



# PROYECTO FINAL

Aceros colados de baja aleación: Estudio del  
contenido de Titanio sobre la microestructura y  
propiedades mecánicas

Tomás Morcella  
21 de diciembre del 2017  
Director: Dr. Alejandro Basso  
Co-Director: Ing. Nicolás Tenaglia



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-  
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).



En primer lugar, le agradezco a la U.N.M.D.P. por haberme abierto las puertas de su seno científico para poder estudiar Ingeniería en Materiales, así como también a los diferentes docentes que brindaron sus conocimientos y apoyo para seguir adelante.

Agradezco también a mis directores Alejandro Basso y Nicolás Tenaglia por haberme brindado la oportunidad de recurrir a su capacidad y conocimiento científico, así como también haberme tenido una gran paciencia para guiarme a través del desarrollo del trabajo final.

Agradezco a toda mi familia y compañeros, por haber sido el pilar de soporte emocional que me soporto durante los momentos más álgidos de mi carrera.

Y para finalizar, agradezco a todos mis compañeros y amigos ya que gracias a sus ideales de compañerismo, amistad y experiencia han aportado en un alto porcentaje a mis ganas de seguir durante mi carrera.

***Es ius omnes nisus levioribus subsistis... si vos non creditis in te.***

## Índice

1. Resumen.....	3
2. Introducción .....	5
3. Objetivos .....	10
4. Revisión Bibliográfica .....	11
5. Tareas Realizadas por la empresa .....	26
6. Caracterización macroestructural .....	31
7. Estudio de las microestructuras presentes en Bloques de Estudio y Keel Block .....	41
8. Estudio de propiedades mecánicas .....	61
9. Conclusión .....	74
10. Trabajo a Futuro .....	76
11. Bibliografía .....	77



## **1. Resumen**

El presente proyecto final surge a partir de una problemática que posee una empresa dedicada al colado y maquinado de grandes piezas de acero, principalmente para la industria del petróleo. El problema en cuestión se origina en la producción de una pieza de gran tamaño, denominada “carretel”, la cual es colada con un acero de baja aleación y que presenta propiedades mecánicas por debajo de las requeridas por la norma API 6A.

Esta problemática ha sido estudiada anteriormente en el marco de un proyecto final [1] y, en base a conclusiones y propuestas de dicho trabajo, la empresa decidió realizar distintas coladas, que serán utilizadas en este proyecto final. Las piezas coladas por la empresa son Keel Block y Bloques de Estudio. El Keel Block es una pieza de geometría normalizada (norma ASTM A781) utilizada para evaluar propiedades mecánicas de aceros colados, mientras que el Bloque de Estudio fue diseñado específicamente de manera tal de recrear las mismas condiciones de solidificación que el carretel y así poder evaluar su macro y microestructura, así como sus propiedades mecánicas sin destruir una pieza para extraer muestras. Asimismo, tanto los Keel Block como los Bloques de Estudio fueron colados con distintas concentraciones de titanio (0%, 0.13% y 0.2%) y fueron entregados en dos estados metalúrgicos (estado as cast y normalizado).

La primera tarea de este trabajo fue analizar la macroestructura de solidificación de los distintos Bloques de Estudio y Keel Block en función del porcentaje de elemento refinador, para lo cual se extrajeron muestras representativas de cada una de las piezas. De este análisis se verificó el poder refinador del titanio en la macroestructura de solidificación y que el refinamiento varía en función del porcentaje del mismo. A su vez, el Bloque de Estudio presentó una estructura de solidificación con un grado de refinamiento menor que los Keel Block producto de su menor velocidad de enfriamiento, asociado al mayor tamaño de los Bloques de Estudio.

Posteriormente se realizó un análisis microestructural sobre muestras extraídas de los Bloques de Estudio y los Keel Block. Este estudio permitió observar que las probetas mostraron una gran cantidad de inclusiones y microrechupes, estos últimos de gran tamaño, principalmente en el caso de los Bloques de Estudio, causados por una menor velocidad de enfriamiento. Sin embargo se observó que la microestructura es refinada en gran medida mediante los tratamientos térmicos y la adición de titanio, el primero producto del ciclo de austenizado y el segundo debido al refinamiento de grano causado por los precipitados de titanio que actúan como sitios de nucleación heterogénea durante la solidificación. Las microestructuras observadas en ambos estados metalúrgicos, tanto as cast como normalizado, fueron siempre ferrítico-perlíticas con un aumento del porcentaje de ferrita a medida que aumenta el porcentaje de Ti. A su vez las muestras extraídas de los Keel Block, a igual contenido de Ti y mismo estado metalúrgico, presentan a nivel microestructural un mayor grado de refinamiento que las muestras de Bloques de Estudio, lo cual se condice con la mayor velocidad de enfriamiento de los Keel Block.

La última parte del trabajo fue la evaluación de propiedades mecánicas (mediante ensayos de dureza y de tracción), a partir de probetas extraídas de Keel Block en ambos estados metalúrgicos, y para los distintos porcentajes de Ti, y de Bloques de Estudio solo en as cast para distintos porcentajes de Ti. Las mediciones de dureza permitieron concluir que las piezas en



estado as cast, para una misma composición de Ti, poseen mayor dureza que en estado normalizado debido a que las muestras en estado as cast poseen un menor porcentaje de ferrita en su microestructura. Por otro lado, la dureza de las muestras de los Keel Block en estado as cast para distintos porcentajes de Ti es muy similar. Por último, las muestras normalizadas poseen menor dureza al ser comparadas con las muestras as cast extraídas del Keel Block, para el mismo porcentaje de Ti. Esto se debe a que las muestras en estado normalizado poseen una cantidad de ferrita mucho mayor que en estado as cast en su microestructura.

Para el caso de ensayos de tracción, los Bloques de Estudio presentaron propiedades mecánicas muy bajas en comparación a los Keel Block. Debido a esto, se realizó un análisis microestructural y se observó la presencia de una gran cantidad de microrechupes de gran tamaño, y grandes precipitados de Ti(C, N), que actuarían como concentradores de tensiones y como camino preferencial para la propagación de fisuras. Esto justifica las bajas propiedades mecánicas, siendo de particular atención la baja elongación a la rotura. En el caso de los Keel Block, para iguales contenidos de Ti, las probetas normalizadas presentaron una mayor elongación pero menor tensión de rotura en comparación con las probetas as cast. De manera general para los Keel Block al aumentar el contenido de Ti se observó mayor tensión a la rotura, menor elongación y mayor tensión de fluencia.

Se concluye entonces que la utilización de Ti como agente refinador mejora las propiedades mecánicas de tensión de fluencia y tensión máxima gracias a la disminución del tamaño de grano. La principal desventaja es que un enfriamiento lento de la pieza produce grandes precipitados de Ti(C, N) que fragilizan la microestructura, actuando como concentradores de tensiones. Para poder lograr que los Bloques de Estudio y por ende los carretes incrementen sus propiedades mecánicas a partir del refinamiento de su microestructura sin la necesidad de agregar grandes cantidad de Ti que generen un efecto fragilizador en el material, se sugirieron dos vías de resolución: la primera es el agregado de Nb para disminuir el tamaño y la cantidad de carbonitruros de manera tal que se pierda la fragilización. La otra vía es el cambio de tratamiento térmico para lograr una disminución de tamaño de grano sin necesidad de agregar refinadores. Se espera que ambas alternativas conduzcan a una mejora en la calidad de las piezas coladas bajo estudio.



## **2. Introducción**

Durante el año 2012 se firmó un convenio de cooperación entre la División Metalurgia del INTEMA-FAC DE INGENIERIA UNMDP (DMI) una empresa que se dedica principalmente a la producción de piezas de acero colado destinadas a la industria del petróleo. En el marco del convenio de cooperación, la DMI ha realizado estudios relacionados con la determinación de defectos encontrados en piezas coladas que produce la empresa. Entre las piezas que la empresa fabrica, se encuentran los denominados “carreteles”, los cuales se utilizan en las cabezas de los pozos petrolíferos. En la figura 2.1 se presenta a modo de visualización una imagen de un carretel y su ubicación en el cabezal de pozo.

La función que tiene este elemento es la de proveer el lugar de asentamiento para el colgador de tubos que reviste al pozo, por lo que sostiene el peso del mismo. Además, sostiene el peso de otros componentes que se encuentran por encima de él, entre ellos otros carreteles que soportan las demás tuberías que constituyen el pozo. Esto indica que el carretel está sometido a grandes esfuerzos de compresión en su dirección longitudinal, además de un estado tensional complejo, que no es objeto de estudio en este trabajo.

Los carreteles son colados usando aceros que se corresponden con los de la serie 15XX, según los grados de aceros colados especificados por la norma AISI. Luego de que se cuelan las piezas se le realizan una serie de tratamientos térmicos tal que las mismas alcancen las propiedades requeridas en la norma API 6A.



Figura 2.1. Carretel (arriba), carretel en cabezal de extracción (abajo)

La norma exige que a la hora de colar el carretel se cuele junto con la pieza en el mismo molde un bloque de dimensiones normadas llamado Keel Block (KB). Este bloque tiene 1" de espesor de longitud calibrada. La pieza se somete a los mismos tratamientos térmicos que el carretel. A partir del Keel Block se mecanizan probetas de tracción y se ensayan las mismas para corroborar que las propiedades mecánicas cumplan los requerimientos de la norma. Esto supone que las propiedades del KB y del carretel son similares. Sin embargo las piezas poseen espesores variables yendo desde los milímetros a los centímetros, lo que implicaría una velocidad de solidificación no uniforme dentro de las mismas. Como bien se sabe, las propiedades mecánicas de las piezas fabricadas en acero dependen fundamentalmente de su microestructura, la cual se ve afectada en parte por la variación de la velocidad de solidificación, relacionada al espesor de la pieza [2]. Por este motivo, durante el año 2014 la empresa decidió realizar estudios preliminares para obtener datos de propiedades mecánicas de los carreteles. Para ello se ensayaron probetas de tracción mecanizadas a partir de las zonas de mayor espesor de la pieza (carretel). Estas regiones fueron elegidas debido a que se tratan de las zonas de menor velocidad de enfriamiento de la pieza durante su solidificación, y por ende, poseen la estructura de solidificación más gruesa, las cuales presentan las menores propiedades mecánicas. Los resultados encontrados por la empresa mostraron que las propiedades en



tracción obtenidas de las muestras del carretel no cumplen con los estándares requeridos por la norma, mientras que las muestras obtenidas de los KB colados junto con el carretel analizado sí cumplían con lo exigido.

Ante estos resultados, la empresa tomó contacto con la DMI, y se desarrolló un plan de trabajo entre ambas partes siendo el principal objetivo del plan el de tratar de determinar la causa de la discrepancia entre las propiedades mecánicas obtenidas del carretel y de los KB. Por otro lado se propuso plantear alternativas o posibles acciones a seguir con la finalidad de incrementar las propiedades mecánicas obtenidas de probetas pertenecientes al carretel. Una de las principales conclusiones logradas en el trabajo [1] fue que las bajas propiedades mecánicas encontradas en los carreteles se deben a la gran cantidad de defectos presentes en su microestructura: se observó un gran número de inclusiones no-metálicas y de gran tamaño, y la presencia de microrrechupes. Por otro lado, se pudo observar que los carreteles presentan una estructura de solidificación gruesa, con tamaños de grano del orden de los milímetros, lo que promueve también un deterioro en las propiedades mecánicas.

En base a los resultados obtenidos sobre la defectología de las piezas mencionadas, la División Metalurgia planteó tres líneas de trabajo, las cuales contemplaron modificaciones en el proceso de fusión y colado de los carreteles. Las modificaciones propuestas abrieron tres líneas de estudio, las cuales tuvieron como objetivo tratar de disminuir la aparición de los defectos encontrados en los carreteles y reducir el tamaño de la estructura de solidificación.

## **2.1 Antecedentes**

Los primeros estudios realizados dentro del convenio para estudiar la problemática planteada incluyeron una comparación entre las condiciones de solidificación y enfriamiento entre el carretel y el Keel Block, la caracterización macro y microestructural de la estructura encontrada en las piezas y un estudio de la templabilidad del acero empleado para su fabricación (mediante ensayos Jominy). Los resultados encontrados permitieron establecer relaciones entre la estructura de solidificación, la templabilidad, las propiedades mecánicas y la microestructura de las partes. Estos estudios formaron parte del proyecto final de grado del alumno Joaquín Zárate [1] y fueron reportados a la empresa mediante un informe entregado por la DMI en diciembre de 2014, titulado “Caracterización Microestructural y de la Templabilidad de Acero Colado 60K. Identificación de coladas: 3955, 4046 y 4194”.

Los resultados encontrados en dicho proyecto permitieron concluir que existe una marcada diferencia en tamaño de la estructura de solidificación entre el Keel Block y el carretel, lo cual se verificó a través del uso de software de simulación numérica y de la observación de las macroestructuras y microestructuras en estado as cast. Por otro lado, se pudo observar la presencia de una gran cantidad de inclusiones y algunos microrrechupes, uniformemente distribuidos para el caso del Keel Block y de mayor tamaño y agrupados en regiones más concentradas, para el caso del carretel. Se concluyó que el hecho de que los microrrechupes tengan un tamaño superior en el carretel podría estar relacionado con un problema de la realimentación de líquido de la mazarota y con el mayor tamaño de las zonas últimas en solidificar, producto de su menor velocidad de enfriamiento, lo cual a su vez también contribuye a la mayor concentración de las inclusiones.



En cuanto a la caracterización microestructural, en dicho proyecto se evaluaron distintos estados metalúrgicos para cada pieza: recocido, normalizado, y recocido + normalizado + temple y revenido. Las microestructuras obtenidas de los distintos estados metalúrgicos analizados mostraron que en todos los casos se logra un gran refinamiento de las fases que componen las distintas microestructuras en comparación al estado as cast. Este refinamiento fue logrado principalmente durante la etapa de austenizado involucrada en los tratamientos térmicos, donde se produce la recristalización de la austenita; y en segundo lugar por la velocidad de enfriamiento propia de cada tratamiento. Por otro lado, se observó que se obtienen microestructuras muy similares, para ambas piezas en estudio para los estados recocido y normalizado, presentando los Keel Block una microestructura levemente más fina. Cuando las piezas fueron sometidas a tratamientos complejos de recocido+ normalizado + temple y revenido se obtuvo una microestructura compuesta por bainita y martensita revenida en el Keel Block y ferrítico-perlítica en el Bloque de Estudio.

El estudio de las propiedades mecánicas sobre las probetas extraídas de los Keel Block y de los Bloques de Estudio realizado por Joaquín Zarate arrojó que los parámetros que gobiernan las propiedades mecánicas son la presencia de defectos, el grado de refinamiento de la estructura y tipos de fases obtenidas luego de los distintos tratamientos térmicos. Los resultados llevaron a la conclusión de que la presencia de defectos es la principal causante de las diferencias entre el Keel Block y el carretel. Se observó que se produjo una notable mejora en las propiedades de los Bloques de Estudio a partir de la disminución en el tamaño de defectos y el refinamiento de la microestructura a través de los tratamientos térmicos, teniendo la primera la mayor influencia. A su vez, quedó demostrado que es posible alcanzar las propiedades mecánicas establecidas por la norma con una microestructura ferrítico-perlítica, con un determinado grado de refinamiento, sin la necesidad de la presencia bainita o martensita en la microestructura, siempre y cuando no se encuentren defectos perniciosos como microrechupes o grandes clústeres de inclusiones.

En lo que refiere a los estudios realizados sobre la templabilidad del acero, se encontró que las diferencias en la estructura de solidificación entre el Keel Block y el Bloque de Estudio no tienen influencia apreciable sobre esta propiedad. A su vez, los diámetros críticos obtenidos en dicho trabajo, demuestran que la templabilidad del acero es baja, no estando ligada esta propiedad con la discrepancia encontrada en las propiedades mecánicas entre el Keel Block y el carretel.

De manera paralela a los estudios mencionados anteriormente, la empresa realizó una colada de acero agregando elementos refinadores de grano, particularmente Ti y Zr, con el objetivo de lograr la mejora de las propiedades mecánicas del carretel a través del refinamiento de la estructura de solidificación. La caracterización de las probetas obtenidas de Keel Block y carretes colados con acero con elementos refinadores, estuvo incluida dentro del proyecto final de Joaquín Zárate. Dicha caracterización permitió verificar que no se logró refinar la estructura de solidificación como se esperaba. La modificación realizada tampoco generó cambios apreciables en la microestructura ni en las propiedades mecánicas evaluadas para los distintos estados metalúrgicos analizados con respecto al acero sin agregado de elementos refinadores.



A partir de los estudios realizados, y reportados en el informe mencionado anteriormente, surgió en una primera instancia, que la manera de mejorar las propiedades de los carretes puede obtenerse mediante:

- 1- Mejorar los procesos de fusión, refinamiento del acero y colado del mismo de manera de disminuir los defectos asociados con las piezas coladas, y relacionados con las operaciones de fusión y colado: inclusiones, microrrechupes, porosidad; etc.
- 2- Refinar la microestructura mediante un tratamiento térmico que involucre austenizados sucesivos pero que sea más eficiente que el utilizado actualmente por la empresa, el cual consiste de un recocido + normalizado + temple y revenido.
- 3- Refinar la estructura de solidificación, con el fin de reducir el número y tamaño de microrrechupes y mejorar la dispersión de los defectos. Sin embargo, se considera que es necesario primeramente realizar coladas en donde se logre el refinamiento y evaluar luego su influencia en microestructuras y propiedades mecánicas.

Ante estas tres líneas de investigación propuestas por el Ing. Zarate, la empresa decidió avanzar con la tercera de ellas, la cual ya estaba en ejecución. Esta decisión llevó a la necesidad de establecer, en una primera instancia, los motivos por los cuales no se logró el refinamiento en la estructura de solidificación para la colada con refinadores realizada por la empresa. Este estudio fue desarrollado en la última parte del proyecto final del alumno Joaquín Zárate, permitiendo establecer que para lograr un refinamiento de grano con el agregado de Ti, el mismo debe estar entre 0.13% y 0.2% en peso, de otra manera no se podrán formar inclusiones de Ti, y no se producirá el refinamiento.

En base a estos resultados, la División Metalurgia propuso la realización de una nueva colada, para obtener Acero 60K con tres tenores distintos de elementos refinadores; estudiando particularmente la adición de Ti solamente como elemento refinador. Los tenores de titanio establecidos fueron: 0% (este material sería utilizado como referencia), y los otros dos valores de titanio en el acero fueron de 0.13 y 0.2% aproximadamente.

Siguiendo la línea de investigación planteada, en el presente proyecto final se realiza una caracterización macroestructural y microestructural de muestras obtenidas de Keel Blocks y Bloques de Estudio en función de los porcentajes de elementos refinadores mencionados anteriormente. Por otro lado, se evalúan las propiedades mecánicas obtenidas de las muestras con distintos porcentajes de Ti y se correlacionaran las propiedades mecánicas medidas con la macro/microestructura encontrada en cada caso.



### **3. Objetivos**

Partiendo de la problemática planteada por la empresa y de la línea de investigación propuesta, se plantean los siguientes objetivos para el presente trabajo:

a. Evaluar el grado de refinamiento de la estructura de solidificación obtenido para los distintos tenores de Ti establecidos, tanto en muestras obtenidas de Keel Blocks, como obtenidas a partir de carretel.

b. Estudiar la influencia del contenido de Ti en la microestructura de las piezas analizadas para dos estados metalúrgicos distintos: as cast y normalizado.

c. Realizar una caracterización mecánica para todas las variantes microestructurales analizadas (las cuales serán función de: composición química, tamaño de pieza colado y estado metalúrgico) y relacionar los resultados encontrados con las microestructuras observadas.

Por otro lado, la realización del presente proyecto final tiene como finalidad los siguientes objetivos particulares para el alumno:

d. Aplicar conocimientos adquiridos durante la carrera, principalmente en las materias Propiedades Estructurales I y Procesamiento de metales y sus aleaciones, a problemas concretos de la industria.

e. Profundizar conocimientos sobre metalurgia, y en particular sobre metalurgia de aceros, referida particularmente a microestructuras, tratamientos térmicos y propiedades mecánicas.

f. Integración personal a un grupo de investigación y desarrollo, a fin de ganar experiencia sobre la metodología de trabajo, las técnicas aplicadas, las limitaciones habitualmente existentes en el sistema nacional de investigación y desarrollo, tanto en lo referido a disponibilidad de medios económicos como técnicos, y conocimiento de las dificultades propias de la integración a un grupo de trabajo en el que participan técnicos y profesionales.

g. Tomar conciencia acerca de las diferencias entre los niveles de precisión manejados en la industria y los del ámbito de la investigación científica.



#### **4. Revisión Bibliográfica**

En las últimas décadas se han producido importantes avances en la ingeniería de los aceros debido a la continua necesidad de responder a problemas planteados, por industrias tales como la petrolera, en áreas como recuperación y transmisión de petróleo, y la industria automotriz, enfocados en una mayor seguridad de los vehículos y ahorro de combustible [2, 3, 4]. Estos estudios han desembocado en el desarrollo de familias de aceros con distintas microestructuras, mostrando una amplia gama de propiedades mecánicas [2]. Recientemente los estudios se han enfocado en optimizar su composición química y procesamiento, logrando el desarrollo de novedosas microestructuras que han logrado maximizar las propiedades mecánicas. Sin embargo, estos estudios son aún insuficientes para clarificar los numerosos aspectos metalúrgicos involucrados en la tecnología de producción de numerosas piezas de acero fabricadas mediante la técnica de fusión y colado, por lo que son aun necesarios estudios específicos.

