítica. La última parte en solidificar lo hace en forma eutéctica austenita-carburo, en regiones interdendríticas. Por esta forma de enfriamiento, la microestructura es de carburos primarios en una matriz austenítica (Molina, 1992; Roach *et al.*, 1968) en ocasiones se encuentran inclusiones de sulfuro de manganeso (Hall *et al.*, 1982). La forma de los carburos primarios se presenta de forma laminar y de esqueleto (Roach *et al.*, 1977), encontrándose carburos eutécticos del tipo M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (Zhu *et al.*, 1990).

La fragilización en caliente de aceros austeníticos es un fenómeno muy investigado desde la década de los 50. Roturas catastróficas producidas en tuberías, depósitos, recipientes a presión, equipos para el trasiego de fluidos y otros muy comunes en plantas químicas, energéticas y metalúrgicas, han dado lugar a que se destinen cuantiosos medios y recursos al estudio de la relación entre el carácter de la rotura de elementos fabricados de aceros austeníticos inoxidables y su microestructura (Lai, 1992).

#### 1.5. Aceros inoxidables fundidos

Los aceros inoxidables fundidos usualmente se dividen en dos grupos principales: los termoresistentes, pertenecientes a la serie H y los resistentes a la corrosión, pertenecientes a la serie C. Plantea De Meyer *et al.* (2001) que, del total de la producción mundial de aceros inoxidables, el 52 % pertenece a los aceros austeníticos inoxidables al cromo - níquel, la selección de estos materiales para aplicaciones que implican resistencia a la corrosión a altas temperaturas, requiere de un conocimiento profundo sobre los mecanismos y la cinética de la formación de capas superficiales, su composición química, estructura y mecanismos de difusión. Estos factores y otros que están estrechamente relacionados con las propiedades mecánicas y estructurales a altas temperaturas permiten la adecuación del acero para usos específicos.

Importantes contribuciones al conocimiento de algunas de las regularidades manifestadas en roturas de componentes fabricados con aceros fundidos de la serie H realiza Ebert (1976), se refiere a problemas de agrietamiento en tubos de hornos de pirolisis fabricados de la aleación HK-40 durante procesos de recuperación por soldadura a la intemperie y los efectos de las fases de carburos en la reducción de la ductilidad de la aleación a temperatura ambiente como consecuencia de la exposición de la aleación a elevadas temperaturas durante tiempos prolongados. Por su parte, Roach y Van Echo (1977) reportan las propiedades de fluencia de uniones soldadas también en la aleación HK-40.

Otro acercamiento al conocimiento de las características de los aceros de la serie H después de ensayos de fluencia lo proporciona Davis (1997), al mostrar micrografías de aceros austeníticos fundidos del tipo HH y HK-40 después de ensayos de creep con tiempos de rotura de hasta 1 000 horas. En este caso, sólo se reporta la presencia de fases sigma en la aleación HH sin profundizar en otras cuestiones esenciales como la estequiometría, composición y el mecanismo de precipitación.

Otro trabajo relacionado con acero inoxidable austenítico del tipo HK-40 fundido, es el relacionado con Velázquez (2002) quien establece las principales regularidades que definen el comportamiento del mecanismo de fractura en brazos de hornos de reducción de la Empresa Che Guevara fabricados con la aleación HH, así como el establecimiento del estado tenso-deformacional en brazos fabricados con la aleación HH donde aplica el mecanismo de desarrollo y propagación de microgrietas elastoplásticas a través de los métodos numéricos y experimentales, concluye el autor que el uso de la aleación es factible para trabajar en condiciones de carga bajo determinados regímenes de operación.

Domínguez (1995) y Prevot (1994) han atribuido el fenómeno de la rotura de brazos fabricados con la aleación HH a la presencia de entallas mecánicas (defectos de fundición) y sobrecargas durante las operaciones. Ambos analizaron teóricamente, en ausencia de cálculos verificativos de resistencia, los efectos de las sobrecargas producidas durante las operaciones debido a la formación y desprendimiento del clinker, el que ofrece gran resistencia al movimiento del mecanismo de agitación sin llegar a establecer relación alguna entre las roturas y la microestructura de la aleación.

#### 1.5.1. Clasificación de los hierros de elevada aleación

Walton (1981); Petty (1968); ASTM A 352, clasifican a los hierros de elevada aleación como un grupo independiente de aleaciones de hierro fundido, donde las propiedades dependen directamente de la influencia de los elementos de aleación. En estas aleaciones de hierro fundido, el contenido de aleación está por encima del 4 % y consecuentemente, no pueden ser producidos por aleación en cuchara, como el resto de las aleaciones conocidas. Usualmente son producidos en fundiciones con equipamiento especializado para producir hierros de elevada aleación. Sin embargo, esta afirmación es solo aplicable cuando la suma total de los elementos de aleación, está por encima de 4 %.

Petty (1968); Sy (1959) y Krause (1969) y otros, entre los que se encuentra un artículo de Key-to Steel (2002) señalan que los elementos como el cobre y el níquel tiene un efecto grafitizante durante la transformación eutéctica, sin embargo, durante la transformación eutectoide dificultan la difusión del carbono promoviendo la formación de carbono combinado; mientras otros elementos como el cromo y el molibdeno son formadores de carburos y aumentan su estabilidad. El manganeso favorece la formación de carbono combinado, además de tener una afinidad especial con el azufre, lo cual le proporciona una aplicación insustituible.

Otro efecto de estos elementos es conducir el proceso de solidificación según los mecanismos de transformación de la austenita en perlita, vainita o martensita y de ahí la formación de diferentes microestructuras. Petty (1968) y Key-to-steel (2002) señalan que entre los hierros de elevada aleación se destacan:

- Los hierros aleados con níquel: los cuales deben ser templados para ser usados en aplicaciones donde predomine el desgaste abrasivo. Su matriz es austenítica. Un material típico de este grupo es el Ni-Resist resistente a la corrosión y al calor.
- Los hierros aleados con cromo: presentan elevada dureza y resistencia al desgaste abrasivo.
  Este tipo de hierro aleado es muy poco maquinable.
- Aleados con cromo y níquel: entre este tipo de hierros se destaca el Ni-Hard, el cual presenta una matriz martensítica con carburos del tipo (Fe,Cr)<sub>3</sub>C, con durezas elevadas, pero con una maquinabilidad muy limitada.
- Aleados con molibdeno: el molibdeno es el endurecedor más efectivo del hierro fundido. Se emplean niveles de 1 % generalmente y provoca la formación de estructuras aciculares con una elevada dureza, lo cual limita considerablemente su maquinabilidad.

Los hierros fundidos ya no resultan tan baratos como el hierro gris no aleado y también presentan menor colabilidad y maquinabilidad que éste.

Exponen Mesa (2003); Çetinarslan y Genç (2014) que las fundiciones o hierros fundidos pueden ser divididos en dos grandes familias, los hierros fundidos ordinarios, a base de hierro, carbono, silicio, manganeso, fósforo y azufre y los hierros fundidos aleados, donde son adicionados otros elementos como cobre, Vanadio, titanio, cobalto, para mejorar propiedades mecánicas y de superficie. Como fundiciones ordinarias pueden ser clasificadas las fundiciones grises, la blanca, la nodular, la maleable, donde la diferencia en la microestructura depende básicamente de la forma de solidificación y de los procesos de grafitizado e inoculado utilizado.

En las especificaciones dadas por la ASTM A 352 clasifican a los hierros de alta aleación en un grupo independiente y proponen entre ellos a los hierros blancos al cromo-níquel, que son conocidos también como Ni-Hard (tipos del 1 al 4) y contienen contenidos de cromo bajos (de 3 a 5 % de níquel y de 1 a 4 % de cromo, con una modificación en la que el cromo se eleva de 7 a 11 % de cromo), hierros al cromo-molibdeno, que contienen de 11 a 23 % de cromo y hasta el 3 % de molibdeno y adicionalmente se adicionan níquel o cobre. Un tercer grupo de

hierros blancos aleados con elevado contenido de cromo (de 25 a 28 % de cromo) los cuales pueden ser aleados además con otros elementos como el molibdeno y/o níquel hasta 1,5 %.

Al analizar la influencia de las aleaciones Niu *et al.* (2003) y Sánchez *et al.* (2007) consideran que los hierros blancos aleados ofrecen una considerable versatilidad en sus propiedades, que lo hacen útil en aplicaciones donde es necesaria la resistencia a la abrasión. La composición del hierro blanco aleado se selecciona para obtener una distribución determinada en los carburos y una matriz que brinden una vida de servicio elevada y una efectividad de costos.

Por otro lado, precisan Zhao y Liu (2001) que las fundiciones de hierro blanco de baja aleación, que tienen con un contenido de elementos de aleación inferior a 4 %, desarrollan durezas entre 350 y 550 HB, también plantean que los hierros de elevada aleación alcanzan durezas entre 450 y 800 HB. Los carburos en los hierros blancos aleados presentan durezas del orden de 900 a 1 200 HV y las matrices martensíticas con austenita residual llegan a durezas del orden de 600 a 700 HV.

Según Tabrett y Sare (2000); Belzunce (2001) los hierros blancos al Cr - Ni, son considerados el grupo más viejo entre los hierros blancos de elevada aleación a los que se le atribuye gran importancia industrial, es aleado con cromo y níquel o Ni-Hard, han sido producidos durante más de 50 años con un costo muy efectivo para la molida y trituración de materiales abrasivos.

La matriz austenítica, martensítica o mezcla de las dos actúa de soporte de los carburos, previniendo la fractura y el desconche de los mismos, Sare (1979) indicó que la matriz juega un papel fundamental en la tenacidad a fractura del material de las fundiciones blancas ya que dificulta la propagación de las grietas de unos carburos a otros. Varios investigadores han constatado que las fundiciones de matriz austeníntica poseen mayor tenacidad a fractura que las fundiciones de matriz martensítica (Zhang *et al.*, 2001).

Al evaluar el trabajo de Sillen (2001) relacionado con ejemplos prácticos de la aplicación de la técnica de análisis térmico diferencial (ATD) en el control de la calidad metalúrgica de la fundición, resume que en los hierros blancos martensíticos, el níquel es elemento primario de aleación debido a que en niveles entre 3 y 5 % es muy efectivo para suprimir la transformación de la austenita en perlita, precisa además que de esta manera la estructura dura de la martensita (que usualmente contiene austenita retenida) se desarrolle durante el enfriamiento en los moldes.

Concluye el autor que el cromo se incluye en estas aleaciones en niveles desde 1,4 a 4% para asegurar que se formen carburos durante la solidificación y contrarrestar el efecto grafitizante del níquel.

#### 1.5.2. Resistencia de los hierros blancos con elevado cromo

Los hierros blancos con elevado cromo tienen una excelente resistencia a la abrasión y son usados efectivamente en bombas de lodos, moldes de ladrillos, molinos de carbón y equipos de sand blasting, también se usan en la transportación, molida y trituración de minerales. En algunas aplicaciones de este tipo de hierro las piezas deben soportar cargas de impacto. Son reconocidos, además como los de mayor combinación de resistencia y resistencia a la abrasión entre los hierros blancos aleados (Sillen y Aranzabal, 2002).

Según Velez (2006) en los hierros aleados con elevado contenido de cromo, como en los materiales resistentes a la abrasión, coexisten la tenacidad de la matriz y la resistencia al desgaste. Al variar la composición química y mediante tratamiento térmico, estas propiedades pueden ser ajustadas para alcanzar las necesidades de la mayoría de las aplicaciones donde se necesite resistencia a la abrasión.

La matriz de los hierros blancos aleados con alto cromo y molibdeno es austenítica (510-520  $HV_{10}$ ). La adición de cobre o níquel impide la transformación a perlita, aún con altos contenidos de carbono (Tian, 2002), con tratamiento térmico la dureza de la matriz se incrementa hasta 800  $HV_{10}$ , debido a que es martensítica con alguna austenita retenida.

En su microestructura los hierros blancos contienen una proporción significante de fases de carburos duros. La naturaleza reflectante de estos carburos en las superficies de fractura de las fundiciones blancas brinda una apariencia característica de fractura "blanca", de donde proviene su designación. Lo más significante es que estos carburos duros pueden proporcionar excelente resistencia a la abrasión Hinckley *et al.* (2008), no precisa en su trabajo como obtener en una fundición blanca aleada al níquel-cromo a una estructura martensita con presencia de carburos duros, para brindarle a la aleación, tenacidad además de dureza, convirtiéndolo en menos frágil y aumentando su campo de aplicación.

Los hierros blancos aleados poseen unas microestructuras formadas a base de un alto contenido de carburos eutécticos, junto a otra fase predominantemente martensítica (Tabret y Sare, 1996). La fragilidad y falta de maquinabilidad constituyen limitantes en la

diversificación de las fundiciones totalmente blancas en la industria, lo que hace reducido su empleo a solo aquellos casos en los que no se precise ductilidad.

Se ha podido determinar que algunos autores han estudiado la resistencia al desgaste de los hierros fundidos, Ishikawa *et al.* (2001) propusieron un hierro fundido de elevado nivel de aleación, con el objetivo de ser empleado en aplicaciones donde se requiere resistencia al desgaste, para lograrlo emplean un hierro base con carbono entre 2 y 4 %, silicio hasta 1,5 % y manganeso hasta 1,2 %. Se le adiciona además cromo entre 6 y 20 %, molibdeno ente 2 y 12 % y vanadio entre 3 y 10 % o un contenido de wolframio hasta 20 %.

Establecen como condición que el % Mo + 0,5 % W sea mayor que 0,32 (0,5 % Cr + % V). Con este nivel de aleación obtuvieron carburos del tipo M<sub>6</sub>C en los límites de los granos de los carburos primarios, con un tamaño de partícula hasta 3  $\mu$ m y una densidad de 0,05 g/mm<sup>3</sup>. Precisan los autores que una aleación como esta posee una resistencia al desgaste abrasivo elevada, pero el costo de producción ya no resulta tan bajo como el de los hierros fundidos no aleados y la presencia de los carburos del tipo M<sub>6</sub>C en los límites de los granos de los carburos primarios, además de proporcionar una elevada dureza, harán prácticamente no maquinables a las piezas obtenidas con este material.

Otros autores como Hiroaki *et al.* (2001) proponen hierros de elevado nivel de aleación resistentes al desgaste, a partir de un hierro de elevado contenido de cromo, pero hipereutéctico, con carbono entre 3,7 y 4,5 % y con nitrógeno entre 0,10 y 0,40 %. De este modo se mantiene la resistencia de los hierros hipoeutécticos, pero los carburos secundarios que se obtienen después del temple, debido al elevado contenido de carbono, aumentan considerablemente la dureza de la base metalográfica y por lo tanto incrementan la resistencia al desgaste. Tampoco una aleación como esta resulta maquinable y el proceso de tratamiento térmico indudablemente elevará los costos de su producción.

Masaaki *et al.* (2001) proponen el uso de un hierro de elevado contenido de cromo y alto carbono, pero la acción del wolframio y el niobio actúan en la región hipoeutéctica, obteniéndose carburos de mayor dureza y con la tenacidad de los hierros aleados de elevado contenido de cromo. Las piezas fundidas obtenidas con este material pueden presentar una dureza del orden de 69 HRC. Con semejante dureza indiscutiblemente se leva la resistencia al desgaste, pero la maquinabilidad se limita notablemente y los costos se elevan dado el nivel de aleación y los elementos empleados.

Para resolver el problema que se introduce con el maquinado algunos autores entre los que se encuentra Mile (1998), propone el empleo de un hierro de baja aleación para producir un árbol de levas, pero coloca enfriadores para que se forme una capa de hiero blanco en la superficie de las piezas. Para lograr maquinar la pieza aplica un recocido y luego obtiene la dureza requerida mediante temple en un baño salino o mediante temple por llama. Este proceso debido al alto consumo de energía encarece la aleación, aunque resuelva el problema del maquinado. Y de que la aleación empleada es menos cara por el contenido de los elementos de aleación empleado.

Algunos autores entre los que se encuentran Yuanzhong y Maorang (1998); proponen un hierro fundido con muy bajos contenidos de azufre y fósforo (0,01 a 0,025 %) con alto silicio (2,0 a 3,4 %) y la adición de cobre, cromo y molibdeno por debajo de 2 %, además de emplear un elemento tierra rara (0,025 a 0,03 %) unido a un metal no ferroso.

Según los autores, con esta aleación se pueden producir bolas para pulverizar minerales, con muy buena resistencia al impacto, a la fatiga, con costo bajos y se eleva la vida de servicio de 2 a 5 veces el de las bolas obtenidas con un hierro de elevado contenido de cromo y medio contenido de manganeso, pero el proceso de desulfuración y el costo de los inoculantes para obtener el hierro esferoidal, así como el equipamiento necesario para su inoculación, no resultan tan baratos.

Luo (1994) propone el empleo de un nodulizante de bismuto y un hierro base con bajo contenido de carbono (2,0 a 2,8 %), se emplea como aleantes el manganeso (1,5 a 10 %), el cobre (0,8 a 2 %), el vanadio (1,0 a 2,0 %); señala que pudieran emplearse cromo o wolframio, todo con el objetivo de obtener moldes de estampado en caliente y enfriamiento en agua.

#### 1.5.3. Proceso de producción de la fundición blanca

La fundición blanca se produce en el horno de cubilote, su composición y rapidez de solidificación separa coladas que se transformarán con tratamiento térmico en hierro maleable. La fundición blanca también se utiliza en aplicaciones donde se necesita buena resistencia al desgaste, trituradoras y en los molinos de rodillos (Catalina *et al.*, 2000).

Plantea Rivera *et al.* (2000) que la fundición blanca (figura 1.3) está compuesta de perlita y cementita estructuralmente libre (P + C), el carbono se halla en esta forma de composición química con el hierro. La fundición blanca posee una alta dureza, fragilidad y no es posible su maquinado con cuchillas, por lo que es poco frecuente su utilización en la construcción de

máquinas, sólo en aquellos casos cuando la pieza trabaja al desgaste (mandíbulas para las trituradoras de piedra, bolas rompedoras, zapatas de freno para vagones).



Figura 1.3. Estructuras de la fundición blanca. Fuente: Rojas et al. (2000).

La fundición blanca, pobre en carbono y la pobre en silicio, también se emplean para la producción de fundición maleable. Inicialmente las piezas se producen de fundición blanca, luego son expuestas a tratamiento de recocido y se obtiene la fundición maleable. La superficie de trabajo de las piezas debe tener la estructura de la fundición blanca y la parte central, resistente como la estructura de la fundición gris. Estas piezas se conocen como templadas al aire (Onsoien *et al.*, 1999).

Según Aguilar y Boeri (2000) reciben este nombre por la apariencia que tiene el material al fracturarse. Se forma al enfriar rápidamente la fundición de hierro desde el estado líquido, siguiendo el diagrama hierro cementita metaestable; durante el enfriamiento, la austenita solidifica a partir de la aleación fundida en forma de dendritas. A los 1148 °C el líquido alcanza la composición eutéctica (4,3 % C) y se solidifica como un eutéctico de austenita y cementita llamado ledeburita. El eutéctico aparece en su mayor parte como cementita blanca que rodea las dendritas de forma de helecho.

Según Sertucha y Suárez (2004), las fundiciones blancas no contienen grafito libre, en cambio todo el carbono se presenta combinado como Fe<sub>2</sub>C, presenta dificultad para lograr uniformidad de estructura metalográfica según el espesor. Desde el estado líquido, se forman cristales de austenita que disuelven cada vez más carbono hasta llegar a la temperatura eutéctica, en donde el líquido remanente reacciona para formar el eutéctico ledeburita y cementita. Como la reacción ocurre a alta temperatura (1100  $^{0}$ C) la ledeburita aparece como una mezcla gruesa. Al bajar la temperatura, la austenita segrega carbono porque baja la solubilidad, de manera que da lugar a la precipitación de cementita proeutectoide mayormente sobre la cementita ya presente.

A la temperatura eutectoide (723 °C), la austenita con 0,8 % de carbono se transforma en perlita por la reacción eutectoide, la estructura típica de una fundición blanca consiste en dendritas de austerita transformada (perlita) rodeadas de una red interdendrítica de cementita, la cementita es un compuesto intermetálico duro y frágil que forma una red interdendrítica. Esta característica hace a la fundición blanca muy dura y resistente al desgaste, pero frágil y difícil de maquinar.

Las fundiciones blancas aleadas con cromo son productos muy demandados por la industria minera, por su alta dureza, la resistencia a la abrasión y su resistencia a la oxidación y la corrosión, que se obtienen por moldeo y se caracterizan por poseer unas microestructuras formadas a base de un alto contenido de carburos eutécticos, junto a otra fase predominantemente martensítica (Boeri y Sikora, 2001).

Considera Dardati *et al.* (2002) que el tratamiento térmico de las fundiciones se realiza fundamentalmente para eliminar las tensiones internas que surgen durante el fundido. Estas tensiones conducen con el tiempo, a la variación de las dimensiones y forma de la fundición, disminución de la dureza y el mejoramiento de la maquinabilidad por corte y una elevación de las propiedades mecánicas.

El tratamiento de estas fundiciones (Dardati *et al.*, 2003) consiste en una austenización a una temperatura a la que, o bien precipitan carburos o, por el contrario, se disuelven muchos de los carburos que habían precipitado en el enfriamiento posterior al moldeo, lo cual depende de su composición química, del tamaño de la pieza, las condiciones de enfriamiento tras el moldeo.

Tanto la resistencia al desgaste como la maquinabilidad están puestas en función de la dureza, aunque en sentido contrario. Por una parte (Philippon *et al.*, 2004) señalan que, al aumentar la dureza respecto a la resistencia a la tracción, cosa que ocurre en los hierros blancos, disminuye la maquinabilidad y por otra parte (Das y Albert, 2005) señalan que al aumentar la dureza del material respecto a la del abrasivo, se favorece la resistencia al desgaste abrasivo del material, ya que el mismo se mueve en una masa abrasiva.

#### 1.5.4. Tratamiento térmico de la fundición blanca

El tratamiento térmico de las fundiciones se realiza fundamentalmente para eliminar las tensiones internas que surgen durante el fundido, que conducen con el tiempo, a la variación de las dimensiones y forma de la fundición, disminución de la dureza y mejoramiento de la maquinabilidad por corte y elevación de las propiedades mecánicas.

En el proceso de tratamiento térmico de la fundición ocurren las mismas transformaciones que en el acero. Sin embargo, éstas se complican por el hecho de que durante el calentamiento de la fundición se puede desarrollar el proceso de grafitización que cambia complementariamente la estructura y, por lo tanto, las propiedades de la fundición.

El conformado de estos productos se realiza mediante técnicas de moldeo, directamente, a partir del caldo líquido. Siendo habitualmente fundiciones hipoeutécticas, su solidificación comienza con la formación de dendritos de austenita y termina con la formación del constituyente eutéctico  $\gamma + M_7 C_3$ . En el enfriamiento posterior, en virtud de la típica pérdida de solubilidad de la austenita con la disminución de la temperatura, precipitan cantidades importantes de estos mismos carburos (Dogan *et al.*, 1997).

El tratamiento térmico de estas fundiciones consiste en una austenización a una temperatura en que, o bien precipitan carburos o, por el contrario, se disuelven muchos de los que habían precipitado en el enfriamiento posterior al moldeo (ocurrirá según sea su composición química, tamaño de la pieza, condiciones de enfriamiento tras el moldeo).

De cualquier modo, tras el mantenimiento a elevada temperatura, se obtiene una austenita suficientemente aleada y con un contenido alto de carbono, templable, que se transforma parcialmente en martensita, en el enfriamiento, después del temple. Queda, sin embargo, después del temple, una fracción importante de austenita retenida, que debe eliminarse tras dos o, incluso, tres tratamientos de revenido con objeto de conseguir la necesaria estabilidad microestructural.

En el curso de estos tratamientos de revenido tiene, además, lugar un significativo endurecimiento estructural (endurecimiento secundario), propiciado por la precipitación de carburos y la transformación de la austenita retenida en martensita. Se logran productos con una dureza final comprendida entre 600 y 800 HV (Buchmayr y Kirkaldy, 1990).

Varios investigadores (Granlund, 1999 y Brümmer, 2001) observaron que en el calentamiento a temperaturas superiores a la temperatura del eutectoide (996 K) de un agregado de ferrita y carburos, la transformación de la matriz ferrítica a austenita ocurre rápidamente, mientras que la disolución de los carburos en la austenita, ocurre lentamente.

Hultgren (1929) en aceros eutectoides y García *et al.* (1979) en aceros inoxidables martensíticos demostraron que permanecen gradientes de concentración en la austenita durante un cierto tiempo después de que las partículas de carburo se hayan disuelto. En la

austenización de perlita laminar este fenómeno puede ser observado mediante ataque químico. Baeyertz lo denominó "fantasmas de la perlita" (Baeyertz, 1942).

Trabajos posteriores resaltaron la importancia de los precipitados de cementita en la ferrita en el proceso de nucleación de la austenita (Speich y Szirmae, 1969; Hillert, 1971; Kinoshita y Ueda, 1974). Todos estos autores concluyeron que el crecimiento de la austenita es controlado por la disolución de la cementita y dieron una idea de la complejidad de la transformación, pues la austenita nuclea y crece en una microestructura compuesta por dos fases, las cuales presentan grados diferentes de estabilidad.

#### 1.6. Influencia de la dureza en los hierros fundidos

Las propiedades y el comportamiento de las fundiciones durante su manufactura y el desempeño durante su vida de servicio, dependen de su composición, estructura, historia de procesamiento y del tratamiento térmico al cual han sido sujetos. Propiedades básicas importantes como la resistencia, la dureza, la ductilidad y la tenacidad, son influenciadas de manera importante y modificadas por elementos de aleación.