La mayoría de los trabajos reportados en la literatura están centrados en la determinación de distintas propiedades mecánicas y al desgaste sobre aceros que previamente han sufrido un tratamiento termo-mecánico de laminación o forjado. No obstante, muchas piezas de acero relacionadas con la industria automotriz, minera o petrolera se pueden obtener a través de la técnica de fusión y colado (cigüeñales, arboles de leva, cuerpos de bomba, partes de suspensión, etc.) ya que dichas piezas poseen geometrías y espesores variables. Es ampliamente reconocido que las propiedades mecánicas de piezas fundidas difieren de aquellas obtenidas por laminación o forja. Las propiedades de las piezas fundidas están directamente ligadas con su microestructura, la cual está fuertemente influenciada por su estructura de solidificación y la segregación química resultante, y por ende, por la composición química y el tamaño de la pieza colada (o velocidad de enfriamiento).

A partir de la problemática planteada en la introducción se revisó la bibliografía referida a los efectos en la microestructura y en las propiedades mecánicas en función del agregado de Ti en la composición química del acero. Se hizo hincapié en los datos bibliográficos referentes al cambio en la macroestructura de solidificación y en las fases presentes en la microestructura debido al agregado de Ti y cómo el mismo afecta al refinamiento de grano. En lo que refiere a las propiedades mecánicas, se prestó mayor atención a cómo el agregado de Ti cambia las propiedades evaluando también su influencia en las propiedades mecánicas a la fractura.

##### **4.1 Refinamiento de la estructura de solidificación mediante el agregado de inoculantes**

Para comenzar a explicar el proceso de refinamiento de la estructura de solidificación mediante el agregado de inoculantes, es importante conocer que durante la solidificación del acero, el patrón de solidificación es del tipo dendrítico, el cual tiene como defecto la concentración de impurezas y porosidad en las zonas últimas en solidificar. Estos defectos no pueden ser eliminados mediante tratamientos térmicos a no ser que estos estén acompañados por un proceso de deformación plástica del material, como en el caso del laminado o forjado en caliente. Sin embargo, las piezas obtenidas por el proceso de colado no sufren tratamientos termomecánicos, ya que la mayoría de estos modifican la forma de la pieza, por lo tanto la única solución factible para el refinamiento de la estructura de solidificación es el uso de inoculantes [5, 6, 7].



La finalidad del uso de inoculantes es la reducción del tamaño de grano del acero. Esto se logra aportando sitios de nucleación heterogénea para la solidificación del metal.

#### **4.1.1 Nucleación heterogénea y efectividad de los inoculantes.**

Como es ampliamente conocido, hay dos formas para que la fase sólida comience a crecer a partir de la fase líquida. En la primera, conocida como nucleación homogénea, el núcleo de sólido generado debe poseer un tamaño tal que al aumentar el mismo conlleve a una reducción en la energía libre de Gibbs del sistema. Para que esto suceda se necesitan subenfriamientos muy elevados, de hasta 200°C [8], lo cual a fines prácticos es un subenfriamiento inalcanzable. La segunda forma es por medio de nucleación heterogénea, para ello debe existir un punto sitio de nucleación heterogénea (punto energéticamente elevado), disminuyendo así el “salto energético” por lo cual permite nucleación a niveles de subenfriamientos mucho menores.

El uso de inoculantes durante este trabajo tiene como finalidad aportar puntos de nucleación heterogénea. El grado de subenfriamiento necesario para que comience la nucleación dependerá del desregistro entre el inoculante y la fase en crecimiento. Cuanto menor sea este desregistro, menor será el subenfriamiento necesario y por ende, mayor será la efectividad del inoculante (se estima que desregistros menores al 12% son más efectivos) [8].

Cuando se requiere refinamiento de piezas de acero, se encontró que uno de los elementos más efectivos a la hora de refinar el tamaño de grano, es el Ti. Esto se debe a que cuando se agrega al acero en estado líquido, se produce la formación de nitruros y/o carburos de Ti, los cuales se mantienen estables a esas temperaturas y actúan como puntos de nucleación heterogénea a menores temperaturas. Estos carburos/nitruros presentan un desregistro bajo con la ferrita- $\delta$  o con la austenita ( $\gamma$ ), debido a que poseen una estructura cubica con un parámetro de red muy similar. Sin embargo, la eficiencia del Ti como refinador de grano depende de que la cantidad utilizada sea la adecuada, de manera que estos carburos/nitruros estén presentes antes de que comience la solidificación del acero [9]. Si la precipitación de los mismos ocurre al final de la solidificación, los precipitados no actuarán como sitios heterogéneos de nucleación [10]. Esto fue verificado en el trabajo de Bruce L. Brammfit [11], en el mismo se midieron los grados de subenfriamiento producido por distintos inoculantes, y se encontró que los más efectivos fueron las partículas de TiN y TiC. Al mismo tiempo, se demostró que aquellos agentes que no lograron estar en estado sólido al momento del inicio de la solidificación no actuaron como sitios de nucleación heterogénea.

En la tabla 4.1 se puede observar el grado de desregistro que cada tipo de partícula posee con la ferrita  $\delta$  a una temperatura de 1583°C. En la tabla se muestra con claridad que las partículas con menor desregistro (y por ende menor subenfriamiento), son los nitruros y carburos de Ti y por lo tanto deberían ser los más efectivos a la hora de brindar sitios de nucleación heterogénea.



Compound	Crystal System	Crystal Structure	Room Temperature, Lattice parameter, A		a at 2800° F	Turnbull-Vonnegut Disregistry, Pct	Planar Disregistry, Pct
			a	c			
TiN	Cubic	NaCl (B1)	4,246	-	4,308	3,9	3,9
TiC	Cubic	NaCl (B1)	4,3270	-	4,3901	5,9	5,9
SiC	Cubic	ZnS (B3)	4,35965	-	4,3954	6,0	6,0
ZiN	Cubic	NaCl (B1)	4,56	-	4,61	11,2	11,2
ZC	Cubic	NaCl (B1)	4,696	-	4,744	14,4	14,4
WC	Hexagonal	WC (Bh)	2,9063	2,8368	2,9290	29,4	12,7
$\delta$ Fe	Cubic	Body Cent	-	-	2,9315	-	-

Tabla 4.1. Estructura de las partículas y el disregistro que generan con la ferrita- $\delta$  [11]

Como se mencionó, para que un elemento refinador logre actuar, es necesario que el elemento forme una partícula que funcione como sitio de nucleación heterogénea antes de que el proceso de solidificación comience. Para que esto ocurra, es necesario agregar una cantidad límite. Esto ha sido verificado, por ejemplo, en el trabajo de M. Ohno y K. Matsuura [9], donde para un acero en particular, se observa que el tamaño de grano austenítico presenta un notable refinamiento para una cantidad determinada de adición de Ti. En la figura 4.1 se observa un gráfico con alguno de los resultados encontrados por los autores.

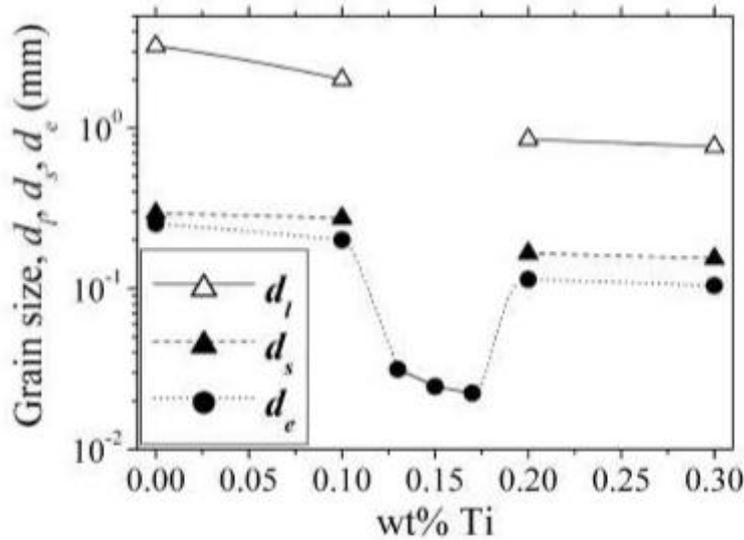


Figura 4.1. Efecto de la cantidad de Ti en el tamaño de grano.  $d_l$ : tamaño del eje mayor del grano columnar;  $d_s$ : tamaño del eje menor del grano columnar;  $d_e$  tamaño de los granos equiaxiales. [9]

De la figura 4.1 se concluye que para el acero bajo estudio, valores entre 0.13% y 0.2% de Ti en peso, generan una marcada reducción del tamaño de grano equiaxial, sin embargo el mismo vuelve a aumentar para valores mayores a 0.2% de Ti en peso. La justificación del porqué de la reducción del tamaño de grano se debe a que a medida que se aumenta la cantidad de Ti, el acero presenta más sitios de nucleación heterogénea, lo que conlleva a un refinamiento de grano. Para este caso, a partir de un 0.2 % de Ti aproximadamente, el tamaño de grano vuelve a aumentar ya que en el procedimiento experimental, el metal líquido es mantenido a 1550° C durante una hora, y para esta cantidad de Ti y temperatura, la precipitación de carburos o nitruros es estable. Esto produce que haya un engrosamiento y subsecuente coalescencia de las



partículas de Ti durante el mantenimiento a esta temperatura, haciendo así que las partículas de Ti pierdan su eficacia como refinadores de grano.

#### **4.1.2 Precipitados formados producto del agregado de titanio**

En presencia de C y N en la composición de un acero, el Ti se combina con gran facilidad para formar carburos y nitruros de titanio  $Ti(C, N)$ . Los mismos poseen un punto de fusión mayor que el acero y por ende pueden ser agregados en el líquido. Sin embargo es posible provocar la formación de los mismos mediante el agregado de Ti en el acero líquido, en cualquiera de sus formas (puro, esponja, ferrotitanio; etc.), donde luego de disolverse, comenzará a precipitar por la combinación con los elementos antes mencionados, presentes en el acero. Si el Ti es agregado en forma de esponja o ferrotitanio, las partículas formadas se pueden separar en dos grupos distintos, el primero de ellos se compone por aquellas partículas que solidifican a partir del acero líquido, mientras que el segundo grupo está formado por aquellas que precipitan en el acero en estado sólido. Las partículas que pertenecen al primer grupo, son de mayor tamaño que las pertenecientes al segundo, variando su valor entre 1 y 50 micrones, mientras que las pertenecientes al segundo de los grupos poseen tamaños menores al micrón. El mayor tamaño de las primeras se debe a que precipitan a mayores temperaturas y en un medio que no restringe el crecimiento de las mismas [12]. Los precipitados del segundo grupo (aquellos que se forman en el acero en estado sólido) generalmente son carburos de Ti, y en menor medida, nitruros. Estas partículas poseen un menor tamaño debido a que, en estado sólido, la difusión de los elementos es mucho menor, y el crecimiento de los precipitados se ve dificultado a pesar de que la fuerza impulsora para la precipitación de los mismos se ve favorecida. Este tipo de precipitados es de gran utilidad en aceros de alta resistencia debido a que generan tanto endurecimiento por precipitación, como por refinamiento, debido a que retienen el crecimiento del grano austenítico a altas temperaturas.

Morfológicamente hablando, los del primer tipo, al formarse en el líquido y ser compuestos no-metálicos, crecen de forma planar, de manera de reducir la energía interfacial. Es por ello que poseen en su mayoría caras planas y generalmente tienen formas cuboides, indicando un elevado nivel de coherencia. Por otro lado, los precipitados pertenecientes al segundo tipo presentan caras incoherentes o semicoherentes con la austenita o la ferrita, aunque cuando son de tamaños muy pequeños poseen formas cuboides similares a las del primer tipo, debido a que sus caras son del tipo coherentes. En la figura 4.2 se observan varias imágenes de los precipitados, las cuales fueron reportadas en distintas publicaciones [12, 13, 14,15]. Las figuras 4.2 A Y D son partículas formadas durante la solidificación del acero en el seno del líquido, mientras que las figuras B Y C corresponden a partículas formadas en el acero en estado sólido.

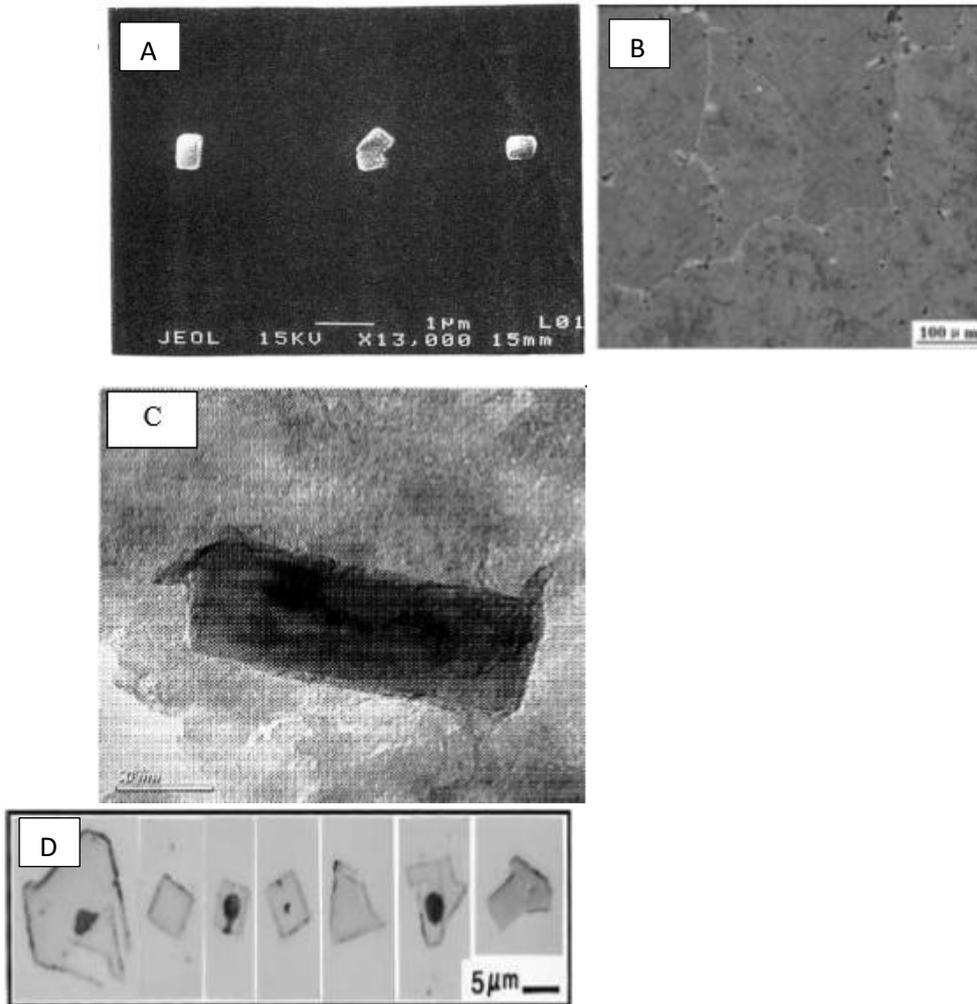


Figura 4.2. Inclusiones de Ti (C, N) extraídas de distintas publicaciones. A y D: partículas formadas durante la solidificación del acero. B y C: partículas que precipitan en el acero estado sólido.

## 4.2 Efecto del agregado de elementos refinadores sobre la microestructura y propiedades mecánicas

### 4.2.1 Efecto de la deformación plástica en las propiedades mecánicas

Como es sabido, la deformación plástica está relacionada explícitamente con el movimiento de dislocaciones; logrando que se dificulte el movimiento de las mismas, se aumenta la propiedad mecánica de la tensión de fluencia si incrementa el endurecimiento por deformación. Existen muchas maneras de lograr dificultar el movimiento de dislocaciones, una de las más conocidas es el refinamiento del tamaño de grano, esto se debe a que los bordes de grano resultan barreras muy importantes para el movimiento de dislocaciones. Este efecto se produce debido a que al ser dos granos distintos, la orientación cristalina de los mismos es distinta respecto a la tensión aplicada, lo cual hace que la componente del esfuerzo en la dirección del sistema de deslizamiento (y su dirección) más favorable sea diferente, haciendo



que la dislocación que venía avanzando dentro de un grano, no pueda continuar su camino al llegar al límite de éste. Otro de los efectos que tienen los bordes de grano es el aumento de la densidad de dislocaciones al actuar como fuente de las mismas, esto genera un aumento en las interacciones repulsivas y atractivas que hay entre ellas haciendo que se traben, y por ende reduciendo la movilidad. Hall-Petch halló la ecuación (Ecuación 4.1) que relaciona el tamaño de grano con la tensión de fluencia, para metales sin deformar [16,17], la cual se muestra a continuación:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (4.1)$$

Donde:

$\sigma_y$ : Tensión de fluencia

$\sigma_0$ : Es una constante de resistencia de la red al movimiento de las dislocaciones, por lo tanto incluye el efecto de solutos y partículas en la red.

$k$ : Coeficiente de endurecimiento.

$d$ : Tamaño de grano promedio.

En dicha ecuación se visualiza como una disminución en el tamaño de grano, implica un aumento en la tensión de fluencia, siendo compatible así con lo recientemente explicado, de que una disminución en el tamaño de grano implica un aumento de la cantidad de bordes de grano y por ende una mayor dificultad de las dislocaciones para moverse.

Como se explicó anteriormente el refinamiento de grano austenítico primario debido al agregado de Ti se produce por medio de dos vías. La primera de ellas es la acción del Ti como inoculante, produciendo sitios para la nucleación heterogénea. La segunda es la razón por la cual el Ti es ampliamente utilizado: la obtención de aceros microaleados mediante tratamientos termomecánicos. Este proceso se centra en el efecto que tienen los carburos/nitruros de titanio que precipitan durante el recalentamiento del acero en la etapa de austenizado, con tamaños del orden de los cientos de nanómetros. Estas partículas precipitan de manera tal que funcionan como barreras para el crecimiento de los granos austeníticos, cuando se mantiene la temperatura en la zona de crecimiento de estos granos [18,19]. Este comportamiento se debe a que los precipitados ejercen sobre los bordes de granos de la austenita una fuerza de anclaje debido al estado de baja energía que se logra cuando las partículas son interceptadas por el borde de grano, ya que las mismas representan puntos de alta energía en la red, aunque las mismas sean coherentes con la matriz. Por ende, la ubicación de los precipitados en el borde de grano, como se ve en la figura 4.3, genera una disminución en la energía libre del sistema, impidiendo su crecimiento. La fuerza de anclaje depende del tamaño de las partículas, su distribución y la energía interfacial de las mismas. Esta relación, mediante algunas simplificaciones puede ser descripta por la ecuación de Zenner (Ecuación 4.2).

$$F = \frac{3 \cdot f_v \cdot \gamma}{2 \cdot r} \quad (4.2)$$

Donde:



F: Fuerza de anclaje.

$f_v$ : Fracción volumétrica de las partículas

$\gamma$ : Energía interfacial.

r: Radio de las partículas.

La ecuación 4.2 predice que la fuerza de anclaje será proporcional a la fracción volumétrica de partículas (a mayor cantidad, mayor fuerza de anclaje), a la energía interfacial e inversamente proporcional al radio de las mismas. Por lo tanto existen numerosas investigaciones acerca de la precipitación de dichas partículas, buscando controlar su tamaño, distribución y crecimiento [20].

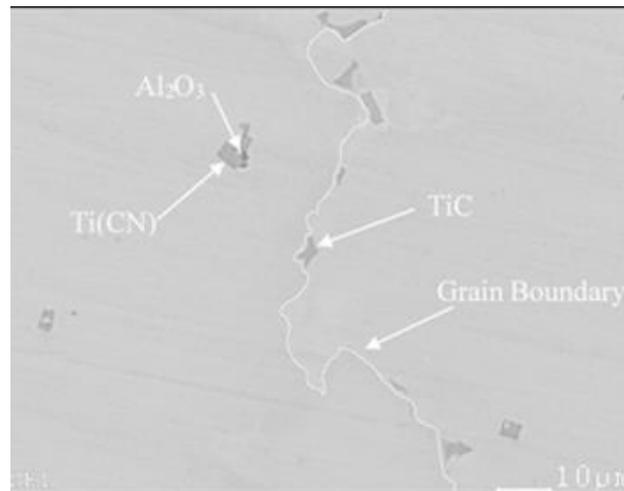


Figura 4.3. Partículas de TiC, ubicadas en bordes de grano, actuando como trabas al crecimiento de estos. [12].

#### 4.2.2 Comportamiento a la fractura de aceros en función del tamaño de inclusiones

Es ampliamente conocido que las propiedades mecánicas, varían con el contenido de inclusiones. El comportamiento a la fractura de los aceros se ve modificado por el contenido, tipo y tamaño de inclusiones. Las mismas actúan de manera de sitios de nucleación de microhuecos para el caso de la fisura dúctil, o como sitios de nucleación de fisuras para la fractura frágil. La probabilidad que una inclusión funcione como sitio de nucleación de fisuras en de cualquiera de las dos formas mencionadas anteriormente es dependiente del tamaño de dicha partícula.