Tsutomo (1991) con el objetivo de aumentar la dureza y la resistencia al impacto, propone un hierro de bajo contenido de silicio (0,2 a 1,0 %) con contenidos de molibdeno (0,5 a 2,0 %), el cromo (27 a 34 %), el wolframio (0,5 a 2,0 %) y el boro hasta 0,1 %. El cual es tratado térmicamente entre 950 y 1100 °C y revenido después del temple entre 200 y 500 °C, para alcanzar los niveles de dureza deseados. En un hierro con estos niveles de silicio bajos y los elevados contenidos de elementos formadores y estabilizadores de carburos, no puede estar presente el grafito, lo cual dificulta la maquinabilidad, pero también los costos son elevados por el nivel de aleación y por el proceso de tratamiento térmico, dado el nivel de energía a consumir.

Yoghito (1992) propone un hierro fundido aleado con excelente resistencia al desgaste, empleando adiciones de molibdeno (5 a 15 %), el níquel (0,3 y 3 %), el cromo (7 a 18 %), vanadio (1 a 8 %) y wolframio hasta 10 %. Establecen como condición que el % Mo + 0,5 % W esté entre 2 y 15 % y se aproveche la microsegregación del vanadio, incrementar la dureza. Además, endurecen la matriz con un tratamiento térmico.

En tales condiciones la dureza alcanzada hace excelente la aleación para usos donde sea necesario alta resistencia al desgaste, pero la maquinabilidad se ve extremadamente limitada.

Los comentarios sobre los costos de producción son similares a los expuestos anteriormente, con objetivos similares.

Michio (1986) propone una aleación que contiene contenidos elevados de cromo, de molibdeno, de wolframio y de titanio hasta 0,3 % donde el niobio hasta 0,3 y el cobre hasta 4 %, también están presentes. Con este nivel de aleación se logran carburos de forma granular que presentan elevada resistencia al desgaste y un elevado acabado superficial. Los criterios sobre esta aleación dado el nivel de los elementos de aleación empleados, elevan los precios de producción y actúan negativamente sobre la maquinabilidad.

Resulta de interés particular la solución brindada por Takayiki *et al.* (1991) donde conjugan el empleo de elementos como el níquel (3 a 5 %) que promueven la formación de grafito y mejoran la estructura de la matriz y el cromo (1,2 y 2,5 %) en contenido donde disminuye el desgaste sin que frene la grafitización. Se adicionan además molibdeno (0,1 a 2 %) a un nivel donde la dureza de los carburos puede ser incrementada y el boro en un nivel (0,01 a 0,2 %) que regula la uniformidad del grafito y evita que se obtenga muy basto.

#### 1.7. Conclusiones del capítulo

- Quedó establecido el estado del arte relacionado con el acero refractario fundido HK-40 empleado en los dientes rascadores de los brazos de barrido.
- La aleación inoxidable austenítica ACI HK-40, de producción nacional, tienen amplia aplicación en la industria minero metalúrgica de Cuba en la fabricación de componentes para hornos de reducción del mineral laterítico, donde se requiere una atmósfera totalmente reductora con alto contenido de CO, CO<sub>2</sub> y nitrógeno.
- En los materiales aleados con elevado contenido de cromo, como en los materiales resistentes a la abrasión, coexisten la tenacidad de la matriz y la resistencia al desgaste. Al variar la composición química o la microestructura, estas propiedades pueden ser ajustadas para alcanzar las necesidades de la mayoría de las aplicaciones donde se necesite resistencia a la abrasión.
- Las inestabilidades metalúrgicas, son el factor que mas influye de manera aislada o conjunta en la disminución de la resistencia de los elementos, provocando la aparición de transiciones de fracturas transgranulares a intergranulares, recristalización, envejecimiento, precipitación o descomposición de fases, oxidación, corrosión intergranular.

**Capítulo 2: Materiales y métodos** 

## **CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS**

#### 2.1. Introducción

Una de las características peculiares de los aceros inoxidables y uno de los motivos de la continua generalización de su empleo es, su resistencia a la corrosión. Presentan buenas características de resistencia a los fenómenos corrosivos, por otra parte, no es menos cierto que, como cualquier otro material, no pueden hacer frente a cualquier tipo de agresión. Su resistencia depende de factores, como sus condiciones intrínsecas (principalmente su composición química y estructural), el tipo de ambiente en el que se encuentran, el modo como se unen entre sí o con otros materiales, el proceso tecnológico al que están sometidos.

El objetivo del capítulo es establecer los métodos y procedimientos para la determinación de las propiedades mecánico-metalúrgico del acero refractario fundido HK-40 según sus condiciones de obtención.

#### 2.2. Proceso de obtención de las muestras

La obtención de las muestras a analizar se realizó la fusión de la aleación en un horno de inducción con crisol de alta frecuencia, con capacidad de 1 t. Los materiales de carga seleccionados de acuerdo a la composición química correspondiente a la aleación objeto de estudio, se muestran en la tabla 2.1. Se garantizó que los mismos estuviesen limpios de grasa y suciedad y con dimensiones tales que no dañen el revestimiento del horno, por lo que se comprueba su masa en una balanza digital de pesaje industrial.

Materiales de carga	Masa (kg)
Palanquilla	36,76
Fe Cr 0.06	40
Ni-Sinter	21,74
Fe Si 75	0,5
Fe Mn 1.5	0,6
Carbón Antrasita	0,4

El balance de metales (carga metálica), se efectúo en base a 100 kg. Para convertirla a la capacidad de trabajo del horno se multiplicó los valores por 10 y se conformó la carga para una tonelada de metal líquido, que es la capacidad de trabajo del horno (1 tonelada). Para el caso actual, se escogió el método de moldeo químico. Obtenido a partir de resinas de tipo Fenol-Formaldehido o ureaformaldehido, modificadas con alcohol furfurílico, según recomendaciones de (Salcines, 1985). Se formó la mezcla con los tres componentes (arena,
resina y catalizador), la cual se endureció pasado un breve tiempo a temperatura ambiente, lográndose los valores de resistencia en el molde (1-10 kgf/cm<sup>2</sup>). Los catalizadores fueron empleados con el objetivo de acelerar las velocidades de polimerización.

Se controló la temperatura de vaciado de la aleación a 1 600°C, mientras que la de vertido estuvo entre 1 550 y 1 580 °C, ya que las elevadas temperaturas generan contracción en el proceso de solidificación y los puntos calientes surgidos pueden producir micro rechupes y estructura dendrítica grosera, arrastre de arena y sinterización de la arena.

Se controló el enfriamiento en el molde, considerando que, la primera fase en solidificar es la austenita sin formarse carburos (la austenita solidifica en forma dendrítica), ya que la última parte en solidificar lo hace en forma eutéctica austenita-carburo, en regiones interdendríticas. Por esta forma de enfriamiento, la microestructura es de carburos primarios en una matriz austenítica, durante el proceso, en ocasiones se encuentran inclusiones de MnS.

## 2.2.1. Obtención de las probetas metálicas

Los dientes se obtuvieron mediante el vertido del metal líquido en un molde previamente confeccionado a partir de una plantilla que solidificó y dio lugar a las mismas, se utilizó plantillas sueltas sin sistema de alimentación, que son las recomendadas para fabricar una sola pieza o una serie de pequeñas cantidades; se obtuvieron los dientes y a partir de ellos se elaboraron las muestras para realizar los análisis propuestos. En la figura 2.1 se muestran las probetas obtenidas.



Figura 2.1. Dientes obtenidos productos del moldeo.

Se realizó un desmoldeo rápido con el objetivo de eliminar las tensiones que surgen durante esta operación, es necesario tender a obtener la mínima cantidad de tensiones en la pieza. Las mismas son pocas a altas temperaturas, cuando las piezas se encuentran en la zona de deformación plástica. Al disminuir la temperatura y la aleación pasa al estado elástico, estas tensiones se agrupan y crecen hasta su máxima expresión en el momento del desmoldeo.

Una vez desmoldeada la pieza estas tensiones se eliminan en parte, pues se termina el frenado de la contracción. Las tensiones de contracción se suman a las tensiones térmicas, y producen tensiones lineales y elásticas en las partes gruesas de las piezas. Las tensiones de fase aparecen en el momento de cambios alotrópicos o de fases cuando la nueva fase y la anterior se diferencian en volumen específico a la temperatura de deformación elástica.

El desmoldeo se realizó en la desmoldeadora Webac, que consiste en un sacudidor con una estación de desmoldeo por vibración con rejilla de 2 x 2 m y una carga máxima de cinco toneladas. El corte del sistema de alimentación se realizó por impacto, el recomendado para las aleaciones del hierro fundido.

## 2.3. Composición química estándar del acero refractario HK-40, % en masa

En la tabla 2.1 se muestra la composición química estándar de esta aleación HK-40, según Alloy Casting Institute (ACI), designación adoptada por la ASTM, de la American Society for testing Materials – ASTM y la SAE.

С	Si	Mn	Р	S	Cr	Mo	Ni
0,35 - 0,45	1,75	1,5	0,040	0,040	23 - 27	0,50	19 - 22

Tabla 2.1. Composición química estándar de la aleación HK-40, % en masa

Según esta norma la denominación es del tipo A 351 grado HK 40. Al determinar la composición química, se puede observar que el contenido de carbono y de cromo, pueden favorecer la formación de fase intermetálica sigma. El contenido en cromo está entre 23 y 27 %, el carbono es de 0,35 a 0,45 % y contiene además de 19 a 22 % de níquel aproximadamente. El níquel aporta resistencia a las altas temperaturas y a la corrosión y controla el crecimiento de grano debido a la presencia de cromo, el cual tiende a formar carburos, mientras que el níquel tiende a descomponerlos.

La aleación objeto de estudio, se emplea para la fabricación de dientes rascadores, los cuales se ubican en los brazos de los hornos de reducción de mineral laterítico (ver figura 2.2), son elementos huecos que presentan una longitud total de 2 648 mm (Velázquez (2002). Son fabricados con acero inoxidable del sistema Fe-Cr-Ni-C.

## Universidad de Moa



Figura 2.2. Brazo de barrido empleado en los hornos de reducción.

Estos brazos operan bajo las condiciones siguientes:

- Cargas de flexión originadas por el peso propio del elemento, el peso de los dientes rascadores acoplados en la parte inferior y la resistencia que ofrece la carga mineral durante el barrido.
- Elevadas temperaturas (según un perfil establecido para los distintos hogares) que oscilan entre 350-850°C.
- Atmósfera reductora compuesta por gases provenientes de la combustión de petróleo.
- Tiempos de operación prolongados bajo regímenes continuos de producción.

Bajo estas condiciones de operación, los dientes acoplados al mismo, requieren de propiedades especiales extremas que permitan mantener un comportamiento estable y prolongado en el tiempo y de esta forma no estén propensos a la fractura.

## 2.4. Preparación metalográfica de las probetas

Dentro de los procesos de diseños, el corte de las muestras debe realizarse meticulosamente, tratando en lo posible de la selección adecuada de cada máquina, para ensayos microestructurales la no alteración de las propiedades de los materiales es de vital importancia, ya que el cambio de la misma refleja una imagen distorsionada de lo que queremos obtener. Usualmente, las aleaciones metálicas se examinan por medio de una sección transversal. En la preparación metalográfica se realizó un conjunto de operaciones como son: desbaste, pulido, desengrasado y lavado (ASTM E 3 - 95 y Norma NC 10 - 56: 86).

### 2.4.1. Corte de las muestras

La máquina de corte empleada para la preparación de las probetas es de tipo CM 260, marca *echo RD*. La misma tiene cinco chorros de líquido refrigerante que garantizan una buena lubricación para evitar calentamiento y por consiguiente transformaciones microestructurales en las superficies de contacto. Es de suma importancia que las probetas sean limpiadas en todo

su contorno, además de garantizar que tengan superficies planas con la menor cantidad de deformaciones posibles. En la figura 2.3 se muestran las probetas.



Figura 2.3. Corte de los dientes.

El corte se realizó de forma tal que se pudieran observar todas las zonas componentes del diente según su configuración geométrica, tanto en área de mayor, como de menor espesor y además permitiera su fácil manipulación y posterior nivelación, así como el ataque químico. Luego se cortaron con longitud fue de 15 milímetros (Norma ASTM E 92). Se tuvo en cuenta estas dimensiones ya que estas varían en cada caso, es suficiente, siempre que sea posible, disponer de secciones mínimas de 10 x 10 mm y no mayores de 25 x 25 mm y con probetas con altura de 20 mm (Sturla y Castellano, 1951).

## 2.4.2. Encapsulado de las muestras resina epoxi ROYAPOX - 5050

Las muestras se encapsularon para poder realizar las operaciones de desbaste y pulido y garantizar el fácil manejo de las mismas, como se muestra en la figura 2.4. Esta operación se realiza por medio de una máquina de encapsular de marca *echo RD*, de tipo MP 350 A. Para esto se empleó resina epoxi negra con una temperatura de fusión de 150-170°C durante un tiempo de 6-8 minutos, para luego enfriarse en el molde hasta los 60°C.



Figura 2.4. Muestra encapsulada.

Cuando se va a realizar análisis microestructural en bordes de muestras deformadas, es importante conservar un ángulo de 90° en toda el área a observar, aspecto que no es posible, de no realizarse esta operación, ya que, durante las operaciones de desbaste y pulido, los bordes se distorsionan redondeándose, obteniéndose una falsa observación de la imagen. El encapsulado se realizó con resina epoxi ROYAPOX – 5050.