Para el caso de la fractura dúctil, en el inicio se nuclean microhuecos debido a la decohesión entre la interfase partícula/matriz, lo que genera una cavidad en la matriz que comienza a crecer hasta que coalesce con otras cavidades y luego el material fractura. Esto ocurre cuando la energía necesaria para propagar la fisura a través de la matriz es muy elevada, consecuente con la deformación plástica que ocurre en la matriz. En cambio, el mecanismo de fractura frágil (o por clivaje) se produce debido a la propagación inestable de una fisura en el material. Es por ello que la temperatura tiene una gran influencia en el mecanismo de fractura, ya que si la temperatura aumenta, las dislocaciones tienen mayor facilidad para moverse (por



ejemplo en el caso de las dislocaciones de borde, al ascender la temperatura se activa el mecanismo de ascenso de vacancias por activación térmica), permitiendo que la dislocación tenga habilitados otros planos de deslizamiento. En contrapartida, si la temperatura decrece, sucede todo lo contrario, el coeficiente de difusión disminuye y el mecanismo de ascenso de vacancias deja de ser factible, disminuyendo la cantidad de planos posibles para la movilidad de las dislocaciones. Dicha influencia de la temperatura sobre el comportamiento a la fractura da origen a la llamada transición dúctil-frágil del material. Cabe destacar que dicha transición se da en metales cuyas estructuras sean de tipo bcc como los aceros y no así en materiales como el aluminio que poseen matrices tipo fcc.

Como se mencionó anteriormente, las inclusiones en la matriz metálica pueden actuar como sitios de nucleación de las fisuras, ya sea mediante su fractura, o debido a la acumulación de dislocaciones en la matriz que provocan al actuar como concentradores de tensiones, ya que representan una discontinuidad en la microestructura. Este tipo de falla es muy común en aceros modificados con Ti, debido a la formación de partículas de TiN. El primer tipo de nucleación (fractura de la partícula) se da cuando éstas son de tamaño superior a  $1\ \mu\text{m}$ , lo cual hace que haya altas probabilidades de que estas se fracturen a niveles bajos de tensiones.

En el caso de piezas de aceros obtenidas por fusión y colado tales como las del presente trabajo, es común la presencia de partículas de tamaños mayores a  $1\ \mu\text{m}$  (estas se producen durante la solidificación del acero) y por ende, es muy probable que las fisuras se generen por el primer mecanismo de nucleación mencionado [21]. Una vez que la fisura es iniciada, para que la misma propague de manera inestable deben haber dos sucesos: la primera es que la fisura logre superar la barrera que representa la interfase matriz/partícula (pm) y posteriormente la barrera matriz/matriz (mm), es decir el borde de grano [21, 22, 23] tal como representa la figura 4.4. Es decir que la disminución del tamaño de grano implica generar barreras para que la fisura frágil propague.

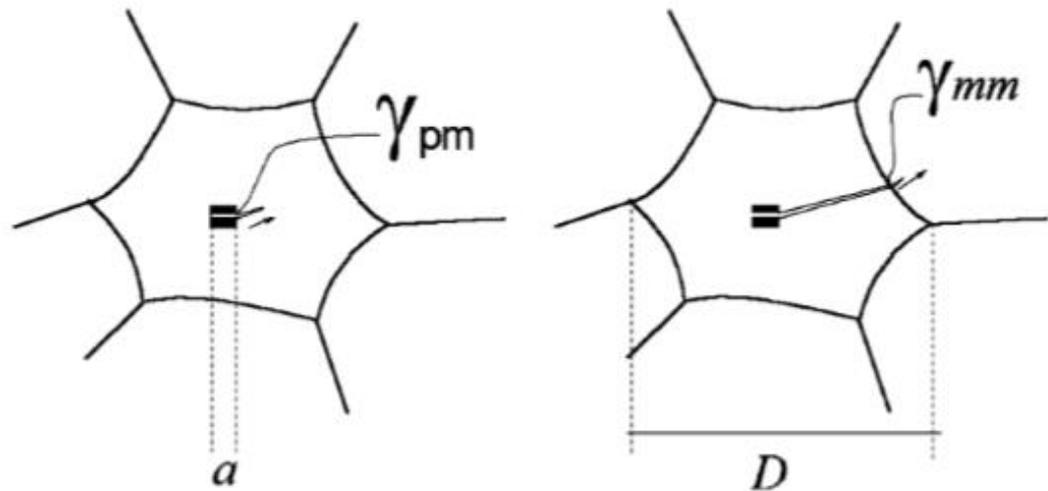


Figura 4.4. Esquema de las etapas de la propagación de una fisura nucleada por la ruptura de una partícula frágil [24].

Para describir este efecto, Griffith-Orowan sugirió una ecuación para calcular el valor de la tensión local que debe ser aplicada para la propagación de una fisura en cada interfase, en la ecuación se toma en consideración que las partículas son esféricas y que no se presenta deformación plástica. Las ecuaciones (4.3) y (4.4) representan estimaciones de la tensión necesaria para la propagación de una fisura en la interfase partícula/matriz y matriz/matriz respectivamente.

$$\sigma_{pm} = Y \sqrt{\frac{\pi E \gamma_{pm}}{(1 - \nu^2) a}} \quad (4.3)$$

$$\sigma_{mm} = Y \sqrt{\frac{\pi E \gamma_{mm}}{(1 - \nu^2) D}} \quad (4.4)$$

Siendo:

**E:** Modulo de Young de la matriz.

**\nu:** Coeficiente de Poisson.

**\gamma<sub>pm</sub>:** Energía interfacial partícula/matriz.

**\gamma<sub>mm</sub>:** Energía interfacial matriz/matriz.

**a:** Tamaño de la partícula.

**D:** Tamaño del grano.

**Y:** Factor geométrico.



De las ecuaciones 4.3 y 4.4, aquella tensión local que sea mayor de las dos será quien controle la propagación de la fisura del material. Manteniendo el tamaño de inclusión fijo, a menor sea el tamaño de grano, mayor será la tensión local necesaria para que la fisura pueda propagar a través de los mismos. Por lo tanto existe un tamaño de grano crítico a partir del cual esta tensión es mayor a la de propagación partícula/matriz, haciendo que la etapa controlante sea la propagación a través de los granos [25, 26]. Esto se ve claramente en la figura 4.5, donde se muestra el gráfico reportado por Ghosh, Ray, Chakrabarti y Sivaprasad [21]. En esta figura se grafican las ecuaciones 4.3 y 4.4 en función del tamaño de grano y para cierto valor de tamaño de partícula. Se recuerda que este análisis se realiza considerando una fisura preexistente originada por la fractura de la partícula y del tamaño de ésta, dentro de una matriz homogénea.

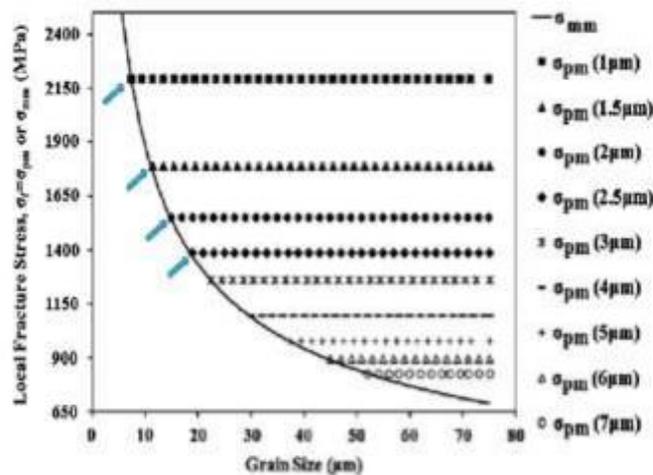


Figura 4.5. Tensión local de fractura en la interfase partícula/matriz y matriz/matriz.

Es importante destacar que en la literatura ha sido reportado que a la hora de obstaculizar el crecimiento de una fisura, solamente representan trabas efectivas los bordes de grano de alto ángulo. Por ello es más correcto hablar de un tamaño de grano efectivo, que tiene en cuenta este aspecto, a la hora de considerar el efecto de este parámetro microestructural, sobre la resistencia a la fractura material [21, 23]. Por otro lado, la disminución del tamaño de grano lleva a un aumento de la tenacidad debido a que se incrementa el camino que recorra la fisura durante su propagación (en los casos en que esta sea intergranular), lo cual requiere un mayor consumo de energía.

### 4.2.3 Endurecimiento por precipitación

Una razón por la cual el titanio es utilizado para la producción de aceros de alta resistencia es el mecanismo de endurecimiento por precipitación o también llamado envejecimiento. La precipitación de finas partículas de carburos durante las transformaciones de fase lleva a un aumento de la tensión de fluencia del acero debido a un endurecimiento de la ferrita debido a dicha precipitación. El principio de este endurecimiento es el impedimento de la movilidad de dislocaciones debido a la introducción de mecanismos de traba de dislocaciones, debido a la presencia de las partículas. Al igual que sucede con la fuerza de anclaje sobre los bordes de grano, la fuerza que los precipitados ejercen sobre las dislocaciones es proporcional



a la cantidad de precipitados e inversamente proporcional al tamaño de estos, por lo tanto es muy importante controlar el movimiento de los mismos.

Los mecanismos por los cuales se produce el endurecimiento por precipitación son tres: el primero consiste en dificultar el movimiento de la dislocación debido al campo de tensiones en la red, generado por la partícula al tratar de lograr coherencia con la matriz. Nuevamente tiene mucha importancia el espaciado y el tamaño de las inclusiones, habiendo una condición óptima para la cual el impedimento al movimiento es máxima. El segundo ocurre cuando una partícula coherente y blanda, es cortada por la dislocación, este corte implica un aumento de interfase entre la partícula y la matriz, lo cual incrementa la energía del sistema. La tercera tiene lugar cuando la dislocación no puede cortar la segunda fase (cuando ésta es incoherente o muy dura) y por lo tanto debe evitarla. Esta “evasión” la logra de diversas maneras, y todas de ellas requieren un mayor esfuerzo. Entre ellas están el ascenso de la dislocación, deslizamiento cruzado y el “curvado” de la dislocación (mecanismo de Orowan), que deja un anillo de dislocación alrededor de las partículas cada vez que pasa una a través de ellas, haciendo que el obstáculo sea cada vez mayor [22].

Estos mecanismos, además de aumentar la tensión de fluencia del metal, aumentan su endurecimiento por deformación, lo cual genera una mayor tensión de rotura y una menor deformación. Este efecto generado por el titanio, si bien incrementa la resistencia del acero, tiene como contrapartida la reducción en la elongación y en las propiedades de impacto, al mismo tiempo que incrementa la temperatura de transición dúctil frágil del material.

### 4.3 Efecto del Ti como refinador de grano en los aceros

Una vez explicado el funcionamiento de los inoculantes sobre el acero, es momento de realizar una revisión más específica sobre el efecto refinador que posee el Ti. Para ello, se muestran en la Tabla 4.2 los resultados obtenidos en los trabajos de los autores Xiang Chen y Yanxiang Li [5,6], quienes concluyen que agregando Re-Ti-V sobre un acero con elevadas cantidades de Si y C, se consigue un refinamiento en la microestructura debido a una disminución del tamaño de los granos de austenita primaria.

Tamaño de grano primario de austenita en aceros AHS		
Acero	A	B
Modificación	No	Modificación con Ti, V y otras tierras raras
Tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ )	800	40

Tabla 4.2. Reducción del tamaño de grano austenítico a partir del agregado del Re-Ti-V. [6]

Los resultados de dichos trabajos muestran la formación de una fina dispersión de precipitados en borde de grano, lo cual genera que los granos cesen su crecimiento debido a la falta de energía para superar la barrera energética proporcionada por los precipitados. La



disminución en el tamaño de grano conlleva a un aumento en la dureza, la tensión de fluencia y la resistencia a la tracción como se explicó anteriormente.

A pesar de mejorar dichas propiedades mecánicas y refinar la microestructura, el agregado de Ti como elemento refinador de grano tiene como desventaja la reducción de la ductilidad del material, y la energía de impacto absorbida [20]. Esta disminución en la ductilidad se origina por la presencia de las partículas de TiN-C, las cuales al formarse a elevadas temperaturas en el líquido coalescen, tal como se observa en la figura 4.1, adquiriendo mayor tamaño y actuando así como sitios de nucleación de fisuras [20, 21, 22].

#### **4.3.1 Efecto del agregado de Ti en las fases presentes en la microestructura y propiedades mecánicas de aceros hipoeutectoides.**

Cabe destacar que otro de los efectos del Titanio en los aceros hipoeutectoides es la disminución de la cantidad de perlita con respecto a la ferrita, debido a que los precipitados que forma promueven la nucleación de ferrita proeutectoide dentro de los granos de austenita [14]. Esto se puede visualizar en el trabajo realizado por los autores Hoda S. y colaboradores, en el cual se analizó la cantidad de perlita presente en la microestructura en aceros de medio contenido de carbono, modificando el contenido de Ti desde 0 a 0.23% en peso [15].

De los resultados que se obtuvieron, se puede observar claramente que el tamaño de grano disminuye a medida que aumento el contenido de Ti, atribuido a la presencia de carburos y nitruros obstruyendo el crecimiento de grano, como se mencionó anteriormente. Además, se demostró que la relación de ferrita/perlita se incrementó de manera importante al incrementar la cantidad de Ti en el acero para una misma temperatura de forja. Esto se atribuye a que la formación de carburos de Ti, disminuyen la cantidad de carbono libre para la formación de perlita, llevando así a aceros con mayores porcentajes de ferrita.

En la figura 4.6 se observa como a medida que aumenta el contenido de Ti, la cantidad de ferrita en la microestructura aumenta y su tamaño de grano disminuye. La disminución en el tamaño de grano se debe a que al disminuir el tamaño de grano austenítico, se generan más límites de grano por lo que finalmente el tamaño de grano ferrítico disminuye.

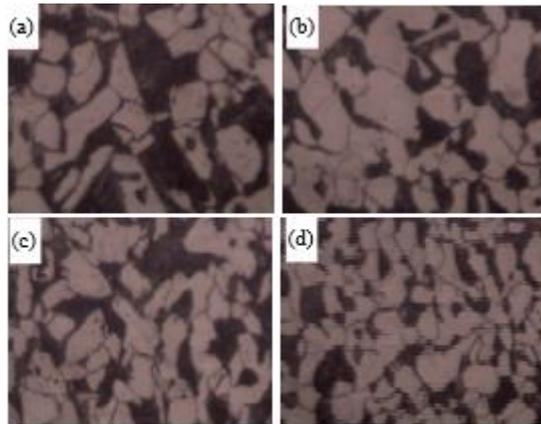


Figura 4.6 microestructura de aceros forjados a una temperatura de 900°C. ((a) Acero de referencia 0.0015 Ti%, (b) 0.0485%Ti, (c) 0.0997%Ti, (d) 0.230%Ti) —X400 [14].

En la tabla 4.3 se observa que al aumentar el porcentaje de titanio de un 0.015 a un 0.23% manteniendo fijo el valor de temperatura de forja, el aumento en el contenido de ferrita se incrementa de 68.28% a 78.21%, es decir un aumento de así el 10 % en la cantidad de ferrita con el aumento del contenido de Ti actuando como refinador de grano.

Tipo	Ferrita(%) para temperatura(°C)		
	900	975	1050
Ti 0	68,28	65,02	63,13
Ti 1	69,46	70,94	69,12
Ti 2	73,53	71,78	70,01
Ti 3	78,21	76,95	75,12

Tabla 4.3 Porcentaje de ferrita en función de la temperatura de forja y porcentaje de Ti [15].

El aumento progresivo del porcentaje de ferrita en la microestructura lleva consigo variaciones en las propiedades mecánicas del acero. Es ampliamente conocido y reportado en la literatura que el aumento del contenido de perlita en la microestructura es proporcional al aumento en la dureza [27]. Opuesto a esto es que cuando hay un aumento en el porcentaje de ferrita en la microestructura, se ve una notable disminución en la dureza, en consecuencia esto lleva a que haya un aumento en la elongación y en la ductilidad debido a que la ferrita es una fase de elevada ductilidad y elongación a la rotura [15,27].

En el trabajo de Faramawy [15] se realizaron ensayos de tracción a aceros de 0.27% de C con Ti como aleante. El mismo se añadió en concentraciones de 0.0015, 0.0485, 0.1 y 0.23% en peso. Las probetas de tracción sufrieron un proceso de doble templado.

Los resultados mostraron que la dureza incrementa al incrementar la cantidad de Ti para cada una de las muestras. Esto se observa en la figura 4.7, donde Faramawy graficó valores de dureza en función del contenido de Ti.

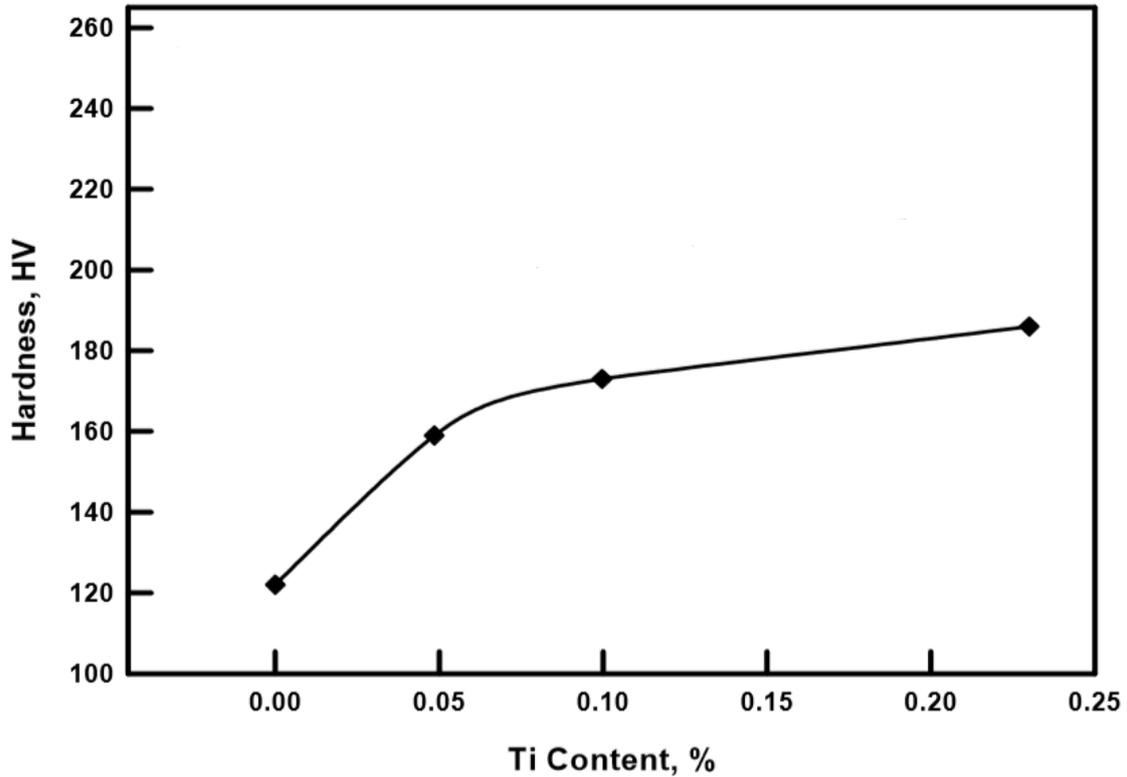


Figura 4.7. Variación de la dureza en función del porcentaje de Ti.

A su vez, el contenido de Ti tiene una gran influencia en las propiedades mecánicas a la tracción del acero, donde se notó que la tensión de fluencia y la tensión de rotura incrementan con el contenido de Ti, pero la elongación es inversamente proporcional a la misma. Esto se puede observar con claridad en la figura 4.8, donde se muestra la deformación porcentual, la tensión de fluencia y la tensión de Ruptura (MPa) en función del contenido de Ti. Esto pareciera indicar que el Ti actúa fragilizando la microestructura, disminuyendo la elongación.

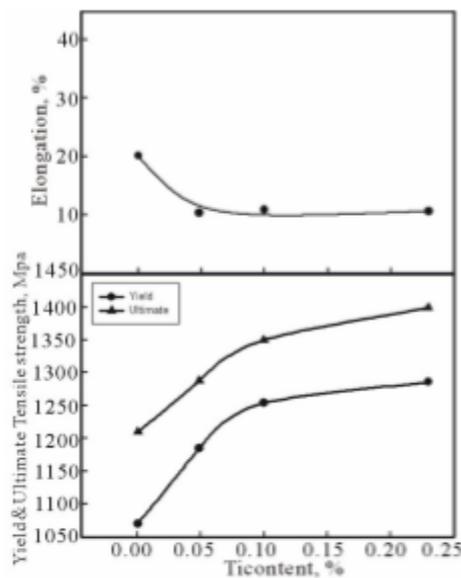


Figura 4.8. Variación de la Tensión de fluencia, de rotura y elongación en función del porcentaje de Ti



#### **4.4 Efecto del Ti en la microestructura y propiedades mecánicas.**

En base a lo explicado a lo largo del capítulo 4, se concluye que el agregado de Ti como inoculante produce refinamiento de grano, siempre y cuando se encuentre entre 0.13% y 0.2%. Por otro lado, uno de los efectos que tiene el Ti como refinador es la reducción de la elongación a la ruptura. A su vez, el Ti como inoculante aumenta la tensión a la ruptura y de fluencia, aumentando también la dureza.



## 5. Tareas Realizadas por la empresa

En función de los estudios propuestos en la introducción del presente trabajo, la empresa realizó una colada de Acero 60K aleada según lo recomendado por la DMI. Es importante aclarar en este punto que la empresa para realizar los estudios sobre los carretes produce por colada una pieza denominada en el presente trabajo “Bloque de Estudio”, la cual se utiliza para obtener las muestras y probetas necesarias para analizar las microestructuras y propiedades mecánicas correspondientes al carretel. Este “Bloque de Estudio” representa condiciones de enfriamiento y solidificación similares a las del carretel, y el motivo de su utilización es principalmente económico: la producción y seccionamiento del Bloque de Estudio es menos costo en términos de dinero y de laboriosidad que la destrucción de carretes. En la Figura 5.1 se muestran los planos de las piezas coladas: Keel Block y Bloques de Estudio, mientras que en la Figura 5.2 se detallan las zonas de extracción de las muestras para análisis microestructural y de propiedades mecánicas.