### 2.4.3. Propiedades de la resina epoxi ROYAPOX - 5050

La resina epoxi ROYAPOX 5050 está compuesta por dos componentes y una vez polimerizada a temperatura ambiente, forma una masa incolora, dura y algo flexible. Presenta buenas cualidades de resistencia a la humedad y buenas propiedades mecánicas y dieléctricas que conserva sus propiedades a temperaturas comprendidas entre - 30 y 125 °C. Se suministra en dos componentes separados y predosificados: ROYAPOX 5050 y endurecedor 5050. La relación de mezcla en peso (resina/endurecedor) es de 100/40 y puede utilizarse en la impregnación o relleno de pequeños componentes electrónicos, que requieran una protección contra la humedad y los cambios de temperatura.

#### 2.4.4. Operación de desbaste y pulido

Se realizó variando la granulometría de los papeles abrasivos al ser aplicadas a la pieza de trabajo, desde la más gruesa a la más fina, del tipo No 320, 400, 600 y 800 (ASTM E 3-95). Las lijas fueron colocadas sobre una placa de vidrio, se cambó el sentido del lijado a 90° al pasar de un pliegue a otro, para eliminar la capa de material distorsionado y deslizado dejado por el anterior, esto permite obtener una superficie lisa y pulida, libre de impurezas o ralladuras, por último, las muestras se pulieron en una pulidora metalográfica marca MONTASUPAL, ubicada en el laboratorio de Ciencia de los Materiales del ISMM. Las características de la máquina son:

Tensión 250 V Intensidad 2,5 A Número de revoluciones 300 - 1 000 r/min Potencia del motor 3,72 kW

Para el acabado se utilizó un paño de fieltro grueso, se usó como sustancia abrasiva el óxido de cromo. Una vez pulida las muestras se lavaron con agua destilada, secándose con papel de filtro, se volvieron a lavar con tetracloruro de carbono (Cl<sub>4</sub>C) para evitar cualquier vestigio de grasa y pasta de pulir.

## 2.4.5. Ataque químico de las muestras

El reactivo fue nital, con 5 mL de ácido nítrico y 95 mL de alcohol etílico, recomendado por ASM Handbook (1992) para aceros al carbono, aceros aleados y fundición gris. Esta sustancia oscurece la perlita y da contraste entre sus colonias por lo que revela sus fronteras, además diferencia la ferrita de la martensita y aumenta la rapidez del ataque.

Preparado el reactivo, se vertió una porción en una cápsula en la que se introdujo la probeta unos instantes, mojando la superficie pulida. Se detuvo el ataque sumergiendo las mismas en el agua y luego se observó la superficie. La operación se repitió hasta que la superficie a examinar estuvo bien atacada. El tiempo de ataque fue variable y sólo la práctica o la observación repetida de la probeta al microscopio dirán cuándo debe darse por terminado. En este caso se realizó el ataque por separado ya que la unión soldada es de acero disímil. Después del ataque se lavó la probeta de nuevo con abundante agua corriente, se secó con alcohol (absoluto) y secada al aire.

## 2.4.6. Ensayo de dureza en las diferentes zonas

En la medición de la microdureza se siguieron los procedimientos de la norma NC 10-56: 86. Se utilizó un durómetro digital modelo HRS-ISO (Digital Rockwell Hardness Tester) (figura 2.5), la carga aplicada fue de 1 471 N en un tiempo de 15 segundos. El indentador empleado fue el de pirámide de diamante, con un ángulo de 136° según la ASTM E 92 - 82.



Figura 2.5. Durómetro digital modelo HRS-ISO.

Las superficies de las probetas se prepararon de la misma manera que para el análisis microestructural, el desbaste y el pulido, se efectuaron tres mediciones a las muestras en diferentes lugares, las que se promediaron.

Cuando se conocen los valores de la dureza obtenidos en cada una de las mediciones, se calcula el promedio (media) de estas de forma individual a través de la ecuación 2.1, controlando la cantidad de huellas realizadas en el experimento.

$$Media = \frac{\sum X_i}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{n} HRC_i}{n}$$
(2.1)

Siendo,  $X_i$  es el valor de i medición; HV representa el valor de dureza en N y n el número de mediciones realizadas.

La figura 2.6 muestra las zonas donde se realizó el análisis de dureza.



Figura 2.6. Medición de durezas en las diferentes zonas.

La microdureza (VHN) se determinó teniendo en cuentas las ecuaciones siguientes:

$$HVN = 1,854 \cdot \frac{P}{\frac{-2}{d}}$$
(2.2)

Diámetro medio; 
$$\overset{-2}{d} \dots \overset{-}{d} = \frac{(d_1 + d_2) + (d_3 + d_4)}{2}$$
 (2.3)

Microdureza promedio; 
$$\overline{VHN} = \frac{\sum VHN_1 + VHN_2}{2}$$
 (2.4)

Siendo 1,854 una constante y P la carga a aplicar en, N.

El número de dureza *VHN*, se determinó por el tamaño de las huellas, como se muestra en la figura 2.7. Este procedimiento se consideró en diferentes regiones del diente, teniendo en cuenta el proceso de solidificación.



Figura 2.7. Medición de dureza en la muestra.

En el procedimiento de la medición de la dureza Vickers, se realizó de forma aleatoria sobre la superficie, es decir volumétrica sin considerar fase o microconstituyentes presentes.

# 2.4.7. Microestructura patrón de la aleación

Se empleó un microscopio óptico binocular marca NOVEL modelo NIM – 100, ubicado en el Laboratorio de Ciencia de los Materiales de la Universidad de Moa, dotado de una cámara instalada, el hardware IMI.VIDEOCAPTURE.exe (2006), que refleja la micrografía en el computador. La muestra de la figura 2.8 se corresponden con la estructura metalográfica de la muestra patrón de la aleación HK-40.



Figura 2.8. Microestructura del HK-40.

Se observa una estructura caracterizada por carburos alargados, preferencialmente ubicados en bordes dendríticos; por un lado, en forma de collar rodeando a la fase austenítica y en bordes de grano, mostrando una precipitación parcial.

# 2.4.8. Microscopio óptico para el análisis de imágenes

Para el análisis de las imágenes se empleó un microscopio óptico binocular reflexivo marca echoLAB como se muestra en la figura 2.9, está ubicado en el laboratorio de Materiales de la empresa "Comandante Gustavo Machín Hoed de Beche", de Moa, dotado de una cámara instalada mediante el hardware que refleja la fotografía en el computador.



Figura 2.9. Microscopio óptico binocular con cámara instalada.

Realiza la reflexión de la luz de la probeta pulida, con una cámara digital acoplada, la cual va desde el microscopio hacia una laptop marca LENOVO, donde se encuentra un programa

analizador de imágenes tomadas desde la cámara, se evalúan las fases, tamaño del grano, inclusiones, afectaciones en los granos, en la misma se elabora un reporte técnico con estas características. Se determinó el porciento de los microconstituyentes presentes en las muestras.

## 2.4.9. Obtención del porciento de microconstituyentes

Se determinó el porciento de microconstituyentes para establecer el comportamiento de los dientes bajo carga mecánica, teniendo en cuenta que, las fases presentes, determinan esta resistencia. En la tabla 2.2 se muestra el procedimiento (norma ASTM A 247).

Tabla 2.2. Procedimiento para el ana	álisis de los microconstituyentes.
Datos de las fases	

Datos de las fases						
Microconstituyentes Área Área %						
1	Área 1	Área 1				
2	Área 2	Área 2				

Se determinó en un microscopio reflexivo que funciona básicamente por medio de la combinación entre el sistema óptico y la iluminación. En este ensayo los granos van a presentar colores diferentes, adicionalmente los átomos en los límites de grano son más reactivos durante el ataque químico y se disuelven en mayor cantidad que el grano mismo, por ello la reflexividad cambia y se acrecienta su visibilidad.

## 2.5. Comportamiento de la porosidad

En estado fundido los metales suelen retener gran volumen de gases en disolución. Así, por ejemplo, el hierro líquido disuelve hidrógeno, nitrógeno y oxígeno (que es el principal elemento disuelto en el acero). Las porosidades externas e internas, respectivamente, son generados por la acumulación de gases disueltos en el acero al momento de su solidificación. Un exceso de oxígeno, nitrógeno e hidrógeno durante el proceso de conversión, ajuste y colada del acero, puede llevar a la aparición de estos defectos. En la tabla 2.3 se muestra el procedimiento para determinar la porosidad en los dientes fundidos.

Muestras	Parámetros	Denomin.	% O	%	%	%
				Ν	Н	Poros
	Temperatura líquidus	T <sub>LA</sub>	Х	Х	Х	
M1 - M9	Temperatura sólidus	T <sub>SA</sub>	Х	Х	Х	% P
	Tiempo inicio solidif.	Ts	Х	Х	Х	M1-M9
	Fin solidif.	Fs	Х	X	Х	
	Tiempo solidif.	T <sub>sol</sub>	X	Х	Х	

Tabla 2.3. Procedimiento para determinar la porosidad en los dientes

#### Nomenclatura:

- N-nitrógeno; %
- O-oxígeno; %
- H-hidrógeno; %

Se consideró estos elementos, teniendo en cuenta que, el nitrógeno en ocasiones origina dificultades en los aceros por comunicarles fragilidad y reducir la ductilidad. El hidrógeno debido a que, la solubilidad aumenta al elevarse la temperatura del metal fundido. El contenido de oxígeno en el acero líquido aumenta a medida que el %C disminuye.

Se determinó el carbono equivalente en función del carbono, el silicio y el fósforo ya que, el espesor combinado se define como la suma de los espesores que concurren en la fundición. El carbono equivalente de la fundición en función del carbono, el silicio y el fósforo y se calcula por la ecuación siguiente:

$$%C_{eq} = %C + \frac{(\%Si + \%P)}{3}$$
(2.5)

El cálculo del carbono equivalente permite evaluar el efecto de la composición de los elementos en las fundiciones. Permite estimar si una determinada fundición será hipo o hipereutéctica durante la solidificación.

A efectos de determinar el contenido de C y Si del metal base se utilizan las curvas de enfriamiento ya que los hierros fundidos son considerados aleaciones ternarias de hierro, carbono y silicio. El contenido de C y Si de una fundición solidificada metaestablemente puede calcularse en función de los valores temperatura de transformación eutéctica (CET) y temperatura de arresto de líquidus (TAL), según Dardati *et al.* (2004).

$$Si\left[\% = \frac{2\ 085, 4 - C_{ET}}{22, 7}\right] \tag{2.6}$$

$$C[\%] = \frac{(2\,994 - T_{AL} - 53,07 \cdot \%\,Si)}{212,3} \tag{2.7}$$

$$T_{AL} = 1569 - 97,3 \left( C + \frac{1}{4} Si \right)$$
(2.8)

**Donde:** 

 $C_{ET}$  - carbono equivalente total; %

 $T_{AL}$  - temperatura del líquidus de la austenita; °C

Para la determinación de las composiciones de equilibrio de las distintas fases en las zonas de interfase se tiene en cuenta la influencia del silicio a partir del diagrama de equilibrio ternario Fe - C - Si. Esto se logra con el uso de este diagrama en dos dimensiones, pero cuyas líneas de líquidus, sólidus y temperatura de equilibrio eutéctica están definidas por funciones que dependen de los contenidos de silicio (Si) y de carbono (C) en la fundición que solidifica. La composición en las interfases se determina por las ecuaciones siguientes:

$$T_{AS} = 1528 - 177.9(C + 0.18 \cdot Si) \tag{2.9}$$

$$T_E = 1 \ 154, 6 + 6, 5 \cdot Si \tag{2.10}$$

Donde  $T_{AL}$  es la temperatura de líquidus de la austenita (ecuación 2.8);  $T_{AS}$  es la temperatura de sólidus de la austenita,  $T_E$  es la temperatura eutéctica, todas en °C.

### 2.6. Diseño de experimentos

El diseño de experimentos se puede definir como un conjunto de métodos que se utilizan para manipular un proceso con el fin de obtener información de cómo mejorarlo (Sánchez, 2009). El diseño de experimentos permitió analizar los datos mediante modelos estadísticos y observar la interacción entre las variables independientes y como afectan a la variable dependiente. El diseño de experimentos que se consideró fue realizado con la ayuda del paquete office de Excel y el software STATGRAPHICS en su versión 1.5 en español. En la tabla 2.4 se muestra este diseño de experimentos.

Muestras	Tgranos	%	HV1	HV2	HV3	HVP
		Poros				
M1	TG1	% P1	HV1	HV1	HV1	HVP1
M2	TG2	% P2	HV2	HV2	HV2	HVP2
M3	TG3	% P3	HV3	HV3	HV3	HVP3
M4	TG4	% P4	HV4	HV4	HV4	HVP4
M5	TG5	% P5	HV5	HV5	HV5	HVP5
M6	TG6	% P6	HV6	HV6	HV6	HVP6
M7	TG7	% P7	HV7	HV7	HV7	HVP7
M8	TG8	% P8	HV8	HV8	HV8	HVP8
M9	TG9	% P9	HV9	HV9	HV9	HVP9

El número de experimentos cuando intervienen F factores con dos niveles (-1 y + 1), se determina con un arreglo de la función exponencial:  $n = 2^{F}$ .