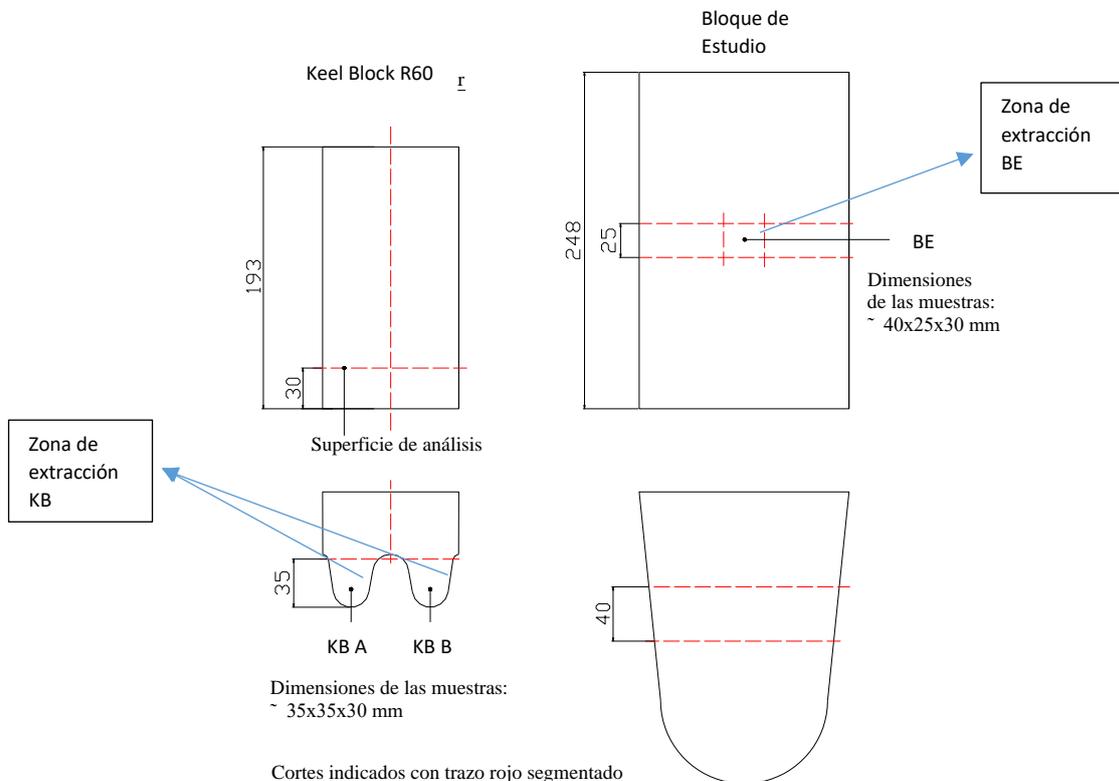
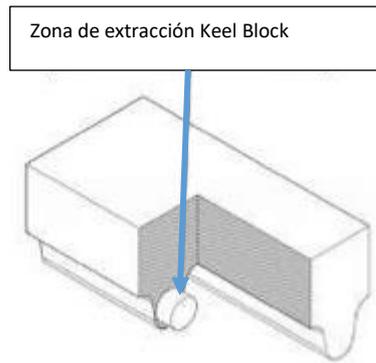
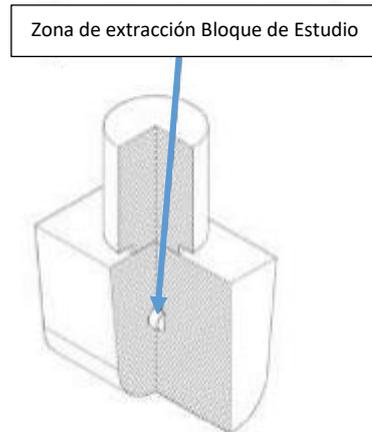


Figura 5.1: Planos del Keel Block y Bloque de Estudio.



F

Figura 5.2A Zona de extracción de muestras



F

Figura 5.2B Zona de extracción de muestras

Figura 5.2: Zona de extracción de probetas para los Keel Block y para Bloques de Estudio.

Para cada nivel de elemento refinador establecido, se colaron Keel Block y Bloques de Estudio utilizando acero 60K. El material fue colado en hornos de microfusión de capacidad 80 Kg. El método de carga de horno, desoxidación y fusión fue el mismo en todos los casos y habitual en el proceso de fabricación para la aleación "60K". El Ti se adicionó en la cuchara como FeTi molido malla 50 (0,297 mm) con una ley de Ti de 70,88%. En la Tabla 5.1 se reporta la composición química del material colado. La Figura 5.3 muestra las piezas coladas.



Colada [Nº]	Piezas [Nº]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	Al [%]	Cu [%]	Ti [%]
MWM 1311A	1 KB	0.27	0.67	1.09	0.017	0.002	0.07	0.11	0.002	0.035	0.010	0.000
MWM 1311B	5 BE	0.26	0.71	1.20	0.016	0.002	0.04	0.10	0.001	0.035	0.010	0.001
MWM 2011	4 BE	0.27	0.68	1.12	0.013	0.002	0.02	0.10	0.002	0.048	0.013	0.200
MWM 0412A	1 KB	0.24	0.73	1.08	0.012	0.002	0.02	0.09	0.002	0.043	0.012	0.137
MWM 0412B	1 KB	0.27	0.69	1.18	0.014	0.003	0.02	0.09	0.003	0.043	0.012	0.204
MWM 0412C	3 BE	0.26	0.70	1.08	0.021	0.002	0.02	0.09	0.002	0.042	0.012	0.130

\*Nota: no fue realizado ya que es repetido según el valor de titanio deseado.

Tabla 5.1: Composición química de las coladas realizadas



Figura 5.3: Total de piezas fundidas en almacenes de modelos.

Una vez colado el material fue seccionado para obtener las muestras necesarias para realizar los estudios planteados. La Figura 5.4 muestra el lote de probetas enviadas por la empresa a la División Metalurgia para realizar la caracterización macro y microestructural. El lote contempla muestras obtenidas de los Keel Block y de los Bloques de Estudio. Las muestras fueron identificadas con letras, desde la A hasta la L para Keel Block y utilizando la nomenclatura



BE1, BE2; etc. para el caso de los Bloques de Estudio. En la Tabla 5.2 se detalla la nomenclatura de cada muestra.



Figura 5.4: Lote de muestras entregado por la empresa para realizar la caracterización macro y microestructural.

Muestra	Tipo	Ti	Estado M.
A	KB	0,00	As Cast
B	KB	0	As Cast
E	KB	0,13	As Cast
F	KB	0,13	As Cast
I	KB	0,2	As Cast
K	KB	0,2	As Cast
BE1	BE	0	As Cast
BE3	BE	0,13	As Cast
BE4	BE	0,2	As Cast
C	KB	0	Norm.
D	KB	0	Norm.
G	KB	0,13	Norm.
H	KB	0,13	Norm.
J	KB	0,2	Norm.
L	KB	0,2	Norm.

Tabla 5.2: Nomenclatura de las muestras entregadas, mostrando composición química y estado metalúrgico.

### **5.1 Estados metalúrgicos evaluados**

Como fue mencionado en los objetivos, en el presente trabajo se analizó la influencia del contenido de Ti en acero 60K para 2 estados metalúrgicos distintos: as cast y normalizado.

Las microestructuras en estado as cast fueron evaluadas a partir de muestras obtenidas de Bloques de Estudio y Keel Block luego de que fueran colados. Para evaluar el estado



normalizado, solamente los Keel Block fueron sometidos a un el tratamiento térmico de normalizado, el cual fue realizado en el horno de planta de la empresa. La austenización se realizó a 900°C, seguida con un enfriamiento forzado con ventiladores directo sobre las piezas. Luego, las mismas fueron seccionadas para obtener las muestras a caracterizar. Por otro lado, para los estados metalúrgicos mencionados anteriormente y para los distintos tenores de Ti analizados, se enviaron tres probetas para cada situación, con la finalidad de caracterizar las propiedades mecánicas mediante ensayos de tracción.



## **6. Caracterización macroestructural**

### **6.1 Introducción y objetivos**

En la literatura es ampliamente conocido que las propiedades mecánicas de los aceros están íntimamente relacionadas con su microestructura, la cual a su vez se encuentra influenciada por la estructura de solidificación. [28, 29].

Dentro de la estructura de solidificación, las zonas últimas en solidificar son de gran importancia, ya que en las mismas se ven atrapados defectos de colada, tales como inclusiones, poros, microrechupes, etc. Estos defectos son lugares propensos a que se generen fallas en las piezas al momento de ser solicitadas mecánicamente. Junto con los defectos antes mencionados, las zonas últimas a solidificar difieren en los contenidos de aleación debido al fenómeno de segregación [5, 6, 7]. Por lo tanto es posible asegurar que el estudio de la estructura de solidificación es de gran importancia ya que la misma impacta en las propiedades mecánicas finales de las piezas coladas.

Debido a esto se decidió realizar un análisis de la macroestructura de solidificación para los aceros con distintos tenores de Ti, a partir de muestras obtenidas de los Keel Block y de los Bloques de Estudio. El objetivo principal del capítulo es el de determinar y cuantificar el grado de refinamiento de la macroestructura de solidificación en función del contenido de Ti en el acero y del tamaño de pieza colada (muestras obtenidas de Keel Block y de Bloques de Estudio).

### **6.2 Procedimiento experimental**

Como se mencionó en la introducción, para evitar la destrucción de carretes, las probetas “representativas” de éste fueron extraídas de los Bloques de Estudio (BE). Por lo tanto, el análisis se realizó sobre muestras obtenidas de estos bloques y de los Keel Block (KB).

#### **6.2.1 Descripción de las muestras**

Las muestras seleccionadas para realizar la caracterización macroestructural fueron las muestras A (0%Ti), E (0.13%Ti), I (0.2%Ti) y BE1 (0%Ti), BE3 (0.13%Ti), BE4 (0.2%Ti) para Keel Block y Bloques de Estudio, respectivamente. La primera tarea experimental sobre las muestras enviadas fue realizar el seccionamiento mediante una sierra refrigerada, a una distancia de 1cm de la cara marcada por la empresa para su caracterización. En la figura 6.1 se puede observar la muestra B, perteneciente a los Keel Block, antes y después del seccionamiento.



Figura 6.1: muestra B antes (izquierda) y después (derecha) del corte con la sierra refrigerada.

Debido a la simetría que presenta la superficie a caracterizar de las muestras de KB, las muestras obtenidas luego del corte fueron seccionadas nuevamente para definir el área de análisis metalográfico. Las muestras fueron seccionadas a la mitad de ambas direcciones, realizando el corte con un disco de corte metalográfico refrigerado por agua. En la figura 6.2 se muestran, a modo de ejemplo, las secciones obtenidas para la realización de la caracterización macroestructural de las muestras E, D, respectivamente.



Figura 6.2: muestras E (izquierda), D (derecha) utilizadas para realizar la caracterización macroestructural de los Keel Block.

Para el caso de las muestras obtenidas de los Bloques de Estudio se aprovechó de igual manera la simetría de las mismas realizándose cortes en las esquinas de los bloques de estudio. En la figura 6.3 se observan las secciones obtenidas para el Bloque de Estudio 4.

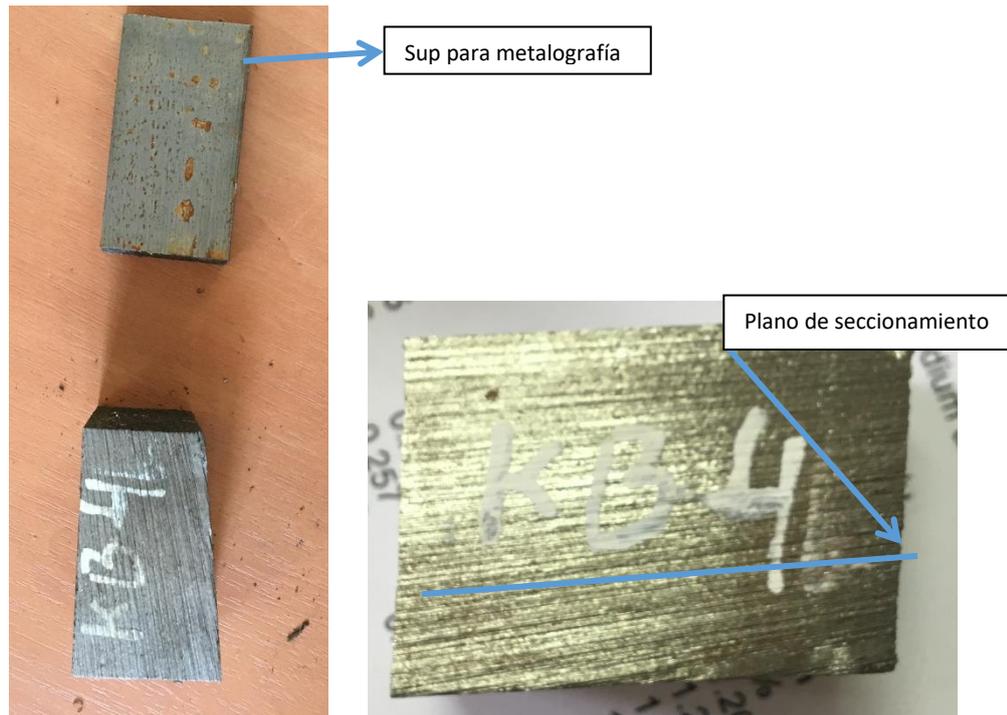


Figura 6.3: muestras utilizadas para realizar la caracterización macroestructural de los Bloques de Estudio.

La caracterización macroestructural se realizó utilizando un microscopio Olympus, siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E112 [30]. Se siguieron técnicas de desbaste y pulido convencionales, utilizando para el desbaste lija al agua de diferentes tamaños de grano, desde grano 80 hasta grado 1000 y para el pulido se utilizó paño con alúmina de  $0.5\mu\text{m}$ .

Finalmente, para relevar la estructura de solidificación se utilizó reactivo color, el ataque color consiste en la aplicación de un reactivo especial a las superficies ya pulidas con el objetivo de revelar el patrón de segregación generado durante la solidificación. El reactivo consiste de 10 g de NaOH, 40 g de KOH, 10 g de ácido pícrico y 50 ml de agua destilada. El mismo debe aplicarse mientras hierve y con especial cuidado, ya que es tóxico. Su uso requiere una experiencia considerable, particularmente al seleccionar el tiempo de ataque de acuerdo con la composición química de la aleación. El ataque produce la deposición de películas de óxido delgadas (aproximadamente  $0,04$  y  $0,5\mu\text{m}$ ) sobre la superficie de la muestra. El espesor de las películas depende de la concentración de Si y debido al fenómeno de interferencia de luz, diferentes espesores producen diferentes colores, lo que permite la identificación del patrón de segregación de Si. Esta técnica se usa comúnmente en hierro fundido para revelar la zona última en solidificar (LFT) y la primera en solidificar (FTF) [31]. Las zonas de donde se realizó la caracterización macroestructural se observan en la figura 6.4.

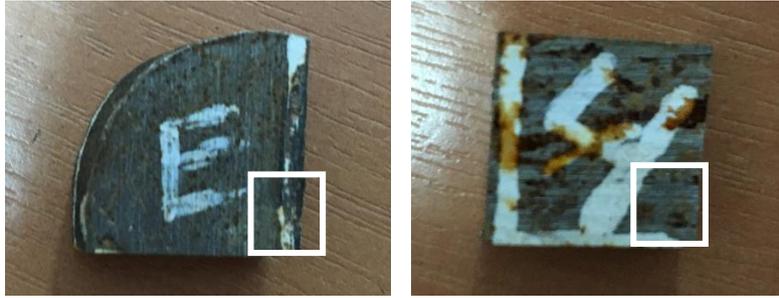


Figura 6.4: Zona de análisis para la caracterización de la macroestructura de solidificación para los KB (izquierda) y los BE (derecha)

## 6.3 Resultados

### 6.3.1 Keel Block

En primer lugar, el ataque con reactivo color fue realizado sobre muestras de Keel Block en estado as cast. La figura 6.5 A, B y C muestran una imagen generada a partir de la unión de varias metalografías de las muestras A (0% Ti), E (0.13% Ti) e I (0.2% Ti) respectivamente, obtenidas con el microscopio óptico, utilizando reactivo color como agente de ataque químico. Los campos de análisis fueron la zona central de los lomos de los Keel Block tal como se mostró en la figura 6.4. Dicha zona es la cual tiene la menor velocidad de enfriamiento, por lo que la segregación se supone mayor y el ataque con este reactivo es más visible.

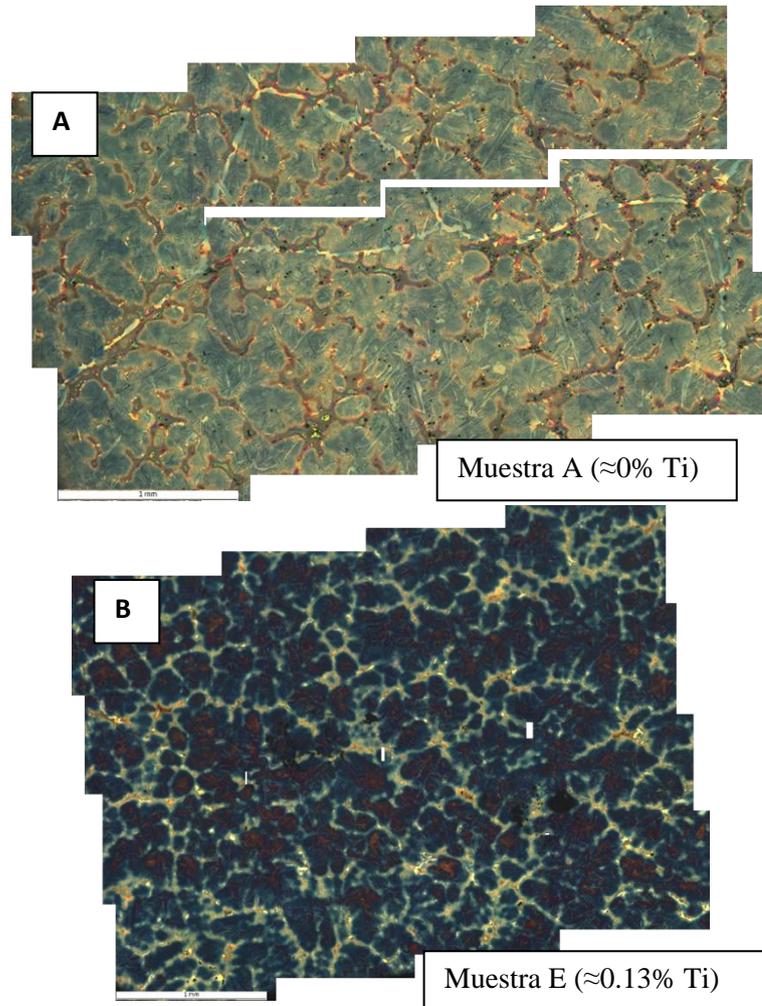
En la figura 6.5 A se observa la micrografía de la muestra A (0% Ti) luego del ataque químico, la misma revela un color verde claro para las zonas dendríticas (correspondientes a dendritas que durante la solidificación fueron de ferrita delta) y un color ocre para las regiones interdendríticas. En la figura 6.5 B se observa la micrografía para la muestra E (0.13% Ti) la misma presenta un color azul para la región dendrítica y celeste para la región interdendrítica. Si se comparan ambas figuras, se puede observar que las regiones interdendríticas de la muestra E son más pequeñas y están más uniformemente distribuidas con respecto a las regiones de la muestra A. Esto permite inferir que hay un mayor número de dendritas en la muestra E y que estas son más pequeñas.

Esta observación permite concluir en primera instancia que el agregado de Ti en cantidades de aproximadamente 0.13% ha logrado producir un refinamiento de la estructura de solidificación del acero 60-K bajo estudio, resultados que concuerdan con los reportados en la literatura [12 ,13 ,14 ,15 ,21]. La adición de Ti genera que a elevadas temperaturas se formen partículas de Ti-C, N, las cuales actúan como centros de nucleación heterogénea de la fase primaria de solidificación, en este caso, dendritas de ferrita delta.

La figura 6.5 C muestra la micrografía para la muestra I (0.2% Ti) luego del ataque químico, el mismo revela una zona dendrítica de color rojiza y una zona interdendrítica azulada. Al comparar la muestra I (0.2% Ti) con respecto a la muestra E (0.13% Ti) se observa que las zonas interdendríticas presentar un mayor tamaño y se encuentran menos dispersas, lo cual refleja un nuevo engrosamiento de la estructura de solidificación. Este fenómeno ya ha sido reportado en la literatura [12] y está relacionado con que un exceso en la cantidad de elemento refinador agregado al acero (en este caso Ti) promueve la coalescencia de las partículas de Ti-(C, N) (que actúan como agente de nucleación heterogénea), disminuyendo de esta manera su poder refinador.



Por lo tanto, de la observación de la macroestructura de solidificación de los Keel Block se puede concluir que para los 2 tenores de Ti agregados al acero bajo estudio, un 0.13% aproximadamente produce el mayor refinamiento de la estructura. Esto es una mejora considerable teniendo en cuenta que, en los resultados obtenidos en el proyecto final de Joaquín Zarate [1], la macroestructura de solidificación no presentó variaciones para un 0.05% de Ti. Esto se corresponde con lo visto en la revisión bibliográfica, que la refinación de estructura de grano comienza por encima de un valor umbral de Ti.



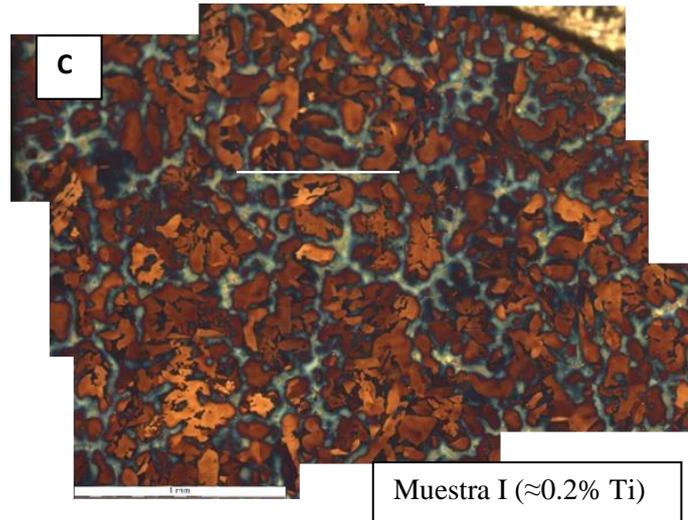


Figura 6.5: Estructura de solidificación de los Keel Block revelada por medio de ataque color.

### 6.3.2 Bloque de Estudio

La figura 6.6, 6.7 Y 6.8 muestran imágenes generadas a partir de la unión de varias metalografías de las muestras BE1 (0% Ti), BE3 (0.13% Ti) y BE4 (0.2% Ti), luego del ataque químico con reactivo color respectivamente. Estas micrografías fueron obtenidas de los campos de análisis mostrados en la figura 6.4.

En la figura 6.6 se observa la metalografía para la muestra BE1 (0% Ti), la misma presenta un color ocre para las zonas dendríticas y un color azul oscuro para las regiones interdendríticas.

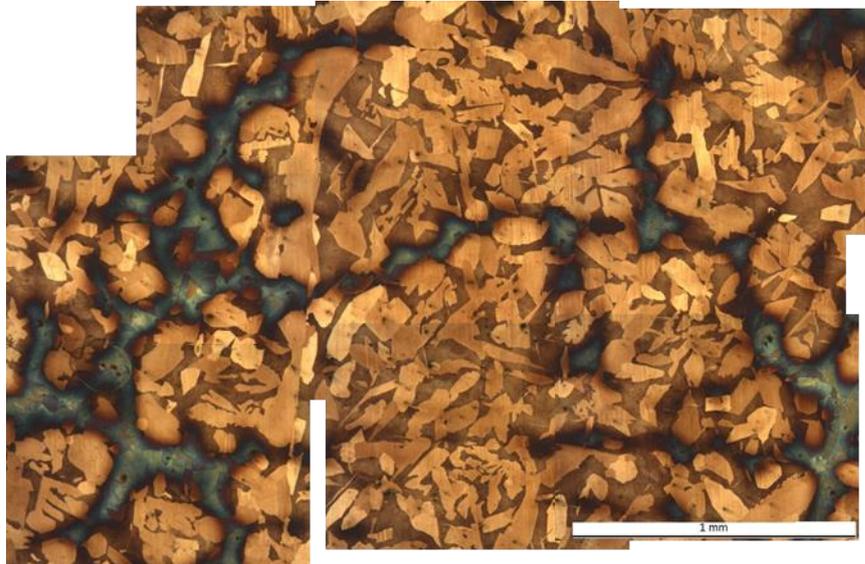


Figura 6.6: Estructura de solidificación de BE1 revelada por medio de ataque color.

En la figura 6.7 se observa la metalografía para la muestra BE3 (0.13% Ti) presenta un color azul oscuro para las zonas dendríticas y un color marrón para las regiones interdendríticas. Si comparamos ambas figuras, se puede observar que las regiones interdendríticas de la muestra BE3 son más pequeñas y están más uniformemente distribuidas, con respecto a las regiones de la muestra BE1. Esto permite inferir que hay un mayor número de dendritas en la muestra BE3,



y que estas son más pequeñas. Lo mismo sucede en el caso de los Keel Block, permitiendo concluir que el agregado de Ti en cantidades de aproximadamente 0.13% ha logrado producir un refinamiento de la estructura de solidificación del acero 60K bajo estudio.

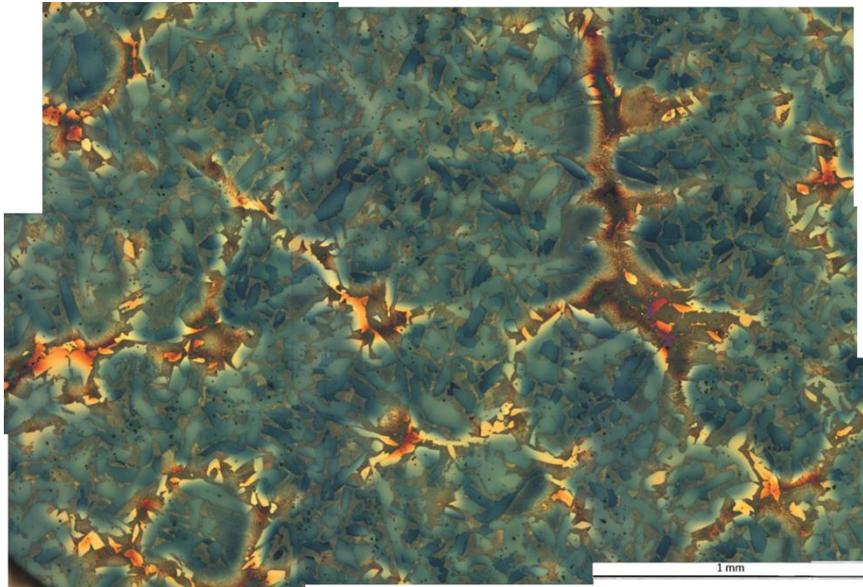


Figura 6.7: Estructura de solidificación de BE3 revelada por medio de ataque color.

En la figura 6.8 se observa que la metalografía para la muestra BE4 (0.2% Ti) presenta un color azul oscuro para las regiones dendríticas y un color marrón para las regiones interdendríticas. Al comparar la muestra BE4 (0.2% Ti) con respecto a la muestra BE3 (0.13% Ti) se observa que las zonas interdendríticas son mayores para BE4. Esto refleja que el aumento en el contenido de Ti hace que se pierda el refinamiento en la macroestructura de solidificación. Esto es análogo con lo que ocurre al aumentar el contenido de Ti en los KB.

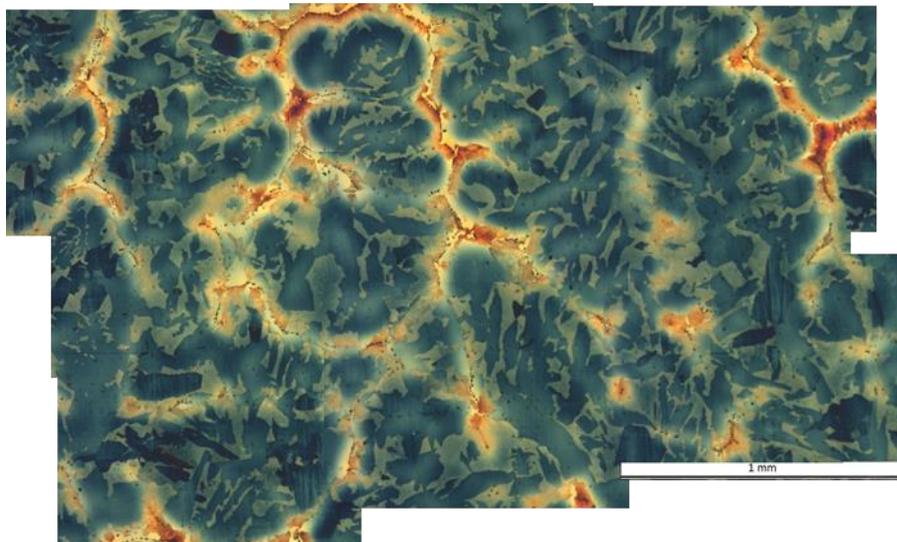


Figura 6.8 : Metalografías 5x con ataque color de la muestra BE4.



Por lo tanto, del análisis de la macroestructura de solidificación, se puede concluir que un aumento en el contenido de Ti produce refinación.

### **6.3.3 Comparación entre Keel Block y Bloques de estudio**

Una vez definida la macroestructura de solidificación de ambas piezas (KB y BE) se realizó un análisis comparativo entre ellas. En la figura 6.9 se pueden observar las estructuras de solidificación del Keel Block y del Bloque de Estudio, para un porcentaje de Titanio 0.13% reveladas mediante ataque color. En el caso de la figura A correspondiente a la muestra de Keel Block, el color celeste corresponde a las zonas dendríticas y el azul oscuro a las zonas interdendríticas. Para la figura B correspondiente a la muestra de Bloque de Estudio, las zonas marrones corresponden a las dendritas de la fase primaria, mientras que las zonas azuladas corresponden a las zonas interdendríticas. Se observa para la figura 6.9 A una mayor dispersión de zonas interdendríticas que para la figura B. A su vez las zonas interdendríticas de la figura A resultan menores que las de la figura B. Estas características se ven justificadas debido a que el KB posee una velocidad de solidificación mayor que el BE debido a su menor espesor de pieza, lo cual implica un mayor refinamiento a nivel macroestructural.

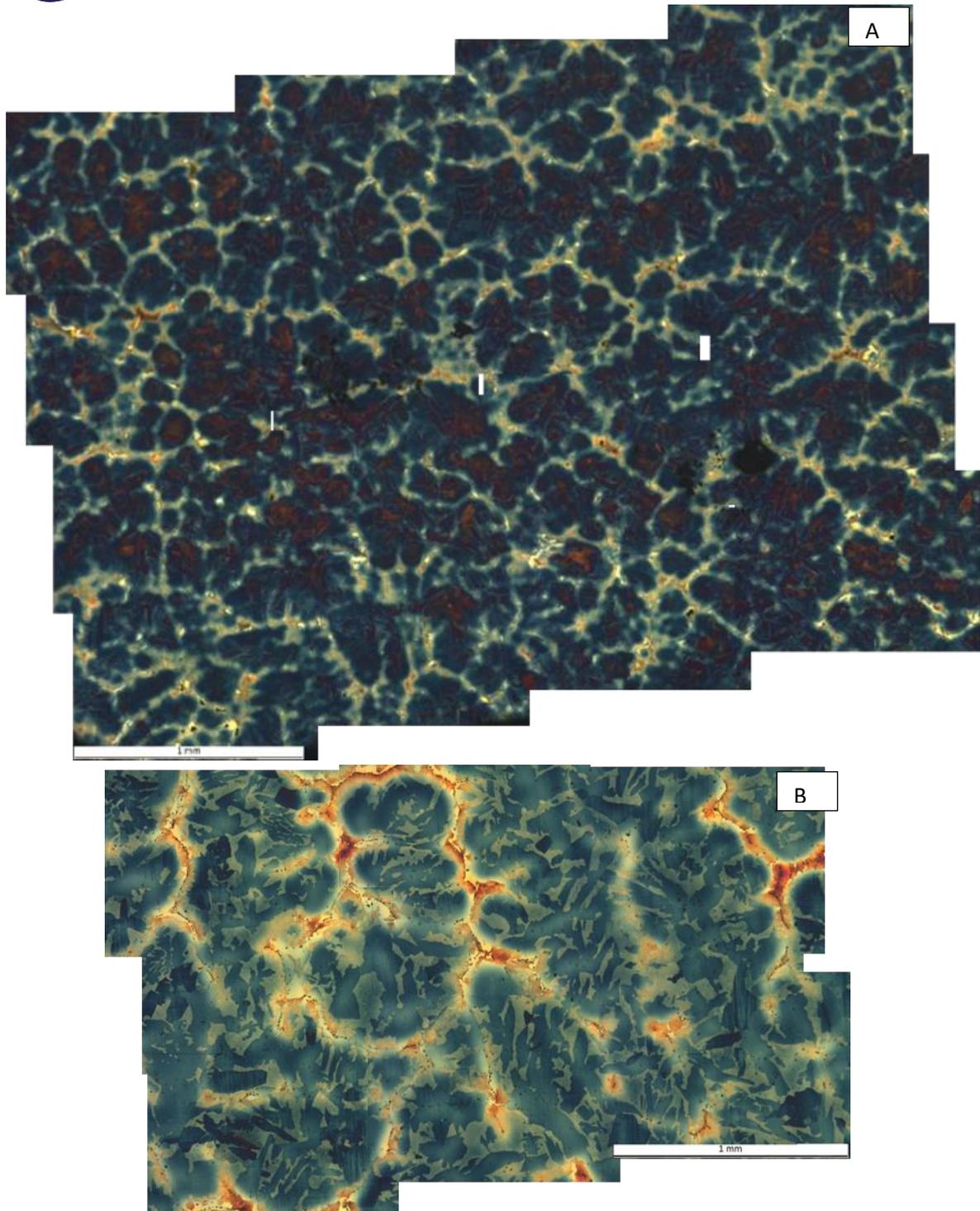


Figura 6.9 Macroestructuras de solidificación para 0.13% Ti. La figura A corresponde al Keel Block y la figura B del Bloque de Estudio.

#### 6.4 Conclusiones



Los resultados de la caracterización macroestructural de las muestras analizadas permitieron concluir que existe una marcada diferencia en el tamaño de la estructura de solidificación cuando se comparan los distintos porcentajes de Titanio (0%,0.13% y 0.2%) tanto para las muestras obtenidas de los Bloques de Estudio como para las muestras de Keel Block. Se pudo observar en los dos tipos de muestras que al aumentar el porcentaje de Titanio desde el 0% al 0.13% la estructura de solidificación resultante se vuelve más dispersa y refinada. Esto indica una mayor cantidad de dendritas para un mismo volumen de probeta lo cual implica que las mismas están sufriendo una reducción en su tamaño lo cual se correlaciona directamente con una disminución en el tamaño de grano de origen. A su vez, se observó que al aumentar el porcentaje de titanio en la composición química del acero a valores cercanos a 0.2%, se observa que la estructura de solidificación se vuelve más gruesa en comparación a una cantidad intermedia de titanio. Sin embargo, esta macroestructura de solidificación es más refinada que en el caso sin Titanio, tanto para los KB como para los BE. Por otro lado, se pudo evidenciar una marcada diferencia en la macroestructura de solidificación comparando los Keel Block y los Bloques de Estudio, mostrando los Keel Block un menor tamaño de grano producto de su mayor velocidad de solidificación originada por su menor tamaño de pieza. Por lo tanto podemos concluir que para el acero bajo estudio:

1. La macroestructura de solidificación de los Keel Block posee un grado de refinamiento mayor que los Bloques de Estudio debido a diferencias en la velocidad de enfriamiento.
2. Contenidos de aproximadamente 0.13% de Titanio producen un refinamiento en la estructura de solidificación, disminuyendo de esta manera el tamaño de grano. Esto se observó tanto para muestras obtenidas de Keel Block como de Bloque de Estudio.
3. Para contenidos de Titanio próximos a 0.2%, el tamaño de grano vuelve a crecer, pero a un tamaño menor que para el acero que no posee adición de titanio.



## **7. Estudio de las microestructuras presentes en Bloques de Estudio y Keel Block**

### **7.1 Introducción y objetivos**

La caracterización microestructural es de suma importancia en el área metalúrgica ya que la misma permite observar las fases presentes en la microestructura del acero, la cual es la causa directa de las propiedades del mismo, ya sean mecánicas o a la corrosión. Es por ello que en este capítulo se realiza un análisis microestructural de todas las variantes estudiadas en el presente trabajo. Particularmente se plantea como objetivo central de este capítulo analizar cómo se modifica la microestructura de las muestras analizadas con el contenido de Ti, tamaño de pieza y estado metalúrgico. Para ello, se plantean las siguientes tareas:

- Realizar una caracterización microestructural de las muestras obtenidas de Keel Block y de los Bloques de Estudio para el estado as cast y para el estado normalizado, definiendo diferencias y similitudes.
- Establecer el motivo de la posible discrepancia entre las microestructuras encontradas entre las piezas analizadas debidas a la diferencia en el contenido de titanio de las mismas.
- Analizar como varia el tamaño de grano austenítico con la variación en el porcentaje de titanio.

### **7.2 Procedimiento Experimental**

#### **7.2.1 Descripción de las muestras**

La caracterización microestructural se realizó sobre muestras de los Keel Block y de los Bloques de Estudio. En el caso de los KB, se tomaron micrografías en el centro y en la superficie de las muestras (como muestra la Fig. 7.1), mientras que para los Bloques de Estudio sólo se tomaron micrografías en el centro, debido a que la velocidad de enfriamiento de las muestras extraídas se consideró muy similar en todos los sitios.



Figura 7.1 Esquema representativo del centro y superficie para las muestras de Keel Block



## 7.2.2 Caracterización microestructural

Para caracterizar la microestructura de las muestras, en primer lugar se realizó un desbaste con lijas desde granulometría 80 hasta 1000. Luego, las muestras fueron pulidas utilizando un paño y suspensión de alúmina como agente de pulido. Una vez pulidas a espejo, las muestras se observaron al microscopio óptico para caracterizar el contenido inclusionario. Luego, las muestras fueron atacadas con reactivo Nital al 2%. El ataque con reactivo Nital permitió identificar las fases presentes en la microestructura.

## 7.2.3 Medición del tamaño de grano de la austenita primaria

Para complementar la caracterización microestructural, se determinó el tamaño de grano de austenita primaria. Dicha medición se realizó solo sobre las microestructuras en estado as cast para las muestras de Keel Block con 0% y 0.13% de Ti por el método de intercepción lineal, detallado en la norma ASTM E112 [30]. Para mayores porcentajes de Ti no es posible determinar el tamaño de grano austenítico. Por otro lado, la medición no se realizó sobre los Bloques de Estudio, debido a que en éstos el tamaño de grano era demasiado grande, abarcando tamaños mayores al campo de visión del microscopio.

El ataque permitió revelar la presencia de ferrita proeutectoide, la cual ha nucleado y crecido sobre los bordes de grano de la austenita previa. Con el objetivo de lograr abarcar varios bordes de grano con una sola línea, se tomaron 10 fotografías y luego se las ensambló para mostrar un mayor campo de la muestra, sobre la cual se realizó la medición. Las mediciones se realizaron en dirección perpendicular a los granos de la zona columnar. En la figura 7.2 se muestra, a modo de ejemplo, el campo analizado de la muestra E, el cual está marcado con un recuadro blanco.



Figura 7.2: Detalle de la zona donde fueron obtenidas las micrografías para determinación de tamaño de grano austenítico en Keel Block (muestra E 0.13% de Ti).



## 7.3 Resultados

### 7.3.1 Caracterización microestructural

#### 7.3.1.1 Estado as cast Keel Block

##### 7.3.1.1.1 Muestra A (sin adición de Ti)

Como se mostró en la Tabla 5.2 de la sección 5, la muestra identificada con la letra A corresponde a material Acero 60K sin agregado de Ti. La Figura 7.3 muestra dos metalografías sin ataque químico, correspondientes a la superficie y zona central de la muestra. Se pueden observar un elevado contenido inclusionario, principalmente de tipo óxido globular. Por otro lado, se observó la presencia de pequeños microrechupes de contracción, típicos de piezas coladas.

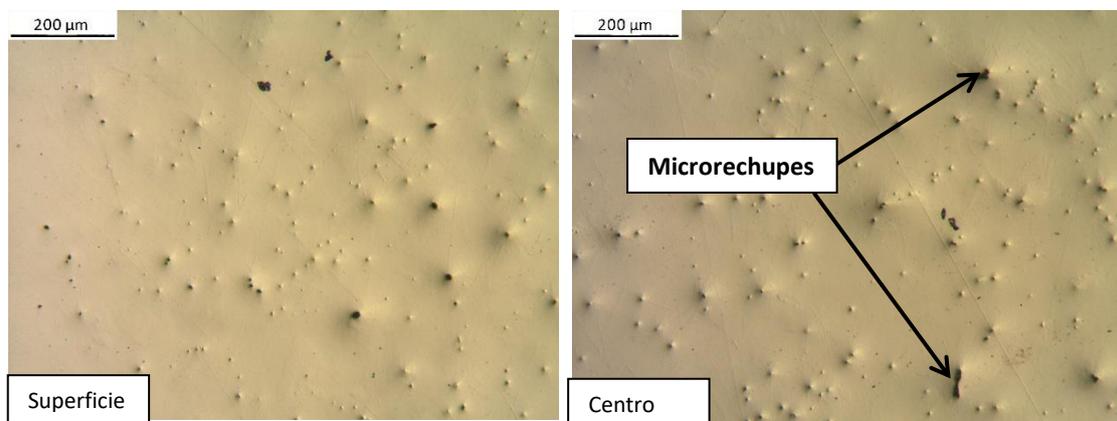


Figura 7.3: Micrografías de la muestra A sin ataque químico.

Las Figuras 7.4 y 7.5 muestran, a distintos aumentos, las metalografías de la muestra A en estado as cast, luego de su ataque químico con Nital 2%. En dichas metalografías se puede observar que la microestructura está formada por una matriz compuesta perlita con espaciado interlaminar muy fino como fase mayoritaria (zonas marrones), y ferrita (zonas blancas). La ferrita presenta morfologías variadas: por un lado se puede observar la presencia de ferrita que creció en forma de agujas, conocida como “ferrita Widmanstätten”. Esta ferrita nuclea y crece en los bordes de grano de la austenita. Por otro lado, se ha observado la presencia de ferrita acicular e idiomórfica, las cuales nuclean y crecen principalmente sobre inclusiones no-metálicas, dentro de los granos de austenita. La presencia de estas dos últimas clases de ferrita permiten inferir que el tamaño de grano de austenita a partir de la cual crece la ferrita es grande (tamaño de grano del orden de los milímetros).