Siendo n el número de experimentos y F el número de factores. Se analizará la influencia de tres factores, de aquí que F = 3, luego el número de experimentos sería:  $n = 3^1 = 9$  experimentos.

Los dientes se sometieron a proceso de corte, a fin de evaluar la influencia de aquellos factores que pudieran tener un efecto significativo. Teniendo en cuenta que no se dispone de elementos, que permitan fijar de antemano los parámetros de aquellas variables que definan la calidad del proceso, se propone realizar el tratamiento matemático de las variables involucradas en el efecto del agrietamiento de los dientes rascadores, para determinar los cambios metalúrgicos internos que ocurren en la aleación.

La sección de las probetas se realizó a partir de la configuración geométrica del diente, teniendo en cuenta que la solidificación del mismo depende de los diferentes espesores que convergen durante el proceso de solidificación, de esta forma se analiza la influencia de la formación de los poros en correspondencia con la presencia de gases en el interior de la pieza durante el vertido del metal líquido. Se consideró tres mediciones de dureza a diferentes distancias, las cuales fueron promediadas.

#### 2.6.1. Determinación de los coeficientes de regresión

En los modelos de regresión la variable dependiente Y, es siempre una variable aleatoria, mientras que los factores o variables independientes son considerados como variables no aleatorias. Se argumenta en el hecho de que en las aplicaciones prácticas los valores de las  $X_i$  suelen ser controladas o elegidas de antemano por el investigador, a los factores también se les denomina variables explicativas, ya que ellos en definitiva son los que explican el comportamiento de la variable dependiente (Box y Hunter, 1989).

La regresión del diseño de experimentos se determina como:

$$Y_1 = b_0 + b_{1X1} + b_{2X2} + b_{12X12}$$
(2.11)

Donde  $Y_1$  es la dureza obtenida del ensayo en N;  $X_1$  es el tiempo de duración de la solidificación, en s y  $X_2$  el tamaño de los granos obtenidos de la fundición, en mm.

#### 2.6.2. Cálculo de la varianza

Ostle (1975) y Sarache (2004), consideran que el ANOVA, como técnica estadística, permite el estudio de las características medidas u observadas, cuyos valores dependen de varias clases de efectos que operan simultáneamente, esta técnica se basa en la división de la variabilidad total de

una característica medible en la variabilidad causada por diferentes factores que intervienen en el problema. Después de calcular los coeficientes de regresión se realiza el procesamiento estadístico de los datos, determinando la varianza como:

$$J_{y}^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n_{o}} J_{yi}^{2}}{N_{o}}$$
(2.12)

La significación de los coeficientes de regresión se comprueba por el criterio de t de student para una probabilidad de un 95 % o un intervalo de confianza de 0,05 y 15 grado de libertad  $(N_o - 1)$ .

Posteriormente se calcula la varianza por la ecuación siguiente:

$$J_{aj}^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n_{o}} \left( y - y^{\text{mod } f} \right)^{2}}{N_{0} - K_{0} - 1}$$
(2.13)

Donde  $N_o = j y K_o$ , son el número de coeficientes significativos.

Por la ecuación 2.15 se calcula el coeficiente de fisher  $(F_{cal})$  y se compara con el fisher tabulado  $(F_{tab})$  según los grados de libertad del numerador y del denominador:

$$F_{cal} = \frac{J_{aj}^{2}}{J_{y}^{2}}$$
(2.14)

Si el  $F_{cal} > F_{tab}$ , entonces la ecuación describe adecuadamente el campo de la experimentación.

Se consideró que la validación de las normas y procedimientos y el nivel de acreditación de los laboratorios y equipamiento que se utilizaron para desarrollar las mediciones, permiten una alta precisión con muy pocas posibilidades de que se introdujeran errores sistemáticos, lo cual implicaba el número mínimo de réplicas que garantizara la confiabilidad de los resultados. Se consideró analizar nueve dientes, teniendo en cuenta que según los resultados obtenidos de estos análisis, llegar a conclusiones científicamente argumentadas.

### 2.7. Conclusiones del capítulo

- Las muestras analizadas se obtuvieron en un horno de inducción con crisol de alta frecuencia y capacidad de 1 t, seleccionando los materiales de carga de acuerdo a la composición química correspondiente a al acero refractario fundido HK-40.
- Se establecieron los métodos y procedimientos para la determinación de las propiedades mecánico-metalúrgicas del acero refractario fundido HK-40 según sus condiciones de obtención.
- La preparación de la superficie se realizó usando papel abrasivo colocado sobre una placa de vidrio y cambiando el sentido del lijado a 90° al pasar de un pliegue a otro, para eliminar la capa de material distorsionado y deslizado dejado por el anterior, esto permite obtener una superficie lisa y pulida, libre de impurezas o ralladuras.

Capítulo 3: Análisis de los resultados

# CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

### 3.1. Introducción

Las actuales exigencias tecnológicas ponen de manifiesto la necesidad de disponer de materiales metálicos con elevadas prestaciones bajo condiciones de servicio críticas, las matrices metálicas empleadas en los procesos metalúrgicos en la fabricación en frío y en caliente de los metales, necesitan alta tenacidad y elevada dureza superficial, especialmente a alta temperatura en algunos casos. Los modernos sistemas mecánicos, por una parte, las nuevas técnicas de fabricación para reducir costos y mejorar la calidad, por otra, obligan a tener en cuenta una serie de características en el momento de la elección y de los procesos mecánicos-metalúrgicos a seguir en las piezas o mecanismos que integran estos sistemas.

El objetivo del capítulo es determinar las variaciones físico - metalúrgicos que se originan en el proceso de fundición de la aleación HK-40 empleada en los dientes rascadores de los hornos de barrido.

#### 3.2. Análisis de la composición química de la aleación HK-40

En la tabla 3.1 se muestra la composición química de la aleación HK-40. Se determinó como resultados de tres chispas para obtener el promedio de cada una de ellas, se realizó en un espectrómetro cuántico de masa, ESPECTROLAB 230, con electrodo de carbón bajo arco sumergido en atmósfera de argón, ubicado en el laboratorio del taller de fundición de la empresa "Comandante Gustavo Machín Hoed de Beche".

Tabla 3.1. Composición química del material HK-40, % en masa

С	Si	Mn	Р	S	Cr	Mo	Ni	Al
0,44	0,54	0,39	0,02	0,04	24,1	0,07	19,5	0,39

Por los elementos químicos presentes en su composición química, el Instituto de Aleaciones Fundidas (ACI por sus siglas en inglés), la designa completamente austenítica, con excelente resistencia a la oxidación y es una de las aleaciones más estables y resistentes al calor a temperaturas por encima de los 1 038 °C. Las mismas pueden ser empleadas en atmósferas reductoras u oxidantes las cuales, contengas cantidades moderadas de azufre.

Por la presencia del carbono (0,44) y del cromo (24,1 %) los mismos dan origen a la formación de carburos, que son de composición variable se forman a costa de los mismos cercanos de los cristales de austenita. Estos cristales se empobrecen en estos elementos, se disminuye, por lo tanto, en esas zonas el porcentaje de cromo y de carbono.

Los dientes rascadores trabajan en un rango de temperatura de interés el comprendido entre 500-780° C, reportado por Velázquez (2001). La fragilidad puede ocurrir en esta aleación en el rango de temperaturas de 370 a 540 °C con una fragilidad máxima a 475 °C. Están propenso al aumento de la fragilidad con el aumento de cromo y el tiempo de exposición a la temperatura, por lo que se considera que esta sea una de las causas que provocan la fractura en estos dientes rascadores.

La fragilidad de esta aleación está condicionada por la formación de un cubo centrado en el cuerpo compuesto de hierro y cromo que contienen de 70 a 80 % de cromo. Las temperaturas a la cual ocurre la fragilidad es entre 605 y 790 °C y es debido a la precipitación de fase sigma; esto puede ser notado en el cambio de ductilidad; resistencia al impacto y resistencia a la torsión, representando un rango de fragilidad, que puede ser observado para un acero de 27 % de cromo después de 1 hora a 475 °C, mientras que la fragilidad severa existe después de 50 hrs, según ha ido reportado por Mariño *et al.* (2008).

## 3.3. Comportamiento microestructural de los dientes fundidos

Se realizó el análisis microestructural para determinar las variaciones luego del proceso de fundición, para ello se seleccionaron tres dientes aleatoriamente (1, 4 y 9), se escogió este procedimiento, teniendo en cuenta los criterios de González-Castellanos (2000) y Zlokarnik (2002), se realiza cuando, la población seleccionada, representa el 30 % o un porciento superior con respecto al total de las muestras estudiadas. En la figura 3.1 se muestra el comportamiento de las estructuras. La 3.1a, se corresponde con el diente 1, la 3.1b, con el número 4 y la 3.1c, con el 9.



Figura 3.1a. Diente No 1.

Figura 3.1b. Diente No 4.



Figura 3.1c. Diente No 9.

Al efectuar el análisis en los tres dientes y compararlos con la muestra patrón se observa que, en todas las estructuras se observa el mismo comportamiento en cuanto a la formación de las fases (austenita, ferrita y los carburos del tipo  $Cr_{23}C_6$ ), sin embargo existe una tendencia a no mantener el mismo tamaño de los granos en las mismas.

Según estos resultados, se puede plantear que, teniendo en cuenta los estrictos requerimientos para servicios, en condiciones severas en el cual estas aleaciones son empleadas, como la resistencia al calor y a la corrosión, demandan un control de todas las operaciones de fundición para que la producción sea de la calidad requerida, según lo ha reportado Whittaker *et al.* (2013).

Por la particularidad de presentar cromo la aleación HK-40 (24,1 %) y carbono (0,44 %) existe también la formación de fase sigma (σ), la cual resulta particularmente perjudicial en la función que desempeñan los dientes rascadores, debido a que reduce notablemente la tenacidad y la resistencia a la corrosión de las aleaciones a temperatura ambiente. El desequilibrio de composiciones es posible, resultando en ferrita, cuando puede transformarse en fase sigma, es en este momento en el que se encuentra retenida la austenita en una temperatura de 815 °C por un corto tiempo. También, puede afectar a la resistencia a la termofluencia durante la etapa de deslizamiento de las dislocaciones) a altas temperaturas, de modo creciente con el tiempo de exposición en su intervalo térmico de formación, reportado por Coreño-Alonso *et al.* (2004) y Sieurin y Sandstrom (2007).

## 3.4. Comportamiento del tamaño del grano

Para determinar el tamaño de los granos, se siguió el mismo procedimiento que para el análisis microestructural, teniendo en cuenta que, cuando más de un aspecto de la estructura cambia,

los métodos de comparación no pueden cubrir todos los grados y combinaciones del cambio. El método depende básicamente de la clasificación de fotografías, y los errores influyen en la exactitud llegando a ser altamente dependientes de la opinión subjetiva. La figura 3.2 muestra los resultados obtenidos del tamaño de los granos del HK-40 fundido.



Figura 3.2c. Diente No 9.

Al analizar el tamaño de los granos de los dientes, según la norma ASTM Standard E112, se determinó que en un área de 0,842  $\mu$ m, para los dientes 1 y 9, el tamaño de grano es No. 5 y para el diente 4 es No. 3,5; resultados obtenidos para una observación de 1  $\mu$ m/pixel. Con la determinación del tamaño de granos, se aprecia ligeramente en los límites de grano un engrosamiento, lo que indica la precipitación de carburos de cromo. La variación del tamaño del grano tiene influencia en las propiedades finales de la aleación.

Un material que tiene un grano fino tiene, a temperatura ambiente, una dureza superior, así como mayor resistencia a la fatiga y resistencia al impacto, comparado con un material de grano grueso. A elevada temperatura, las propiedades de fluencia son generalmente mejores para materiales de grano grueso, pero esta ventaja se puede equiparar con otras propiedades inferiores bajo otras condiciones de carga (Pitler, 1965).

La forma y aspecto del tamaño de grano, así como la orientación y dirección que tienen, resultado del tratamiento termomecánico, afectan las propiedades bajo tensión y el esfuerzo inicial de fluencia. Las aleaciones endurecidas por una dispersión de óxidos, tienen mejores

propiedades de esfuerzo inicial de fluencia y resistencia a la tensión cuando las pruebas se han realizado en la dirección paralela a la deformación 100, cuando la relación del tamaño de grano crece, aumentan las propiedades, según el criterio de Beattie y VerSnyder, 1959).

En las tres muestras se observan precipitados, los cuales van a tener una fuerte influencia sobre los resultados finales de termofluencia, se cuantificaron los carburos presentes, estos dividiéndolos en precipitados en frontera de grano y precipitados en la matriz austenítica. En la tabla 3.2 se muestra este comportamiento realizado para los tres dientes.

Muestras	$AA (mm^2)$	ACCr (mm <sup>2</sup> )	% A	% CCr
	13 985,84	1 064,2	86,07	6,5
Diente 2	13 995,65	1 084,39	85,45	6,8
	13 945,58	1 104,46	86,90	7,12
	13 737,69	1 312,35	83,43	8,46
Diente 4	13 696,1	1 353,94	80,25	8,73
	13 673,71	1 376,33	82,45	8,87
	12 343,54	2 706,5	71,15	17,45
Diente 9	11 993,5	2 856,5	78,54	18,95
	11 493,31	3 056,4 1	73,24	20,65

Tabla 3.2. Resultados de los porcentajes de carburo

## Leyenda:

AA: Área de la austenita

ACCr: Área de los carburos de cromo

% A: porciento austenita

% CCr: porciento de carburos de cromo

Al estimar los porcentajes de carburos en cada uno de los dientes se observa que, en el diente No.1 presenta una mayor presencia de los mismos en la matriz, se puede plantear que, en términos generales, el aumento de esta fase en la microestructura, disminuye la cohesión intergranular, causando, así, un deterioro de las propiedades en consideración. La dispersión de los puntos experimentales debe su origen a los defectos de fundición de las piezas.

Los precipitados en frontera de grano son continuos con un espesor promedio de 10 micras y alrededor de todos los granos, los precipitados en la matriz son esféricos con tamaños de 2 a 5 micras y generalmente se encuentran más cerca de las fronteras de los granos que en el centro de estos. En este contexto, aceros refractarios con contenido de carbono mayor que 0,20 % exhiben la presencia de algunos carburos de hierro y cromo, del tipo  $M_{23}C_6$  y  $M_7C_3$  independientemente del proceso que haya experimentado el material; estos carburos aumentan

notablemente la resistencia mecánica del material a altas temperaturas, según ha sido reportado por Sasmal (1999).

## 3.5. Análisis de la dureza

Para la determinación de la microdureza es muy común la utilización de técnicas de indentación convencional e instrumentadas. Se analizó la dureza obtenidas en los dientes, así como en el barrido efectuado en las diferentes zonas. La tabla 3.3 muestra el comportamiento obtenido.

Muestra	$B_{\text{Colada}}$	HV1	HV2	HV3	HVP
D – 1	170	168	170	170	169,0
D – 2	170	167	173	172	170,6
D – 3	173	170	173	171	172,0
D-4	171	171	170	171	169,5
D – 5	171	168	169	169	168,5
D - 6	170	172	172	172	172,0
D – 7	172	170	170	171	170,5
D-8	170	173	173	172	172,5
D-9	172	172	172	171	171,5

Tabla 3.3. Comportamiento de la dureza

En el barrido de dureza efectuado en las diferentes zonas de los dientes, se puede observar que para un valor inicial de 170 HB, en bruto de colada, esta propiedad tiende a mantenerse estable en todos los dientes, lo cual permite plantear que, por causa de esta propiedad no ocurre el efecto de la fractura de los dientes rascadores de los brazos de barrido. El comportamiento de los materiales en fractura indica un mecanismo combinado dúctil-frágil que aumenta su carácter de fragilidad a mayores contenidos relativos de sigma.

# 3.6. Determinación de la porosidad

Las propiedades mecánicas y físicas de los dientes fundidos, están influenciadas por la calidad del baño fundido, la composición química de la aleación y la microestructura del producto colado. La calidad de baño se mejora con los tratamientos de metal líquido realizados para controlar el gas de hidrógeno, óxidos e inclusiones, controles de temperatura, refinación y modificación. Por la ecuación 2.5 se determinó el carbono equivalente de la fundición HK-40, el cual es de 0,62 %.

La interacción del carbono y el fósforo produce la formación de fracturas intergranulares. La fractura intergranular se desarrolla con muy bajos niveles de fósforo aun alrededor de 0,5% C,

y cuanto mayor es el contenido de fósforo, menor es el contenido de carbono necesario para la generación de esta fractura, según lo ha reportado Hyde *et al.* (1998).

De acuerdo con el diagrama hierro - carburo de hierro (cementita), el carburo se precipita durante los tres periodos importantes: por debajo de 1 148 °C, ocurre la reacción eutéctica, de 1 148 a 723 °C, del eutéctico al eutectoide y a 723 °C, la reacción eutectoide, criterio reportado por Fernández-Pariente y Belzunce-Varela (2006).

El contenido de carbono y silicio en la fundición, se determinó a partir de un carbono equivalente total de 0,62 %, por lo que la cantidad de silicio calculado por la ecuación 2.6 es de 0,9 %, luego por la ecuación 2.8, se calculó el contenido de carbono en función de la temperatura de arresto del líquido de la austenita con un valor de 838,68 °C; por lo que, el % de C en adecuación a la ecuación 2.7 es de 0,10 %.

Según los cálculos obtenidos se puede plantear que, el alto contenido de carbono incrementa la cantidad de grafito o de Fe<sub>3</sub>C, así como el contenido de carbono y silicio, incrementa el potencial de grafitización y fluidez de la fundición, sin embargo, su resistencia se ve afectada, ya que se promueve la formación de ferrita. Las fundiciones refractarias al contener cementita hacen que estas presenten gran dureza y fragilidad, aunque posee una gran resistencia al desgaste y a la abrasión, criterios que ha sido planteado con Buchmayr y Kirkaldy (1990) y Wang *et al.* (2006).

Para el análisis de la composición en las interfases, se calculó por la ecuación 2.9, la temperatura del sólidus de la austenita  $(T_{AS})$  con un valor de 715,55 °C y por la ecuación 2.10, la temperatura eutéctica  $(T_E)$  es de 1 156,7 °C.

El eutéctico de varias fundiciones varían entre 1 230 a 1 270 °C, comenzando la solidificación a 1 250 °C (dependiendo de la composición). Las piezas con un espesor de 102 mm son llenadas de 1 345 a 1 400 °C, siendo utilizadas mayores temperaturas, cuando las piezas son más finas, teniendo que tener siempre presente la configuración de las piezas cuando se selecciona la temperatura de colada. Es importante destacar que en los cálculos se considera que en las interfases se cumplen las condiciones de equilibrio determinadas por el diagrama ternario, es decir, que las curvas definidas determinan la composición que deben tener las fases en la zona de contacto entre ellas para una determinada temperatura. Esto no ocurre en el resto del volumen de la fundición en donde la composición depende de la difusión del soluto, consideraciones expuestas por Zhao y Liu (2001).

En la tabla 3.4 se muestran los resultados del procedimiento empleado para cuantificar la porosidad en los dientes luego del proceso de fundición.

Muestras	Parámetros	Denomin.	% O	% N	% H	%
						Poros
	Temperatura líquidus (°C)	838,68	0,005	0,025	0,0025	
	Temperatura sólidus (°C)	715,55	0,004	0,021	0,0008	
M1 – M9	Tiempo inicio solidif. (s)	37	0,001	0,0080	0,0006	0,91
	Fin solidificación (s)	180	0,001	0,0080	0,0008	
	Tiempo solidificación (s)	120	0,001	0,0080	0,0008	

Tabla 3.4	. Resultados	de l	a porosidad	en los	dientes
-----------	--------------	------	-------------	--------	---------

En la determinación de la temperatura y fracción de líquido, para un tiempo de 180 segundos 180 luego del llenado y comienza el proceso de solidificación del diente y queda aislado del sistema de alimentación, en ese instante el modelo presenta una temperatura de 715 °C en el centro de la placa superior.

Los resultados obtenidos de la porosidad en los dientes como se muestra en la tabla 3.4 está avalado a que, en el interior de la pieza fundida se encontraron poros de diferentes formas y tamaños, los cuales estaban interconectados entre sí, se observaron poros pequeños localizados en la zona interdendritica de la microestructura, los cuales se forman entre los brazos de las dendritas que van solidificando, microporos agrupados alrededor de un poro central de mayor tamaño, localizado entre la fase ferrita-carburo y de mayor tamaño, ocasionados por los gases atrapados en el interior de la matriz, los cuales están rodeados por poros de menor tamaño.

La presencia del nitrógeno en ocasiones origina dificultades en los aceros por comunicarles fragilidad y reducir la ductilidad, en el hierro gamma (austenita) la solubilidad es mayor que en el hierro delta. Es un elemento estabilizador de la austenita y produce efectos análogos a los del carbono, reduce sensiblemente la tendencia a la corrosión por picaduras, el hidrógeno aumenta la solubilidad al elevarse la temperatura del metal fundido. Al solidificarse el hierro disminuye bruscamente la solubilidad, al seguir enfriándose, disminuye aún más la solubilidad. Por otro lado, el contenido de oxígeno en el acero líquido aumenta a medida que el % C disminuye, depende de la condición de equilibrio en relación con el contenido de carbono.

Para poder analizar el daño efectuado a la microestructura se realizó una inspección por microscopio óptica para poder cuantificar la cantidad de microcavidades en los dientes. En la figura 3.3 se muestran los resultados de la porosidad.

Universidad de Moa



En la tabla 3.4 se muestran los resultados de las porosidades.

Muestras	Tpp (µ)	D <sub>cav</sub>	Ub <sub>cav</sub>	$T_{cav}$
D - 1	4	400	Frontera	6,23
D-2	10	750	Frontera	9,34
D-3	12	1 850	General	22,34
D-4	6	425	Frontera	7,11
D-5	6	425	Frontera	7,11
D-6	5	350	Frontera	5,43
D – 7	4	400	Frontera	6,23
D – 8	13	2 2 5 0	General	26,57
D-9	8	2 000	General	13,38

Tabla 3.4. Tamaño y ubicación de las microcavidades en los dientes

# Leyenda:

Tpp: tamaño promedio de las cavidades;  $\mu$ 

D<sub>cav</sub>: densidad de las cavidades; cm/mm<sup>2</sup>

Ub<sub>cav:</sub> ubicación de las cavidades

 $T_{cav}$ : tamaño de las cavidades;  $\mu m$ 

La porosidad que se presenta en los dientes No. 2, 3 y 8 (figura 3.3c) son las mayores encontradas en todos los dientes analizados, siendo en número 8 el más afectado con tamaño

de cavidad de 26,57  $\mu$ m, no dejando de observarse que en los otros dientes también existe la presencia de estos defectos, aunque en menor escala y cuantía. Estas cavidades encontradas en el cuerpo del diente, presumiblemente estén asociadas a la forma geométrica del diente, encontrándose en la parte superior el cuello y un cambio brusco de sección, que inhibe la secuencia de solidificación según el criterio de fracción de líquido, la cual ayuda a entender que la porosidad por la realimentación del cuerpo inferior.

La porosidad en piezas coladas es ocasionada principalmente por dos fenómenos. Uno de ellos es la disminución de la capacidad de disolver gases que quedan atrapados durante la solidificación, fenómeno llamado porosidad por gas. El otro proceso es debido a una deficiencia en la alimentación requerida para compensar la contracción del metal durante la solidificación y el enfriamiento, y se lo denomina porosidad por contracción.

Modelos recientes suponen la interacción entre ambos procesos. Cuando el poro de gas aparece en la zona pastosa, luego de la coherencia dendrítica, éste es atrapado. Cuando el flujo del metal se bloquea a través del frente de solidificación, el poro se convierte en un punto de inicio de la microcontracción. Así, la formación de micro contracciones depende de la nucleación y crecimiento de micro poros, según lo reporta Cachela y Tornese (2010).

## 3.7. Comportamiento de las fases presentes

Se determinó la distribución de los microconstituyentes en las muestras luego de ser sometidas al proceso de fundición. Las figuras 3.4a, 3.4c y 3.4e, son los dientes analizados.



Figura 3.4c. Diente No. 4.

Figura 3.4d. Microconstituyentes.

# Universidad de Moa





Figura 3.4e. Diente No. 9.

Figura 3.4f. Microconstituyentes.

Al evaluar el comportamiento de la distribución de los microconstituyentes se consideró la distribución de las fases (figura 3.5). Las figuras 3.5a, 3.5c y 3.5e, se corresponde con los microconstituyentes.



Figura 3.5e. Diente No. 9.

En la tabla 3.5 se muestra el área que ocupan los mismos en la estructura.

Datos de las fases diente No. 1			Datos de las fases diente No. 4		
Microconstituyentes	Área	Área %	Microconstituyentes	Área	Área %
Austenita	724 503	86,07	Austenita	702	83,43
				254	
Ferrita	91 232	10,84	Ferrita	139	16,57
				474	
Carburos	25 993	3,09			
Datos de las fases diente No. 9					
Microconstituyentes	Área	Área %			
Austenita	242 807	71,15			
Ferrita	598 921	28.85	]		

Por las fases presentes en los dientes fundidos se observa que la fase predominante es la austenita, la cual se encuentra entre 71,15 y 86,07 %, precedido por la ferrita con contenidos de 10,84 y 28,85 %, lo cual demuestra que durante el proceso de fundición, los dientes no solidifican homogéneamente, lo cual puede conllevar a que la resistencia mecánica se vea afectada, si se tiene en cuenta que estos elementos trabajan en condiciones de temperaturas y ambos microconstituyentes son los responsables de la formación de la fase sigma ( $\sigma$ ), cuando están expuestos a estas condiciones de trabajo.

El contenido promedio de la fracción volumétrica de la austenita determinada en los dientes es de 80,21 %. Sin embargo en investigación previa realizada por Baldan (1991) se ha podido determinar que, en aceros refractarios resistentes al calor, se recomienda que esta fracción sea 94,0 %, condición que garantiza las propiedades de termofluencia, con lo que se minimiza el efecto de la fractura. Los defectos de poros observado han provocados el desprendimiento de los granos debido al acumulamiento de microcavidades en las fronteras de grano.