Por otro lado, se pudo observar que en el centro de la probeta la cantidad de ferrita aumenta levemente. Esto se debe a una menor velocidad de enfriamiento de esta zona de la muestra, respecto de la superficie de la misma.

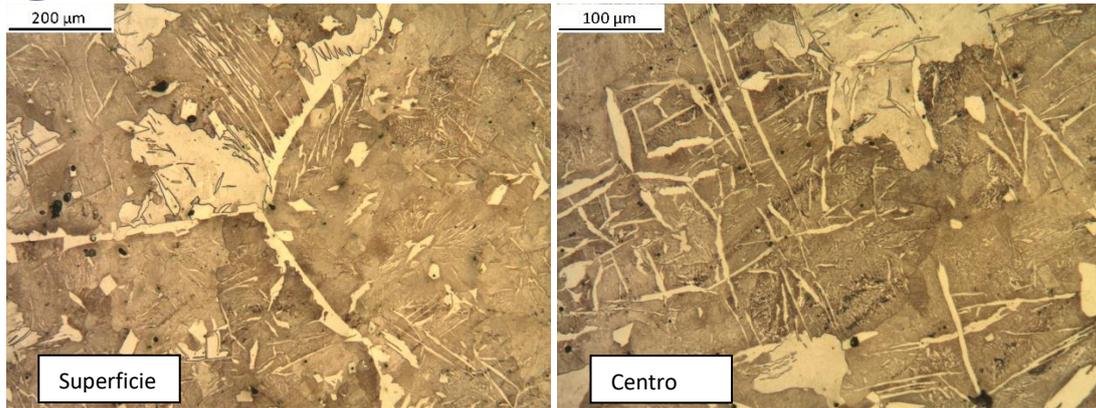


Figura 7.4: Micrografías de la muestra A en estado as cast a bajos aumentos (Nital 2%).

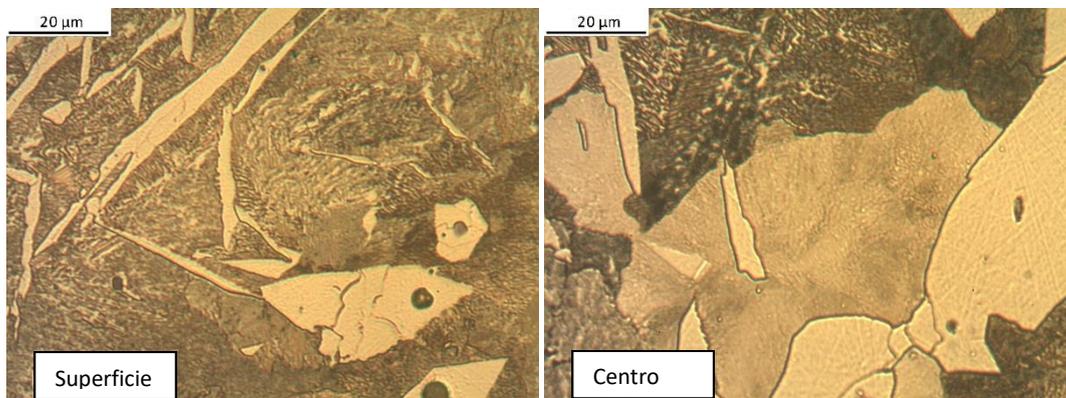


Figura 7.5: Detalle de la microestructura as cast encontrada en la muestra A (Nital 2%).

#### 7.3.1.1.2 Muestra E ( $\approx 0.13\%$ Ti)

La muestra identificada con la letra E corresponde a material Acero 60K con un agregado de Ti de 0.13%. La misma presentó un elevado contenido inclusionario, tal como se muestra en la Figura 7.6. Sin embargo en esta muestra se ha encontrado, como era de esperar, inclusiones de Ti (Ti, C-N), las cuales se caracterizan por su color anaranjado y por tener bordes rectos (Figura 7.7).

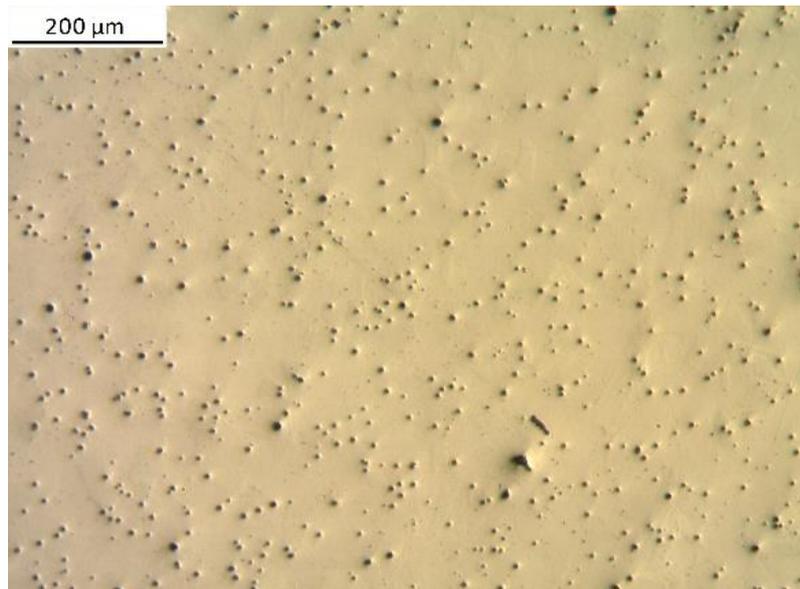


Figura 7.6: Micrografías de la muestra E sin ataque químico.

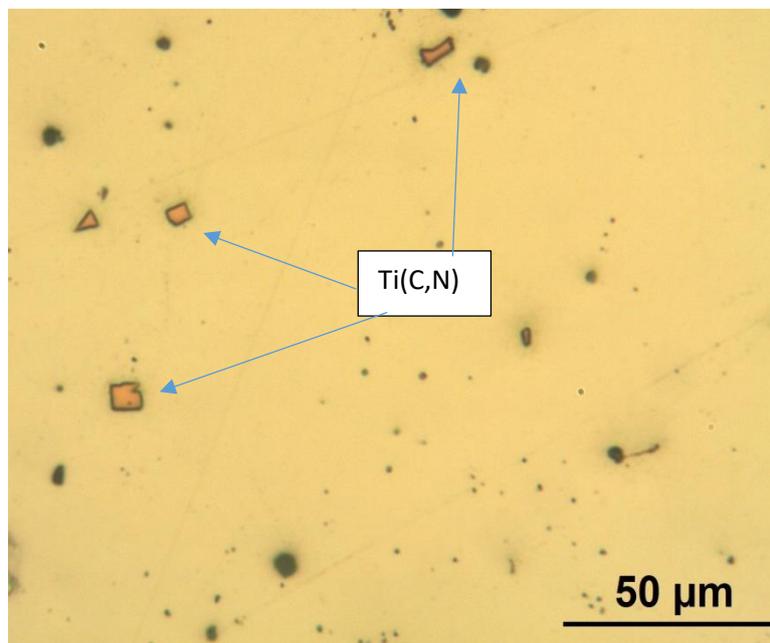


Figura 7.7: Muestra E: inclusiones de Ti (partículas naranjas) en forma de carburos/nitruros.

La Figura 7.8 muestra la microestructura encontrada para la muestra E en estado as cast. Se puede observar nuevamente una matriz compuesta por perlita y ferrita. Sin embargo, en este caso, la ferrita muestra morfología tipo idiomórfica y alotriomórfica; no se observó prácticamente la presencia de ferrita acicular ni Widmanstätten. Como era de esperar, la cantidad de ferrita nuevamente se incrementa desde la superficie hacia el centro de la probeta. Esto se debe a que, como se mencionó anteriormente, el centro posee una menor velocidad de enfriamiento que la superficie de la probeta.

Un punto importante a destacar es que al compararla con la muestra A, la muestra E mostró un leve incremento en la cantidad de ferrita, asociándose la aparición de ferrita a las inclusiones y precipitados de Ti. Esto se muestra en la figura 7.9. Estos resultados concuerdan



con los reportados en la literatura por distintos autores [12, 13, 14, 15, 22], donde se observa un incremento de ferrita cuando se agrega Ti a la composición química del acero. Esto se atribuye a que la presencia de inclusiones de Ti, disminuyen la cantidad de carbono libre y por ende genera un incremento en la relación ferrita/perlita.

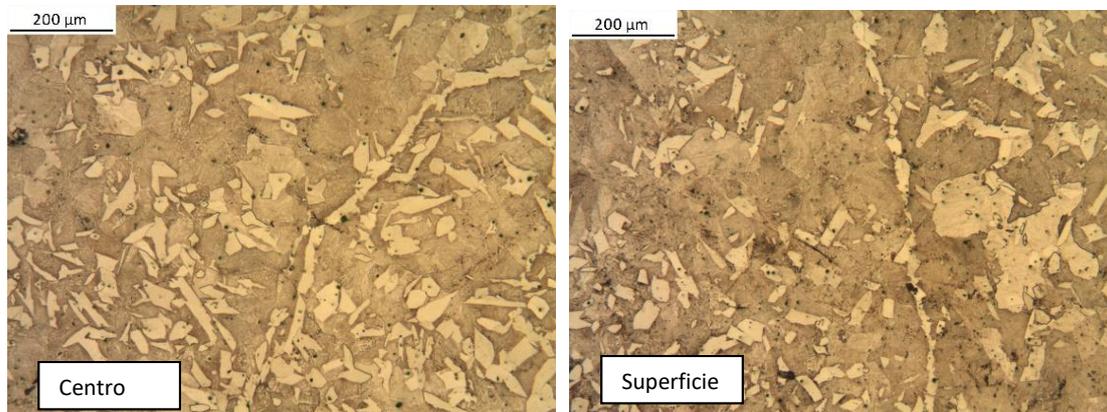


Figura 7.8: Micrografías de la muestra E en estado as cast a bajos aumentos (Nital 2%).

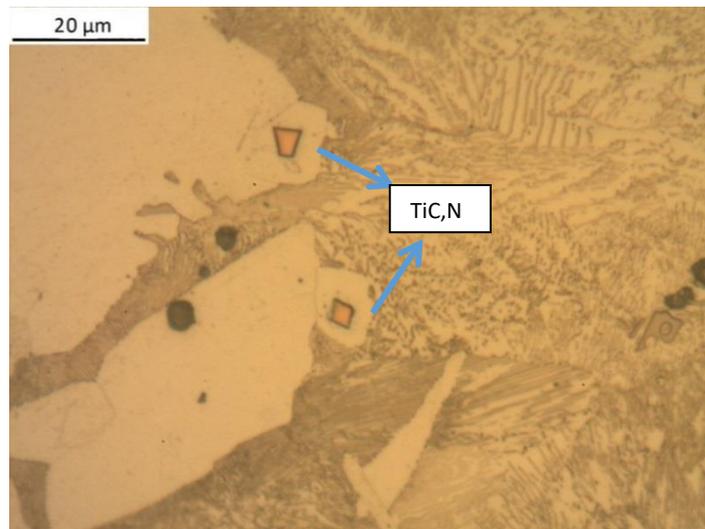


Figura 7.9: Muestra E: ferrita ubicada alrededor de inclusiones de Ti.

### 7.3.1.1.3 Muestra I ( $\approx 0.2\%$ Ti)

Para finalizar con el análisis microestructural de las muestras de Keel Block en estado as cast; en la muestra I se observó nuevamente un elevado contenido inclusionario, mostrando un mayor número de inclusiones de Ti y de mayor tamaño. Esto se atribuye al aumento en el porcentaje de Ti con respecto al caso anterior (muestra E). La Figura 7.10 muestra una metalografía de la Muestra I, sin ataque químico, donde se puede apreciar la dispersión de las inclusiones de Ti.

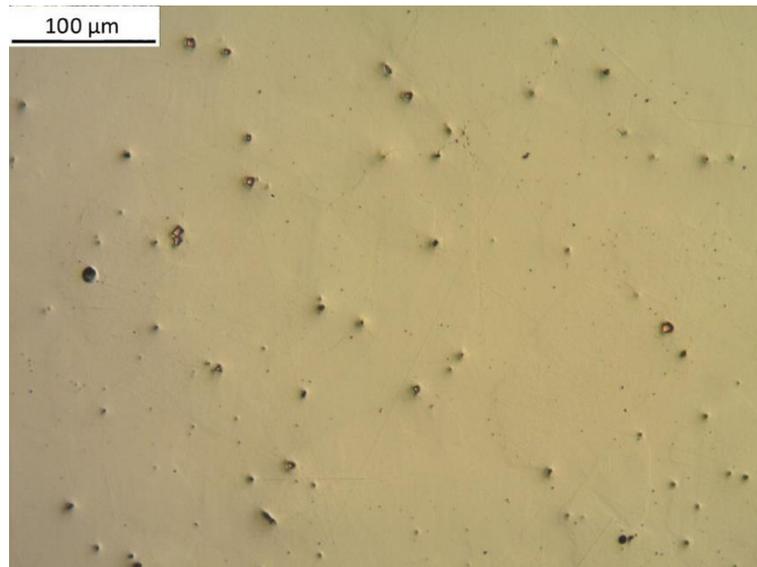


Figura 7.10: muestra I: metalografía sin ataque químico, mostrando dispersión de inclusiones de carburo/nitruro de Ti.

Una vez realizado el ataque químico, la microestructura en estado as cast mostró nuevamente una matriz compuesta por perlita y ferrita (Figura 7.11). En este caso, se observa una gran cantidad de ferrita, la mayor cantidad en comparación al resto de las muestras en estado as cast analizadas, tanto en la superficie como en el centro de la probeta. Claramente el Ti promueve la formación de ferrita.

Una característica a destacar es la desaparición de la ferrita con morfología Widmanstätten, acicular e idiomórfica que se observó en las muestras A y E. Para la muestra I toda la ferrita es alotrópica. Por otro lado, la cantidad de ferrita es tan elevada que aquella que ha precipitado en bordes de grano austenítico no se logra distinguir con claridad; es decir que la ferrita precipitada en el borde de grano austenítico se confunde con la precipitada en el bulk del grano, la cual crece alrededor de inclusiones no metálicas.

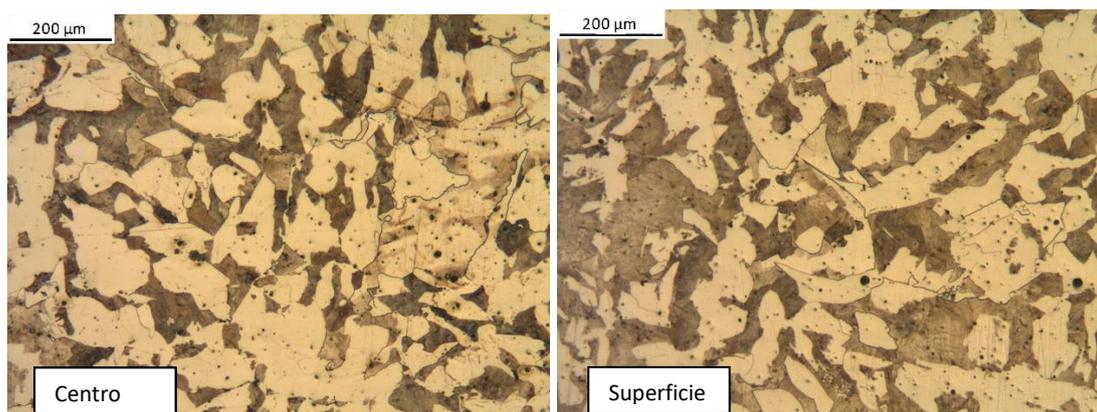


Figura 7.11: Microestructura as cast de la Muestra I, luego del ataque con Nital 2%.



### 7.3.1.2 Estado normalizado Keel Block

#### 7.3.1.2.1 Muestra D (sin adición de Ti)

La muestra D posee similar composición química a la muestra A, siendo la muestra D sometida a un tratamiento térmico de normalizado. La figura 7.12 muestra la microestructura observada en este caso. Se puede ver en primer lugar una microestructura ferrítico-perlítica al igual que en el caso de la muestra A pero con un grado de refinamiento de grano mayor. Esto es de esperarse, debido a que durante la etapa de austenizado del tratamiento térmico de normalizado se produce la recristalización de austenita, logrando un marcado refinamiento del tamaño de grano austenítico si se lo compara con el obtenido durante la solidificación. Por otro lado, esta microestructura presenta mayor cantidad de ferrita siendo la misma alotriomórfica; no observándose ferrita con morfología Widmanstätten, acicular o idiomórfica, como se observó en las muestra A. De manera similar a la muestra A, la perlita presente en la microestructura es de un espaciado interlaminar muy fino. La figura 7.13 muestra un detalle de la microestructura mencionada.

La diferencia en los resultados encontrados en la muestra D con respecto a la muestra A puede atribuirse a que debido al refinamiento de grano austenítico que se produce durante el tratamiento de normalizado, se genera una disminución de la templabilidad, promoviendo para una misma velocidad de enfriamiento, una mayor cantidad de ferrita en la microestructura con respecto a la muestra A.

En el diagrama 7.14 se observa lo antes mencionado, en esta figura se presentan dos ejes: tiempo y temperatura y se grafica la transformación en función de ambas variables; las líneas negras representan la transformación para un determinado tamaño de grano mientras que las líneas punteadas para un tamaño de grano más fino. Si se escoge una velocidad de enfriamiento fija (tal como la marcada con una línea azul), la cantidad de ferrita proeutectoide que crece es mayor para el menor tamaño de grano, esto se debe a que a menor tamaño de grano hay más puntos de nucleación para la ferrita proeutectoide y por ende la cantidad de ferrita aumenta.

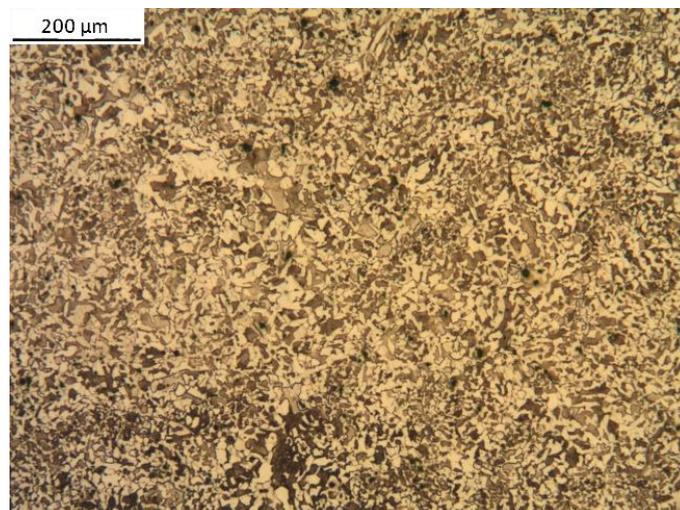




Figura 7.12: Microestructura de la muestra D (sin adición de Ti) en estado normalizado a bajos aumentos (Nital 2%).

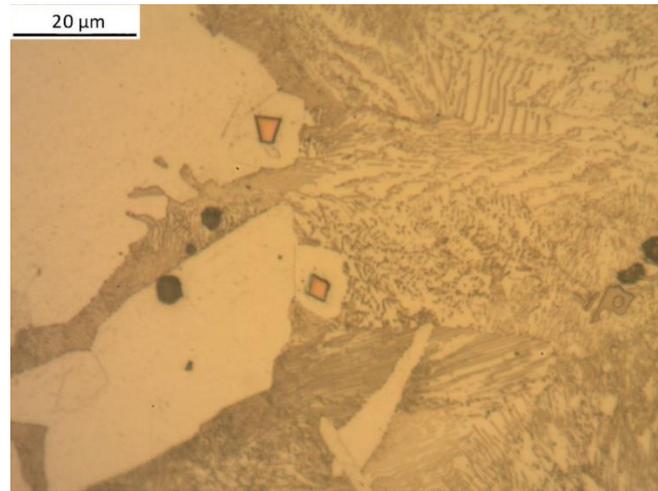


Figura 7.13: Detalle de la microestructura encontrada en la Muestra D (Nital 2%).