## 3.8. Procesamiento estadístico de los datos

A partir de los datos expuestos en el capítulo 2 para el diseño de experimentos, se determinó la variación de la longitud de las probetas durante el proceso de soldadura por fricción. En la tabla 3.6 se muestra el resultado obtenido.

Muestras	Tgranos	% Poros	HV1	HV2	HV3	HVP
M1	5	0,56	168	170	170	169,0
M2	4	0,96	167	173	172	170,6
M3	3,5	0,83	170	173	171	172,0
M4	3,5	0,69	171	170	171	169,5
M5	5	0,56	168	169	169	168,5
M6	3,5	0,60	172	172	172	172,0
M7	5	0,59	170	170	171	170,5
M8	4	1,36	173	173	172	172,5
M9	5	0,78	172	172	171	171,5

Tabla 3.6. Resultados de la dureza con relación al tamaño de granos

Para valores de tamaño de granos ( $T_{granos}$ ), porciento de poros (% Poros) y dureza determinada, es improbable que no ocurra la fractura en los dientes rascadores, que la misma ocurra fundamentalmente por la frontera de los granos y por las microcavidades, por lo que se puede plantear que debido a estos dos factores, observados en las muestras, se deduce que el mecanismo de fractura es una combinación de ambos mecanismos donde las vacancias se acumulan en las fronteras de grano y al mismo estas se deforman en el sentido de los esfuerzos

máximos debido al movimiento de las dislocaciones. Muchas de estas microporosidades son originadas principalmente por la presencia de gases remanentes en la matriz metálica e inclusiones no metálicas.

## 3.8.1. Análisis de varianza

Se modeló estadísticamente a través del análisis de regresión, la influencia del tamaño de granos ( $T_{granos}$ ), el porciento de poros (% Poros) y las temperaturas en el comportamiento de la dureza que se obtiene en los dientes. Se realizó el análisis de varianza, según el método de Fisher, para evaluar el nivel de significación de las variaciones provocadas por los diferentes experimentos. En la tabla 3.7 se muestran los resultados.

Error estadístico						
Parámetro	Estimación	Estándar	Т	Valor-P		
CONSTANTE	171,156	3,42491	49,9739	0,0000		
Tamaño de granos	-0,624767	0,634696	-0,984356	0,03630		
% de poros	2,84984	1,73329	1,64418	0,1512		

Tabla 3.7. Resultados del análisis de regresión.

Se realizó el análisis de la varianza para evaluar la significancia de las variables consideradas en el diseño de experimentos y la influencia de las mismas sobre el efecto sobre la fractura de los dientes. En la tabla 3.8 se muestra el análisis de la varianza.

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Modelo	7,7622	2	3,8811	2,67	0,01479
Residuo	8,71335	6	1,45223		
Total (Corr.)	16,4756	8			

Tabla 3.8 Análisis de varianza

R-cuadrada = 97,1134 porciento

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 89,4846 porciento

Error estándar del est. = 1,20508

Error absoluto medio = 0,892761

Estadístico Durbin-Watson = 1,74995 (P = 0,3476)

Autocorrelación de residuos en retraso 1 = 0,0134481

La salida muestra los resultados de ajustar un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre la dureza y 2 variables independientes. La ecuación del modelo ajustado es:

 $Dureza = 171,15 - 0,624 \cdot Tamaño \deg ranos + 2,849 \cdot \% Poros$ 

Puesto que el valor-P en la tabla ANOVA es menor o igual que 0,05; existe una relación estadísticamente significativa entre las variables con un nivel de confianza del 95,0 %. El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo así ajustado explica 97,1134 % de la variabilidad en la dureza. El estadístico R-Cuadrada ajustada, que es más apropiada para comparar modelos con diferentes números de variables independientes; es 89,4846%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 1,20508. Este valor puede usarse para construir límites para nuevas observaciones relacionadas con la fractura de los dientes. El error absoluto medio (MAE) de 0,892761 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se presentan en el archivo de datos. Puesto que el valor-P es menor que 0,05; hay indicación de una autocorrelación serial en los residuos con un nivel de confianza del 95,0 %.

### 3.9. Valoración económica

En la reducción de mineral laterítico se consume como principal material el petróleo, pues este no solo se utiliza como fuente de energía sino también como reactivo químico lo que hace que aumente su consumo físico. El plan de la planta para este año es de 51,50 kg en cámaras y de 28,00 kg en aditivo por cada tonelada de mineral seco neto alimentado a los hornos de reducción, para un total de 79,50 kg por tonelada de mineral seco neto alimentado. Considerando la productividad en hornos de 220,00 toneladas de mineral seco neto alimentado y el precio actual del petróleo de unos 304,00 USD la tonelada, este consumo planificado representa un costo de aproximadamente 127 607,04 USD al día, 3 828 211,20 USD al mes y 46 576 569,60 USD al año. Considerando la producción de 41,00 t/día de sínter de níquel y el precio de 13 992,00 USD/t, la incidencia del petróleo representa el 22,24% en el costo total de producción de la empresa. Por lo anterior planteado es de vital importancia optimizar el consumo de este esencial recurso.

## 3.10. Valoración del impacto medio ambiental

Al realizar un estudio del comportamiento del proceso de enfriamiento del mineral reducido se analizaron los factores que de una forma u otra influyen sobre el medio ambiente, se enfatizó fundamentalmente en los más predominantes.

Las acciones o actividades con repercusión ambiental en la planta son:

- Derrame de mineral: provoca perdidas económicas debido a que este factor ambiental evita la eficiencia del flujo productivo por lo que la empresa se ve obligada a duplicar esfuerzos en la producción y esto representa un considerable gasto del presupuesto
- Derrame de residuales: trae consigo contaminación de los suelos con una empobrecida vegetación en los alrededores y daños significativos a animales cercanos a dicho lugar afectando directamente la flora y la fauna
- 3. Escape de gases contaminantes: emanación de gases a la atmósfera, la incorporación de partículas por la erosión del viento y el vertido de las chimeneas. Los residuos de bajo peso específico tienen mayor incidencia para el ser humano en este caso la población de Moa.
- 4. Emisiones continuas de polvo y ruido: la contaminación del aire, puede igualmente alcanzar elevada gravedad y suponer riesgos sanitarios importantes El ruido emitido por los hornos afectan a gran escala la salud de los operarios, trae como consecuencias patologías auditivas y trastorno de la capacidad cognoscitiva y falta de concentración. Por eso se recomienda usar protección auditiva cuando estén expuestos a los niveles de ruido superiores a 85 dB (A).

#### 3.11. Conclusiones del capítulo

- Se determinaron las variaciones físico-metalúrgicos que se originan en el proceso de fundición de la aleación HK-40.
- En todas las estructuras se observa el mismo comportamiento en cuanto a la formación de las fases (austenita, ferrita y los carburos del tipo Cr23C6), sin embargo, existe una tendencia a no mantener el mismo tamaño de los granos en las mismas.
- En el barrido de dureza efectuado en las diferentes zonas de los dientes, se puede observar que, para un valor inicial de 170 HB, en bruto de colada, esta propiedad tiende a mantenerse estable en todos los dientes.

### **CONCLUSIONES GENERALES**

- Por la particularidad de presentar cromo el acero HK-40 en 24,1 % y carbono en 0,44 %, existe también la formación de fase sigma (σ), la cual reduce notablemente la tenacidad y la resistencia a la corrosión de las aleaciones a temperatura ambiente. También afecta la resistencia a la termofluencia.
- La dureza promedio de 170 HB permite plantear que, por causa de esta propiedad no ocurre el efecto de la fractura de los dientes rascadores de los brazos de barrido. El comportamiento de los materiales en fractura indica un mecanismo combinado dúctilfrágil que aumenta su carácter de fragilidad a mayores contenidos relativos de fase sigma.
- La fase predominante en la aleación es la austenita, la cual se encuentra entre 71,15 y 86,07 %, precedido por la ferrita con contenidos de 10,84 y 28,85 %, lo cual demuestra que durante el proceso de fundición, los dientes no solidifican homogéneamente, lo que conlleva a que la resistencia mecánica se vea afectada, si se tiene en cuenta que estos elementos trabajan en condiciones de temperaturas y ambos microconstituyentes son los responsables de la formación de la fase sigma ( $\sigma$ ), cuando están expuestos a estas condiciones de trabajo.
- Por concepto de la productividad en hornos, toneladas de mineral seco neto alimentado, precio actual del petróleo, este consumo planificado representa un costo de aproximadamente 127 607,04 USD al día, considerando la producción de 41,00 t/día de sínter de níquel el costo en lo que incurre la fractura de los dientes rascadores es de 46 576 569,60 USD al año.

# RECOMENDACIONES

- Continuar con el estudio de los dientes rascadores de los brazos de horno fabricados por proceso de fundición a través de muestras obtenidas de los hornos.
- Evaluar el proceso de enfriamiento de los dientes rascadores de los brazos de horno en los moldes de fundición.

## **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Aguilar, W., Boeri, R. Comportamiento a la segregación de los elementos de. aleaciones usadas en fundiciones esferoidales de fabricación. Jornadas SAM– IV Coloquio Latinoamericano de Fractura y Fatiga, Agosto, 2000.
- ASM Handbook: Properties and Selection of iron steels and high performance alloys (Vol. 1). New York: ASM International. 1990.
- 3. ASTM A 352.
- 4. ASTM E 92. Harness Testing.
- 5. ASTM E 3 95.
- 6. ASTM, ASM Handbook Vol. 18, Friction, Lubrication, and Wear Technology, ASM International. USA, 1992.
- Atxaga, G.; Erauzkin, E.; Irisarri, A. Análisis microestructural de dos superaleaciones base níquel moldeadas 1ª Jornada de Metalografía. San Sebastián, Marzo (2000).
- 8. Baldan A. Relationship between microestructure and creep resistance of a nickel basedsuperalloy. Heat Resistance Alloys ASM 1991.: ASM. 1991.
- 9. Baeyertz, M. Trans. ASM, 30, 1942: 755.
- 10. Baker, H. Alloy Phase Diagrams, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU. 1994.
- 11. Beddoes, J.; Gordon, J. Introduction to stainless steels, Hitchin: ASM International, 1999.
- 12. Beattie, H.; VerSnyder, F. The influence of molybdenum on the phase relationships of a high temperature alloy, Trans. ASM. 429-883, 1959.
- 13. Beckitt, F.; Clark, B. The shape and mechanism of formation of  $M_{23}C_6$  carbides in austenite. Acta Metallurgica. 15 (5): 113-129, 1967.
- 14. Belzunce, F., Aceros y fundiciones: estructuras, Transformaciones, Tratamientos Térmicos y Aplicaciones Universidad de Oviedo, 2001.
- 15. Bochvar, D., Communication deals with hydrolysis of the fluoro-complexes of Ti4+ and Nb5+ under high temperature and pressure. Emphasis is place on the concentration effect of HF on the crystalline forms of hydrolysis products. 1977.
- 16. Boeri, R.; Sikora, J. Solidification macrostructure of spheroidal graphite cast iron. International Journal of Cast metals Research, 13 (4): 307-313, 2001.
- 17. Box, G., Hunter, W., Hunter, J. Estadística para experimentadores. Editorial Reverté. Barcelona, 1989.
- Brümmer, G., Origination, action and secondary actions of thermally decomposable carbon compounds in bentonite-bonded moulding sand. Casting Plant + Technology International. 17 (3): 24-29, 2001.

- 19. Buchmayr, B.; Kirkaldy, J. Modelling of the temperature field, transformation behaviour, hardness and mechanical response of low alloy steels during cooling from the austenite region; J. Heat Treat 8 (2): 127-136, 1990.
- 20. Cachela, J.; Tornese, B. Desarrollo de una metodología para relacionar la macroestructura de solidificación con las microcavidades de contracción en fundición nodular. Trabajo final. División Metalurgia INTEMA, UNMDP, 2010.
- 21. Catalina, A.; Guo, X.; Stefanescu, D.; Chuzhoy, L.; Pershing, M., Prediction of room temperature microstructure and mechanical properties in gray iron casting. AFS Transactions, 108 (72): 247-257, 2000.
- 22. Coreño-Alonso, O.; Duffus-Scott, A.; Zánchez-Conejo, C.; Coreño-Alonso, J.; Sánchez-de Jesús, F.; Bolarín-Miró, A. Mater. Chem. Phys. 84 (12): 20-28, 2004.
- 23. Dardati, P.; Celentano, D.; Godoy, L.; Boeri, R., Simulación numérica del proceso de solidificación de la fundición dúctil. Mecánica Computacional, XXI (4): 2855-2874, 2002.
- 24. Dardati, P.; Godoy, L.; Cervetto, G.; Paguaga, P. Modelación mediante autómata celular de la micromecánica en solidificación de fundición de grafito esferoidal. Mecánica Computacional, XXII (5): 1319-1333, 2003.
- 25. Das, C.; Albert, S. Characterization of nickel based hardfacing deposits on austenitic stainless steel. Surface Engineering, XXI (4): 290-295, 2005.
- 26. Davis, J. Heat-Resistant Materials, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU. 1997.
- 27. De Meyer, M.; Toch, D.; De Cooman, B. The characterization of retained austenite in trip steels by X-Ray Diffraction. En: Proceedings of 41th Mechanical Working and Steel Processing Conference. Baltimore, MD. XXXXVII (34): 483-491, 2001.
- 28. Dogan, O.; Hawky, A.; Laird, G. II Met. Mater. Trans. 28A (9): 1315-1328, 1997.
- 29. Domínguez, A. Influencia del perfil de temperaturas en la formación de clínker y rotura de brazos. Informe Técnico. Empresa Ernesto Ché Guevara, 1995.
- 30. Ebert, H. Fabrication of HK 40 in the field. Welding Journal. 55 (11): 37-43, 1976.
- 31. Fernández-Pariente, I.; Belzunce-Varela, F., Influencia de diversos tratamientos térmicos en la microestructura de una fundición blanca con alto contenido en cromo. Revista de Metalurgia. 42 (4): 279-286, 2006.
- 32. García, C.; Jiménez, J.; Álvarez, L. Metall. Trans., 7A, 1996: 1979.
- 33. García-Pontes, A.; González, J.; Rodríguez, E.; Herrera, J. Rotura retardada del acero inoxidable 17-7. Anales de Mecánica de la Fractura Vol. I. 2006.
- González-Castellanos, R. Principios básicos de escalado. Edición electrónica, Ed. Universitaria, La Habana, Cuba. 2000.
- Granlund, M. How green sand systems are impacted by core sand dilution. Modern Casting.
  35-37, 1999.

- 36. Gunn, R. Duplex stainless steels, Ed. Abington Publishing, Cambridge, England. 4-23, 1997.
- 37. Görnerup, E. Characterize the performance of mould fluxes during the continuous casting of steel, melting of mould flux weredone making use of a specially designed laboratory apparatus. 2004.
- 38. Hall, D.; Hossain, M.; Atkinson, R. Carburitation Behaviour of HK-40 steel in furnances llsed for ethylene production. High Temperature High Pressure. 14 (5): 527-539, 1982.
- Hall, D.; Jones, J. High temperature alloys their exploitable potential. Applied Science. 54 (3): 113-124, 1996.
- 40. Haro, S.; López, D.; Velasco, A. Microstructural factors that determine the weldability of a high Cr- high Si HK40 alloy. Materials Chemistry and Physics. 66 (12): 90-96, 2000.
- 41. Henderson, J.; Eyler, K.; Giles, R.; Win, J. Only a few used inquiry-based learning and only one teacher used reflective learning, even though educational researchers recommend its implementation, it appears that this approach has not yet been assimilated enough in ICT-integrated lessons. 2004.
- 42. Hernández, A.; Shmatko, O. Influencia de las proporciones relativas de molibdeno y wolframio en la cinética de la oxidación de las aleaciones del tipo Ni -15Cr-5Fe-Mo-W. Anuario Científico de la Universidad de Cienfuegos, Sección Ciencias Técnicas. 2002.
- 43. Hernández, G. Manual del soldador, Madrid CESOL, decimoquinta edición. 2006.
- 44. Hillert, M.; Nilsson, K.; Torndahl, L. Journ of the Iron and Steel Inst 209, 1971: 49.
- 45. Hiroaki, M.; Seiji, N. JP 2001081 527, 2001.
- 46. Hultgren, Trans. ASST, 16, 1929: 227.
- 47. Hyde, R.; Matlock, D.; Krauss, G. Quench embrittlement: intergranular embrittlement due to cementite and phosphorous in quenched carbon and alloy steels. *40th MWSP* Conference Proceedings, ISS, Warrendale, PA, 1998, p 921-928.
- 48. Ishikawa, S.; Akira, Y.; Keiishi, Y. JP 200 131 6 754, 2001.
- 49. Kalinushkin, E. Kugurov, V.; Kovalenko, D.; Nikulchef, E.; Brusko, I. Steel USSR. 22 (6): 39-42, 1992.
- 50. Key to Steel. Influence of alloying elements on steel microestructure. Key to Steel Web Site.2002. Disponible en la World Wide Web en: <u>http://www.key-to-steel.com</u>
- 51. Kinoshita, S.; Ueda, R. Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 14, 1974: 411.
- Krause, D.; Gray iron a unique engineering material. ASTM, Special Technical Publications
  455, Philadelphia pp. 3-28. 1969.
- 53. Lai, G. Heat resistant materials for furnace parts, Trays and Fixtures: Heat treating. ASM Handbook, Ohio: ASM International. 1 (1): 510-518, 1992.
- 54. Luo, M. CN 109 0 605, 1994.

- 55. Mariño, M.; Velázquez, A.; Papamantellos, D.; Vasilakus, A.; Chang, A. Design of a creep resistant iron-base superalloy for Herreshoff furnaces. Part II– Experimental results. Minería y Geología. 24 (4): 1-12, 2008.
- 56. Masaaki, Y.; Hiroaki, M. JP 200104 9 381, 2001.
- 57. Mesa, D. Fundiciones. Universidad Tecnológica de Pereira, 2003.
- 58. Mile, J. SI WO 984 7 648, 1998.
- 59. Molina, J. Evolución Microestructural del acero refractario HP-40+Nb sometido a altas temperaturas. Tesis de Doctorado. Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica. México, 1992.
- 60. Niu, L.; Okado, M.; Azuma, T.; Sakai, Y.; Kobayashi, M.; Takaku, H. Tetsu to Hagane Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, 89 (12): 796-802, 2003.
- Onsoien, M.; Grong, O.; Gundersen, O.; Skaland, T. A process model for the microstructure evolution in ductile cast iron: Part I. The Model, Metallurgical and Material Transaction A. 30 (9): 1053-1068, 1999.
- 62. Ostle, B. Estadística Aplicada. Limusa Wiley, México, Cap. 10, 1975.
- 63. Paulik, J.; Paulik, F. Thermochimica Acta. 3 (1): 13-15, 1971.
- 64. Pavlov, V.; Noskova, N.; Kuznetsov, P.; Fizika Metallov y Metallovedenie. 24 (8):947-952. 1967.
- 65. Petty, E.; Physical Metallurgy of Engineering Materials. George Allen and Unwin Ltd. Londres. pp. 109, 1968.
- 66. Philippon, S.; Sutter, G.; Molinari, A. An experimental study of friction at high sliding velocities, Wear. 257 (7-8): 777-784, 2004.
- 67. Pitler, R. Precipitation from iron base alloys, Eds. Gilbert R. Sperch and John B. Clark, Gordon and Breach, New York, pp. 129, 1965.
- 68. Prevot, S. Algunas consideraciones sobre la rotura de brazos por formación de clinker en los hornos de reducción. Informe Técnico. Empresa Cmdte "Ernesto Ché Guevara", 1994.
- 69. Rhode, W. Stahl Eisen. 114 (24): 95-97, 1994.
- 70. Rivera, G.; Boeri, R.; Sikora, J. Influencia de la inoculación sobre el refinamiento de la estructura de solidificación y sobre las propiedades mecánicas. Jornadas SAM-IV Coloquio de Fundiciones Esferoidales Eutécticas, Latinoamericano de Fractura y Fatiga, Agosto, 2000.
- 71. Roach, D.; Van Echo, J.; Hill, A. Some properties of HF, HH, HK and HN Alloys. ASMF.: ASMF. 68 (6): 1-9, 1968.
- 72. Roach, D.; Van Echo, J.; Hall, A. HP-50WZ, a Cast Heat Resistance Alloy. Corrosion/77.: March 14-18, pp. 10/1-10/9, 1977.
- 73. Roach, D.; Van Echo, J. Creep-rupture properties of HK-40 and Alloy 800 Weldments. CORROSION. 8 (4): 6-10, 1981.
- 74. Rojas, M.; Martínez, R.; Boeri, R.; Sikora, J. Análisis de la formación de microestructura en fundiciones esferoidales mediante técnicas computacionales. Jornadas SAM – IV Coloquio Latinoamericano de Fractura y Fatiga, Agosto, 2000.
- 75. Sánchez, F.; Hinojosa, M.; Virgilio, G. Hojuelas de grafito en hierro fundido gris: análisis fractal y estadístico, 2007.
- 76. Sarache, L. Diseño de experimentos y análisis multifactorial aplicado a la industria. Facultad de Ingeniería, Revista Ingeniería Industrial. 4 (5): 585-590, 2004.
- 77. Sare, I. Abrasion resistance and fracture toughness of white cast irons. Metals Technology 412-419; November 1997.
- 78. Sasmal, B. Metall. Mater. Trans. 30A (10): 2791-2801, 1999.
- 79. Saxena, A. Nonlinear fracture mechanics for engineers. Boca Ratón: Ed. CRC Press. 1998.
- 80. Sertucha, J.; Suárez, R. Arenas de moldeo en verde, st Ed.; Azterlan, Durango, 2004.
- Sieurin H., Sandström R. Sigma phase precipitation in duplex stainless steels 2205, Materials Science and Engineering, A 444 (200): 271-276, 2007.
- 82. Sillen, R. Monitoring and optimization of melting and treatment processes for cast iron alloys by means of advanced thermal analysis. Internal Report, Novacast AB, 2001, 13 p.
- 83. Sillen, R.; Aranzabal, J. Aportación de la metalografía en la aplicación del análisis térmico diferencial (ATD) en las fundiciones grises y de grafito esferoidal, 2ª Jornada Nacional de Metalografía y Caracterización Estructural, Fundación Inasmet, San Sebastián, 2002, 10 p.
- 84. Sinha, A. Prog. Mater. Sci. 15 (3): 104-109, 1972.
- 85. Sopousek, J.; Kruml, T. Scr. Mater. 35 (9): 689-693, 1996.
- 86. Speich, G.; Szirmae, A. Trans. TMS-AIME, 245, 1969: 1063.
- 87. Sturla, A., Castellano, E. Metalografía microscópica: guía práctica de metalografía microscópica y macrografía. Buenos Aires: Alsina, pp. 278, 1951.
- 88. Sy, A. Copper in cast iron. Principal considerations. AFS Transactions.67(12):321-328, 1959.
- 89. Sourmail T., Precipitation in creep resistant austenic stainless steels. Mat. Science. and Technology. 17 (5): 1-16, 2001.
- 90. Tabrett, C.; Sare, I. Fracture toughness of high-chromium white irons: influence of cast structure. Journal of Materials Science. 3 (1): 2069-2077; 2000.
- 91. Takayiki, K. JP 328 1 753, 1991.
- 92. Tian, H. Wear resistant materials for engineering and mining. Applications. Engineering & Mining Journal, Jun 1, 2002.
- 93. Tsutomo, T. JP 315 0 334, 1991.

- 94. Vasileva, R. Examples include nonlinear transformation, extrapolation, and application of special or generalized quadratures. 1968.
- 95. Velázquez, A.; Mariño, M.; Alfonso, E. Comportamiento de las aleaciones termorresistentes AISI HH y HK-40 ante los procesos de carburización y nitruración. En: Revista de Minería y Geología. 18 (1): 18-28, 2001.
- 96. Velázquez, A. Fragilización de la aleación HH por precipitación de fases sigma. Tesis Doctoral. 2002.
- 97. Velez, F. Conferencia sistemas de moldeo modernos. Patrocinado por: INTERQUIM SA y el SENA, 2006.
- 98. Walton, C. Castings Iron Handbook. Iron casting Society, Inc. 1981.
- 99. Wang, J.; Li, C.; Liu, H.; Yang, H.; Shen, B.; Gao, S.; Huang, S. The precipitation and transformation of secondary carbides in a high chromium cast iron. Materials Characterization; 56 (13): 73-78, 2006.
- 100. Watanabe, R.; Yoshitaka, C. Journal of iron and steel institute of japan.63(1):118-124. 1973.
- 101.Whittaker, M.; Wilshire, B.; Brear, J. Creep fracture of the centrifugally-cast superaustenitic steels, HK40 and HP40. Materials Science and Engineering. A (580): 391-396, 2013.
- 102. Yoghito, S. JP 408 0 344, 1992.
- 103. Yuanzhong, L.; Maorang, L. CN 118 0 110, 1998.
- 104.Zéger, A. Dislocaciones y propiedades mecánicas de los cristales. Ed. Lening, p. 179. 1960.
- 105.Zhang, M.; Kelly, P.; Gates, J. The effect of heat treatment on the toughness, hardness and microstructure of low carbon white cast irons. Journal of Materials Science. 36 (15): 3865-3875, 2001.
- 106.Zhao, H.; Liu, B. Modeling of stable and metastable eutectic transformation of ISI J. International, Spheroidal Graphite Iron Casting, 41 (9): 986-991, 2001.
- 107.Zlokarnik, M. Scale up in chemical engineering. Ed. Wiley VCH Verlag GmbH. Weinheim, Germany. 2002.
- 108.Zhu, S.; Zhao, J.; Wang, F. Creep crack growth of HK-40 Steel: microestructural effects. Metallurgical Transactions A.: ASM. 1990. 21A (5): 2237-2241, 1990.
- 109.Çetinarslan, S.; Genç, K. Study in the variation of mechanical properties of nodular cast iron depending upon section thickness, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik.
  45 (2): 106-113, 2014.