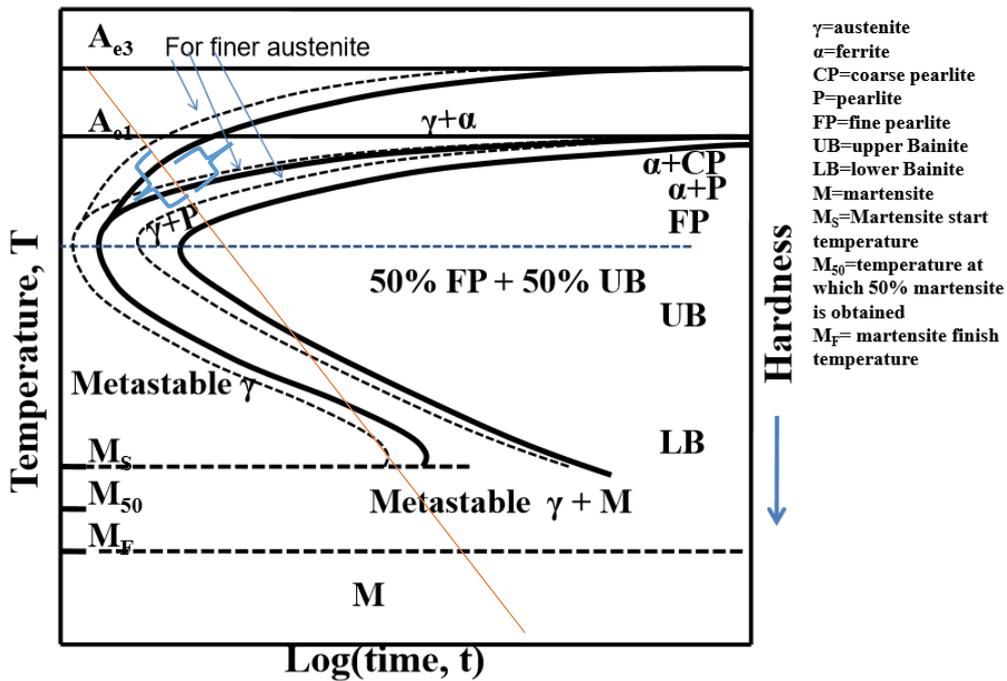


Figura 7.14: Diagrama de Transformación, Tiempo y Temperatura.

### 7.3.1.2.2 Muestra H (0.14% Ti)

Para el caso de la muestra H, se observa nuevamente una matriz ferrítico-perlítica, verificando nuevamente un gran refinamiento de las fases presentes con respecto a la microestructura en estado as cast con el mismo contenido de Ti (Figura 7.8). Se observó una mayor cantidad de ferrita, con respecto a la colada D, verificándose nuevamente que la misma



rodea inclusiones de Ti. La perlita, al igual que para el caso de la muestra D, posee un espaciado interlaminar muy fino.

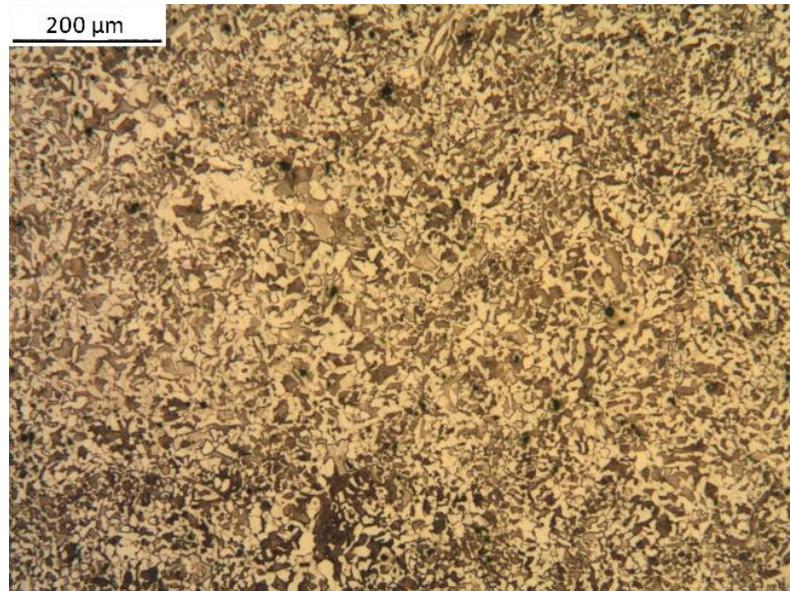


Figura 7.15: Microestructura de la muestra H (0.13% Ti) en estado normalizado, a bajos aumentos (Nital 2%).

#### 7.3.1.2.3 Muestra J ( $\approx 0.2\%$ Ti)

La microestructura correspondiente a la muestra J, la cual posee el mayor contenido de Ti de las muestras normalizadas, se muestra en la Figura 7.16. Dicha muestra, reveló en estado normalizado una microestructura ferrítico-perlítica, con la mayor cantidad de ferrita en comparación al resto de las microestructuras analizadas.

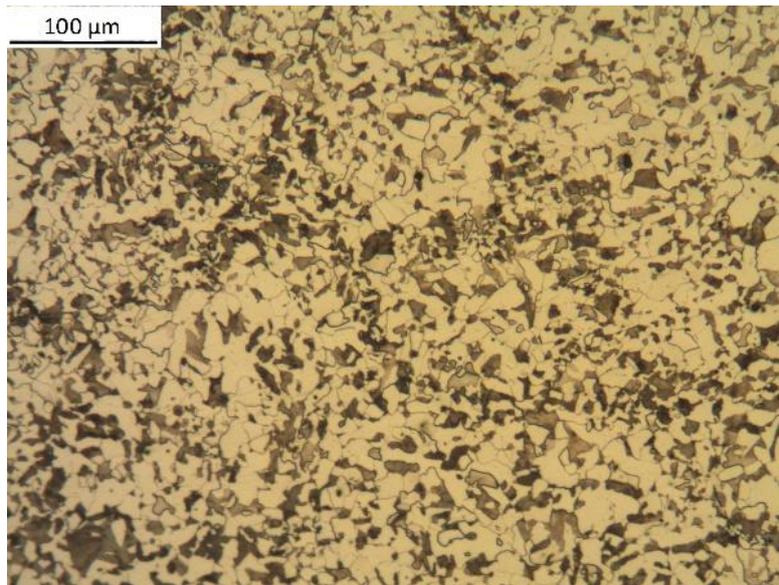


Figura 7.16: Microestructura de la muestra J en estado normalizado a bajos aumentos (Nital 2%).

### 7.3.1.3 Bloque de Estudio

#### 7.3.1.3.1 BE1 (0% Ti)

Como se mostró en la Tabla 5.2, la muestra identificada con el nombre BE1 corresponde a material Acero 60K sin agregado de Ti. En La Figura 7.17 se muestran dos metalografías sin ataque químico, correspondientes a la superficie y zona central de la muestra BE1. Se puede observar un elevado contenido inclusionario, principalmente de tipo óxido globular, similar a los encontrados en los Keel Block. Por otro lado, se observa la presencia de grandes microrechupes como los mostrados en la figura 7.17 y 7.18.

En lo que refiere a su microestructura, la misma está formada por una matriz compuesta por perlita con espaciado interlaminar muy fino como fase minoritaria (zonas marrones), y ferrita (zonas blancas). En la figura 7.19 se observa una gran cantidad de colonias de ferrita, todos ellas de un gran tamaño.

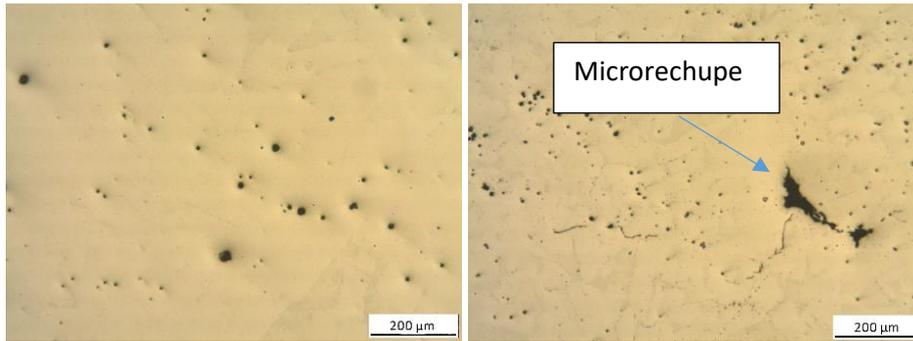


Figura 7.17: Micrografías de la Muestra BE1 sin ataque químico a bajos aumentos.

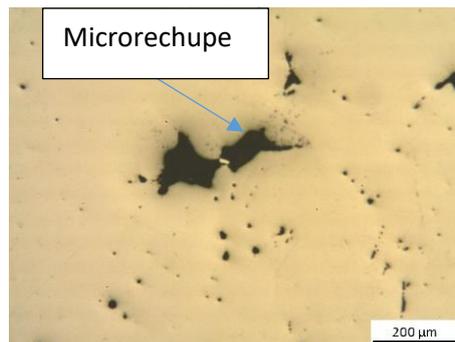


Figura 7.18: Micrografía de la Muestra BE1 sin ataque, detalle de microrechupe.

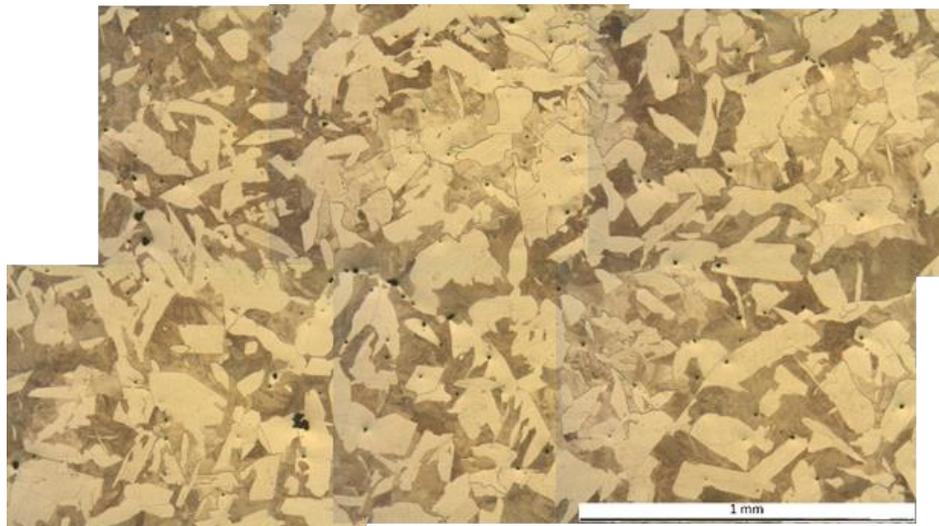


Figura 7.19: Micrografía de la muestra BE1 luego de ataque con Nital.



### 7.3.1.3.2 BE3 (0.13% Ti)

El siguiente análisis microestructural corresponde a la muestra identificada con el nombre BE3, con un agregado de Ti de 0.13%. La misma presentó un elevado contenido inclusionario, tal como se muestra en la Figura 7.20. Además se han encontrado, como era de esperar, inclusiones de Ti (Ti, C-N), las cuales se caracterizan por su color anaranjado y por tener bordes rectos. Al igual que en la muestra BE1, se encontraron microrechupes de gran tamaño como se ve en la figura 7.20. Además pareciera ser que estos microrechupes están relacionados a la presencia de fisuras como se ve en las figuras 7.20 y 7.21.

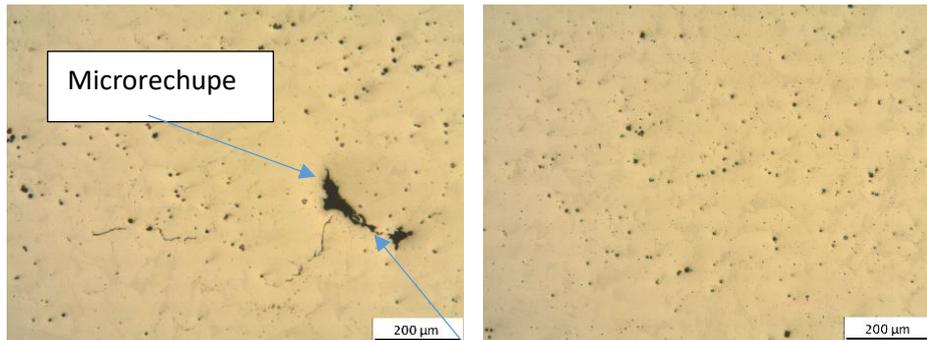


Figura 7.20: Micrografías de la Muestra BE3 sin ataque químico a bajos aumentos.

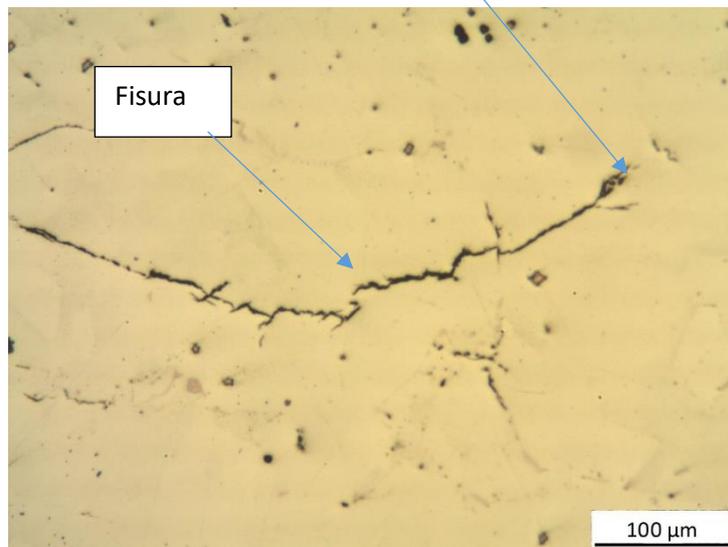


Figura 7.21: Micrografías de la Muestra BE3 sin ataque químico, detalle de fisura.

La Figura 7.22 muestra la microestructura encontrada para la muestra BE3 una vez atacada con reactivo Nital 2%. Se puede observar nuevamente una matriz compuesta por perlita y ferrita, coincidiendo así con el resto de las muestras analizadas. Nuevamente, al compararla con la muestra BE1 (0% Ti), la muestra BE3 (0.13% Ti) mostró un leve incremento en la cantidad de ferrita, asociándose la aparición de ferrita a las inclusiones y precipitados de Ti. Estos resultados concuerdan con los casos anteriores para los KB, donde al aumentar el contenido de Ti, el contenido de ferrita aumenta.

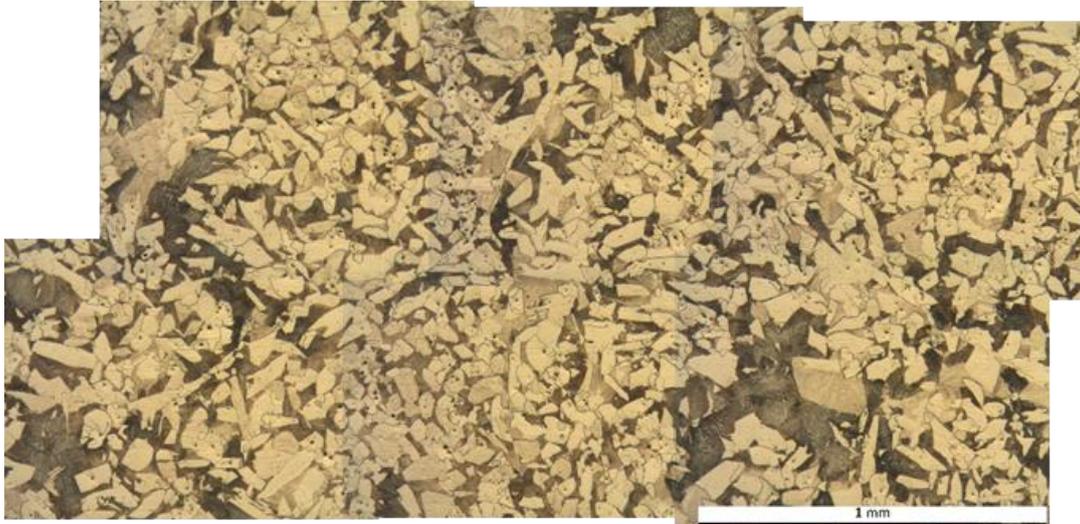


Figura 7.22: Micrografía de la muestra BE3 luego de ataque con Nital.

#### 7.3.1.3.3 BE4 (0.2% Ti)

Para el caso de la muestra BE4, se observó nuevamente un elevado contenido inclusionario, mostrando un mayor número de inclusiones de Ti, y de mayor tamaño en comparación a las muestras BE1 y a BE3. Esto se atribuye al aumento en el porcentaje de Ti con respecto al caso anterior (muestra BE3). En la figura 7.23 se observan grandes microrechupes y se observan inclusiones de Ti nucleadas en los bordes del grano austenítico, algunas de ellas alcanzan un tamaño de 25  $\mu\text{m}$  tales como las que se observan en la figura 7.24. Por otro lado, en la figura 7.24 se puede observar la aparición de una fisura directamente relacionada a un microrechupe de gran tamaño, tal como lo observado para la muestra BE3.

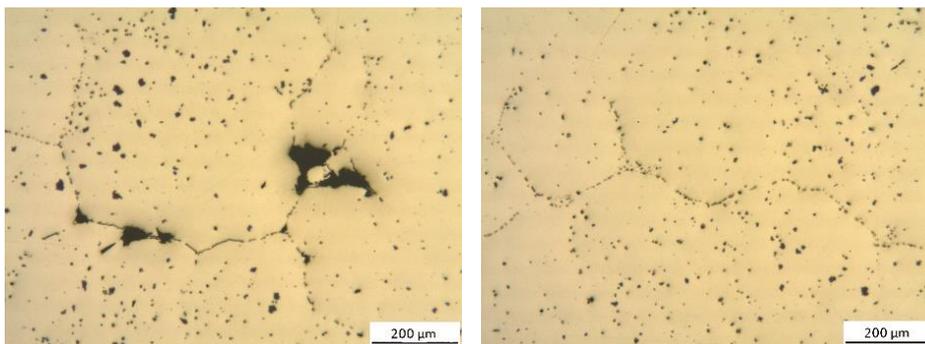


Figura 7.23: Micrografías de la muestra BE4 sin ataque químico a bajos aumentos.

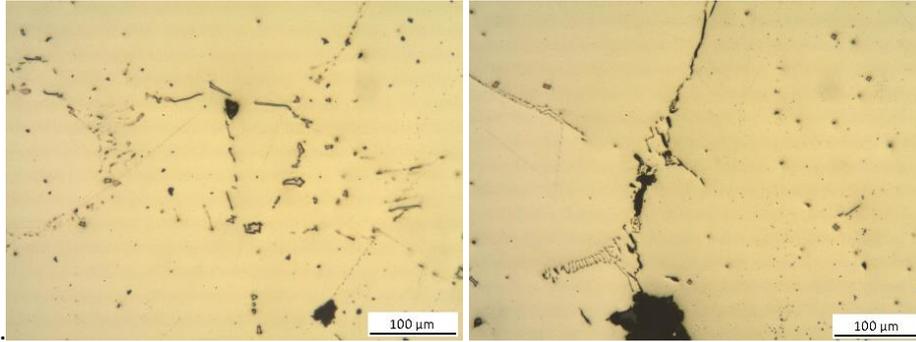


Figura 7.24: Micrografías de la muestra BE4 sin ataque químico a mayores aumentos.

La microestructura mostró nuevamente una matriz compuesta por perlita y ferrita (Figura 7.25). En este caso, se observó una gran cantidad de ferrita. Sin embargo si se la compara con la muestra BE3 la cantidad de ferrita parece haber disminuido. Además las colonias de ferrita parecieran haberse engrosado con respecto al caso anterior, esto podría estar justificando el hecho de que a partir de un cierto porcentaje de Ti en la composición, el tamaño de grano vuelve a crecer.

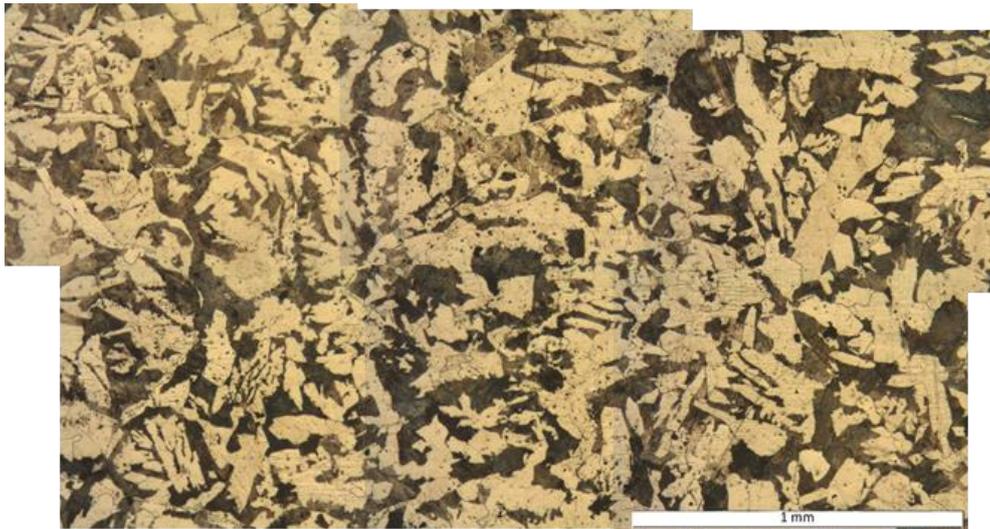


Figura 7.25: Micrografía de la muestra BE4 luego de ataque con Nital a bajos aumentos.

### 7.3.2 Medición de tamaño de grano Austenítico

Como se mencionó en la metodología experimental de este capítulo, para complementar la caracterización microestructural de las muestras en estado as cast, se determinó el tamaño de grano de la austenita primaria bajo la norma E112. Este estudio solo se realizó para muestras A y E obtenidas de los Keel Block, debido a lo explicado en procedimiento experimental.



### 7.3.2.1 Muestra A (0% Ti)

En la Figura 7.26 se muestra una imagen formada por 10 metalografías, mostrando el área de observación y medición del tamaño de grano austenítico. En la imagen se observa ferrita proeutectoide, la cual ha nucleado y crecido en el borde del grano austenítico. El resto de la microestructura es perlítica, como fue mencionado en el punto 7.3.1.1.1. Para determinar el tamaño de grano austenítico, se observa la ferrita nucleada en borde de grano. Según la norma ASTM E112, se trazan líneas rectas que atraviesen los granos y en base a la cantidad de granos que atraviesa y la longitud, se obtiene un promedio del tamaño de los granos. Como fue mencionado anteriormente, las imágenes para la reconstrucción de los granos, son sacadas cerca de la superficie de las muestras, donde el crecimiento de los granos es columnar. Eso facilita la medición del tamaño de grano en la dirección perpendicular al crecimiento columnar. Para la muestra A el tamaño de grano austenítico resultante fue de 1.13 mm +/- 0.15 mm.

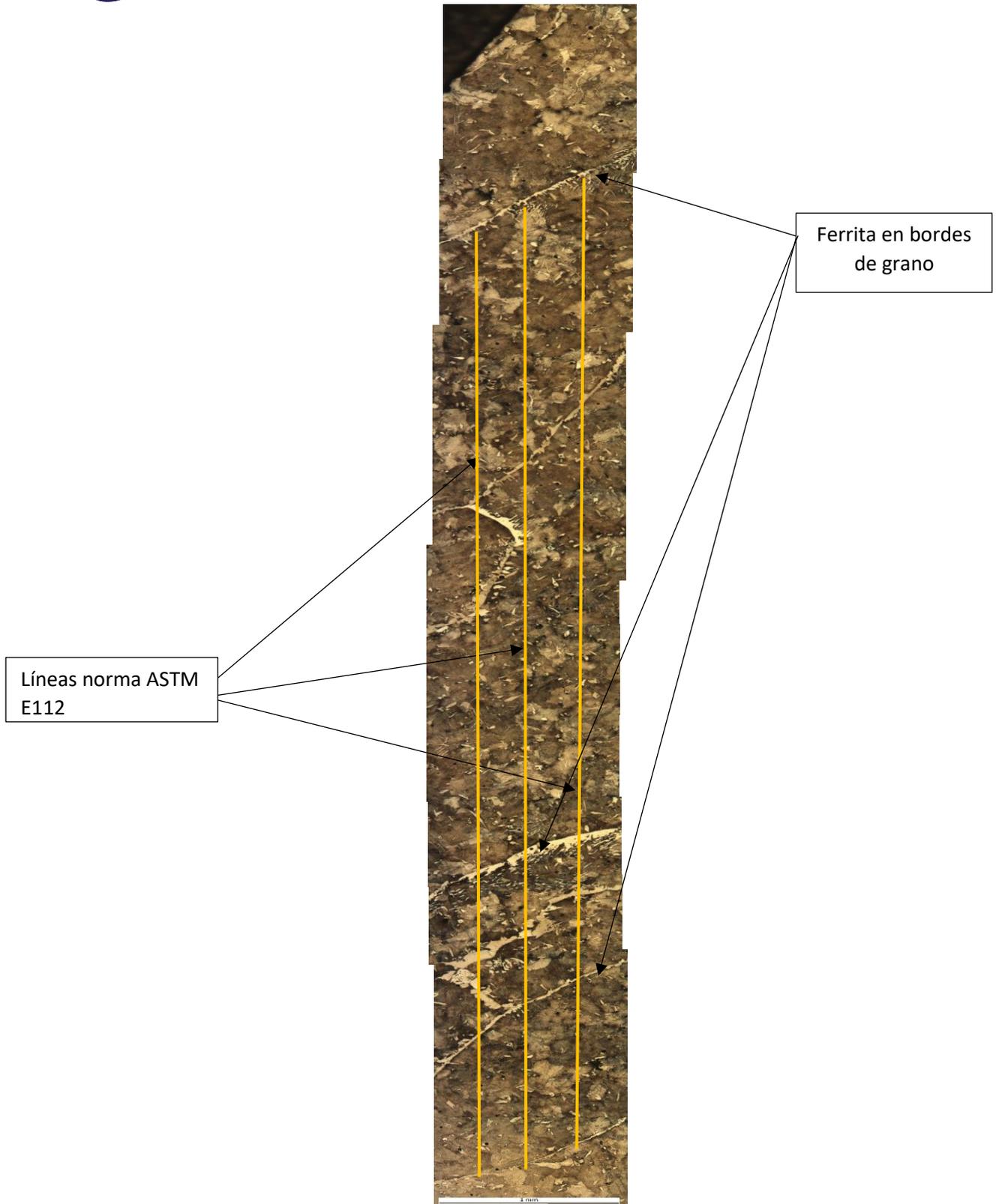


Figura 7.26: Imagen de la Muestra A utilizada para la determinación del tamaño de grano austenítico. Nital 2%.



### 7.3.2.2 Muestra E ( $\approx 0.13\%$ Ti)

De manera análoga a lo realizado para la muestra A, la Figura 7.27 muestra la imagen correspondiente a la muestra E. Una vez realizadas las mediciones para dicha muestra el tamaño de grano resultante fue de  $0.63 \text{ mm} \pm 0.01 \text{ mm}$ . Esto significa que el tamaño de grano disminuyó con respecto a la muestra A, a valores cercanos a la mitad. Esto estaría verificando nuevamente que la adición de Ti en la composición genera una disminución del tamaño de grano austenítico.

Para el caso de la muestra I, la cual posee  $0.2\%$  Ti no se pudo determinar el tamaño de grano austenítico, ya que como fue mencionado con anterioridad, esta muestra mostró una gran cantidad de ferrita en su microestructura, no evidenciándose con claridad ferrita contorneando los bordes de grano austeníticos.

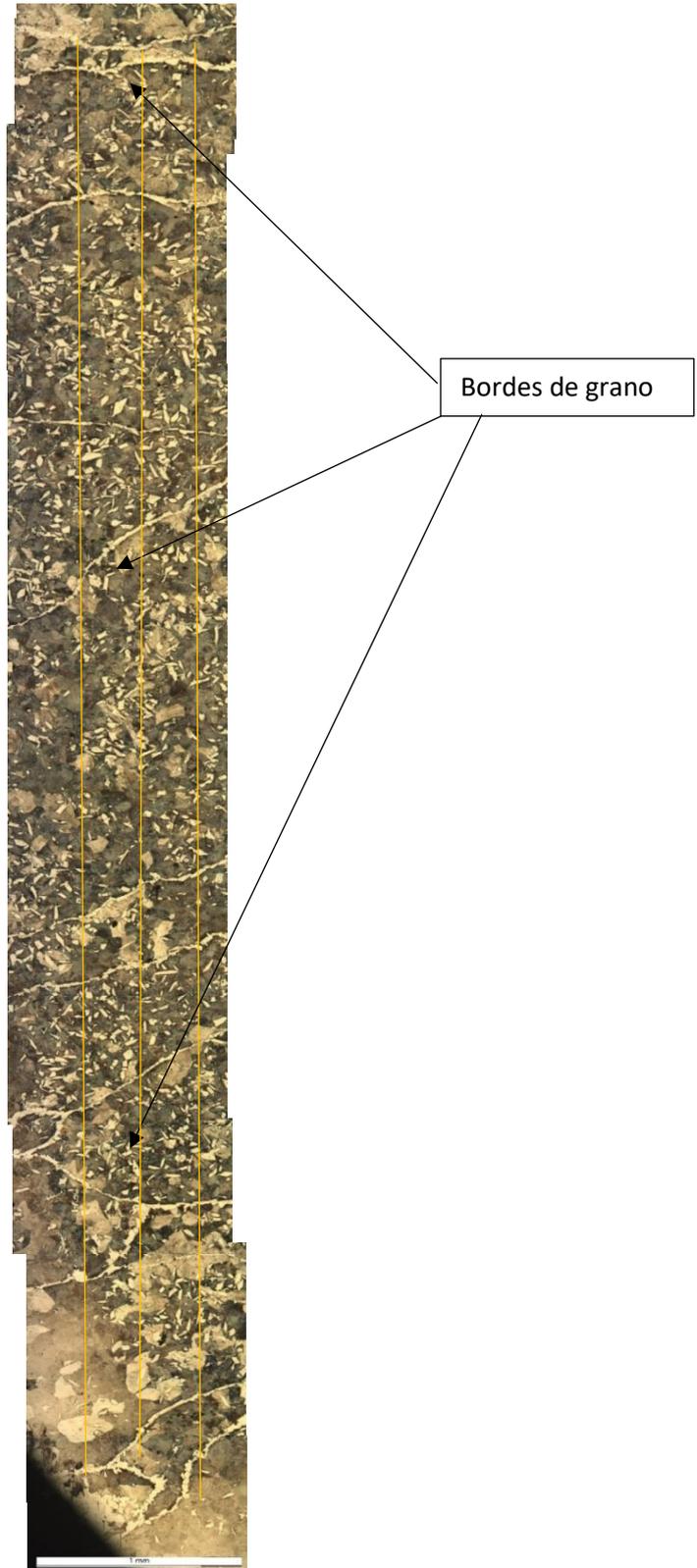


Figura 7.27: Imagen de la Muestra E utilizada para la determinación del tamaño de grano austenítico. Nital 2%.



## 7.4 Conclusiones

Los resultados de la caracterización microestructural de los Keel block y Bloques de Estudio permitieron concluir que existe una marcada diferencia en la microestructura al aumentar el porcentaje de Titanio en la composición. De manera general se observaron en todas las micrografías una microestructura ferrítico perlítica, grandes cantidades de inclusiones y microrechupes, mostrando las muestras con titanio inclusiones relacionadas a este elemento (carbonitruros de Ti).

Además, tanto para los Keel Block como para las Bloques de Estudio, se observó que al aumentar la cantidad de Titanio, da a lugar un refinamiento en la microestructura. También se observa que para un Acero tipo 60K, la cantidad de ferrita presente en la microestructura se incrementa con el agregado de Ti. Se ha verificado que el Ti modifica la templabilidad de los aceros, corriendo las curvas TTT (curvas de la C) hacia la izquierda, es decir, modifica la cinética de las transformaciones en estado sólido de la austenita en ferrita + perlita. Esta disminución en la templabilidad con el agregado de Ti se produce por dos efectos: 1- un incremento en los bordes de grano de la austenita (incremento de sitios de nucleación de fases ferrita y perlita durante el enfriamiento), producido por un menor tamaño de grano austenítico y 2- un mayor número de sitios de nucleación de ferrita, generados por la presencia de partículas de Ti-C, N. Esto permite concluir que el agregado de Ti en contenidos mayores a 0.13% ha producido un refinamiento en la estructura de solidificación, lo que genera un refinamiento posterior en el tamaño de grano austenítico y una disminución en la templabilidad del acero que promueve la formación de más ferrita.

De manera particular, al comparar las microestructuras obtenidas de los Keel Block y de los Bloques de Estudio, para un mismo contenido de titanio y mismo estado metalúrgico, resulta en que los Keel Block poseen microestructuras más refinadas debido a que los mismos poseen una mayor velocidad de enfriamiento, resultado del menor espesor de la pieza en comparación a los Bloques de Estudio.

Al observar el tamaño de grano austenítico, el mismo concuerda con las conclusiones extraídas de la sección 6, donde un aumento en el porcentaje de Titanio, conlleva a una reducción en el tamaño de grano austenítico debido a un refinamiento en la estructura de solidificación.

Por último, es importante destacar que en los Bloques de Estudio aparecen grandes inclusiones, microrechupes y fisuras. Estos tres defectos resultan nocivos para las propiedades mecánicas de un material metálico.



## **8. Estudio de propiedades mecánicas**

### **8.1 Introducción y objetivos**

En la sección 6 se analizó la macroestructura de solidificación y el tamaño de grano en función del contenido de titanio, mientras que en la sección 7 se analizó la microestructura presente, incluyendo las fases que se encuentran en el acero y cómo las mismas se modifican con el contenido de elemento refinador. Ambos análisis son muy importantes a la hora de justificar las propiedades mecánicas.

Tal como se presentó en la introducción, el objetivo del trabajo final presente es analizar si el uso de refinadores de grano, más específicamente el Ti, es capaz de disminuir el tamaño de grano y gracias a la disminución del mismo, las propiedades mecánicas de la pieza (sobre todo la tensión de fluencia y la elongación a la rotura) logren ser tales que cumplan la norma API 6A. Sin embargo el Ti tiene una desventaja y es que el mismo puede producir fragilización de la estructura por partículas de Ti (CN) de tamaños críticos [9,21, 22, 23].

Por lo tanto, los objetivos principales de los estudios realizados y reportados en el presente capítulo son: analizar las propiedades mecánicas (dureza, tensión de fluencia, tensión de rotura y deformación a la rotura) mediante ensayos de tracción y dureza en función del contenido de titanio y correlacionar las propiedades mecánicas con las microestructuras observadas y reportadas en los capítulos anteriores.

### **8.2 Procedimiento experimental**

#### **8.2.1 Descripción de las muestras**

Para realizar el análisis de propiedades mecánicas la empresa envió dos lotes de muestras para los ensayos de tracción. Uno de ellos perteneciente a muestras obtenidas del Keel Block y el restante a los Bloques de Estudio. Cada lote posee tres muestras para cada uno de los contenidos de Titanio (0, 0.13 y 0.2%). En el caso de los Keel Block hay tres muestras para cada uno de los estados metalúrgicos (as cast y normalizado). Mientras que para las muestras obtenidas de los bloques de estudio hay tres muestras en estado as cast.

Para el caso de los ensayos de dureza, se realizaron sobre las muestras que se utilizaron en las secciones 6 y 7 para la caracterización micro y macroestructural de las piezas.

#### **8.2.2 Ensayos de Dureza**

Los ensayos de dureza se efectuaron bajo la norma ASTM E10 [33], empleando un durómetro universal de la marca Ibertest", Modelo "DU-250", utilizando la escala Brinell ( $HB_{187.5/2.5}$ ) para todos los casos.



### 8.2.3 Ensayo de tracción

Los ensayos se realizaron bajo la norma ASTM E8M [32], en una máquina de ensayos Universales Mohr&Federhaff con una capacidad de carga de 40 Ton.

## 8.3 Resultados

### 8.3.1 Dureza

#### 8.3.1.1 Keel Block As Cast

En primer lugar, se realizaron ensayos de dureza para la muestra A, la muestra E y la muestra I, es decir aquellas muestras extraídas del KB en estado as cast (analizadas previamente en la sección 7). Los resultados se observan en la figura 8.1, donde se presentan los valores de dureza Brinell para los distintos porcentajes de titanio de los Keel Block en estado as cast.

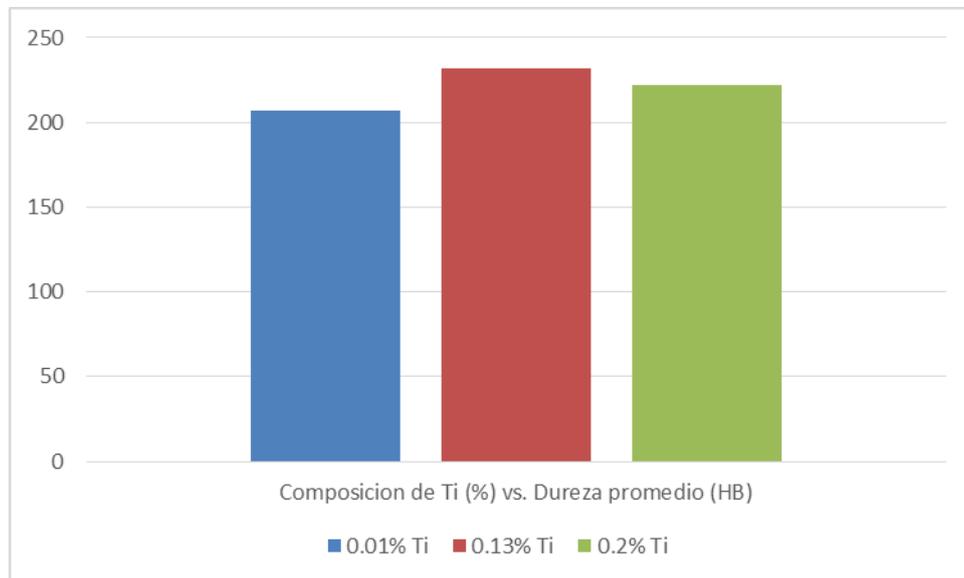


Figura 8.1 Keel Block as cast, dureza promedio medida en HB en función del contenido de Titanio.

En la figura se observa que la mayor dureza se obtiene para valores intermedios de Ti es decir 0.13%. Lo que permite determinar que la dureza aumenta con el contenido de Ti, ya que tanto la muestra E (0.13% Ti) como la muestra I (0.2% Ti) poseen valores de dureza mayores que la muestra A (0% Ti); sin embargo esta dureza tiene un máximo para valores intermedios de Ti.

Hay tres factores que modifican la dureza de un acero al aumentar el contenido de Ti, el primero es la mayor presencia de ferrita proeutectoide en la microestructura, la cual disminuye la dureza debido a ser la ferrita una fase blanda. El segundo factor es la aparición de precipitados de carburos de Ti, que generan un endurecimiento debido a que estos son una fase de gran dureza, pero este efecto endurecedor puede variar según el tamaño y la dispersión de los precipitados. Si éstos aumentan su tamaño y disminuyen en cantidad, se obtiene un menor efecto endurecedor. El último de estos factores es la disminución de tamaño de grano, siendo el tamaño de grano inversamente proporcional con la dureza.



En las figuras 8.2 A, E, I se muestran las micrografías de las muestras cuyas propiedades se encuentran en la figura 8.1. En las mismas se observa cómo, en primer lugar, al aumentar el contenido de Ti aumenta la cantidad de ferrita y como, a su vez, aumenta el contenido de precipitados de Ti. La mayor dureza medida fue para la muestra E con un valor de 232 HB, siendo este valor mayor con respecto al medido en la muestra A e I, poseyendo la muestra E un valor intermedio de refinador en este caso. Es evidente que el incremento en el contenido de Ti promueve un incremento en la dureza de la microestructura, ya que las partículas de Ti-C, N son partículas duras y generan un endurecimiento mayor, además por lo explicado en la sección 6 y 7 la muestra con Ti intermedio posee un menor tamaño de grano en comparación al caso A e I. Estos fenómenos pesan más a la hora de comparar la muestra E con la muestra A, donde a pesar de que la muestra E tiene un incremento en la cantidad de ferrita respecto a la muestra A, a su vez posee un menor tamaño de grano y precipitados de Ti que contrarrestan la pérdida en la dureza. El valor de dureza medido para el caso I fue en promedio de 222 HB. Este valor es levemente menor que el encontrado para la muestra E, debido posiblemente a una gran cantidad de ferrita presente en la microestructura y a que las inclusiones de Ti son de mayor tamaño, perdiendo de esta manera su efecto endurecedor.

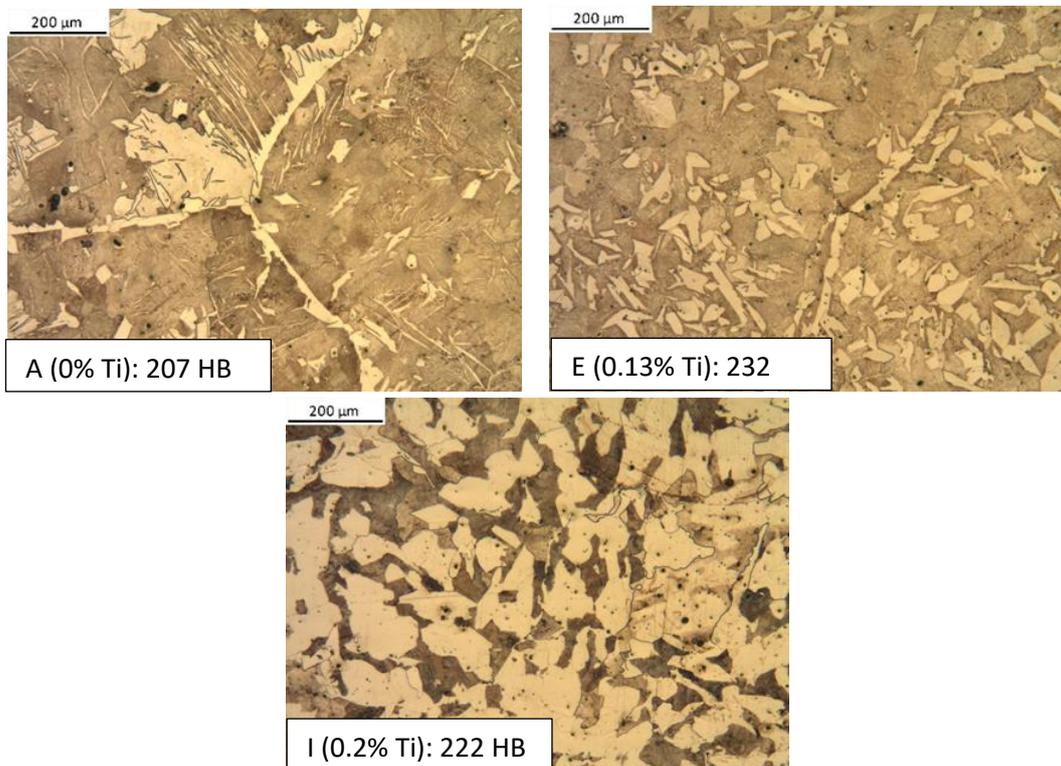


Figura 8.2: Muestras de KB en estado as cast con distintos porcentajes de Ti: A (0%Ti), E (0.13%Ti), I (0.2%Ti) con aumento 5x.

### 8.3.1.2 Keel Block normalizado

Continuando con el análisis de dureza de los Keel Block, se realizaron ensayos de dureza para las muestras D, H y J, es decir aquellas muestras extraídas de Keel Block luego del



tratamiento térmico de normalizado. Los resultados de dicho ensayo se visualizan en la figura 8.3 donde se presentan los valores de dureza medidos en HB en función del contenido de Ti.

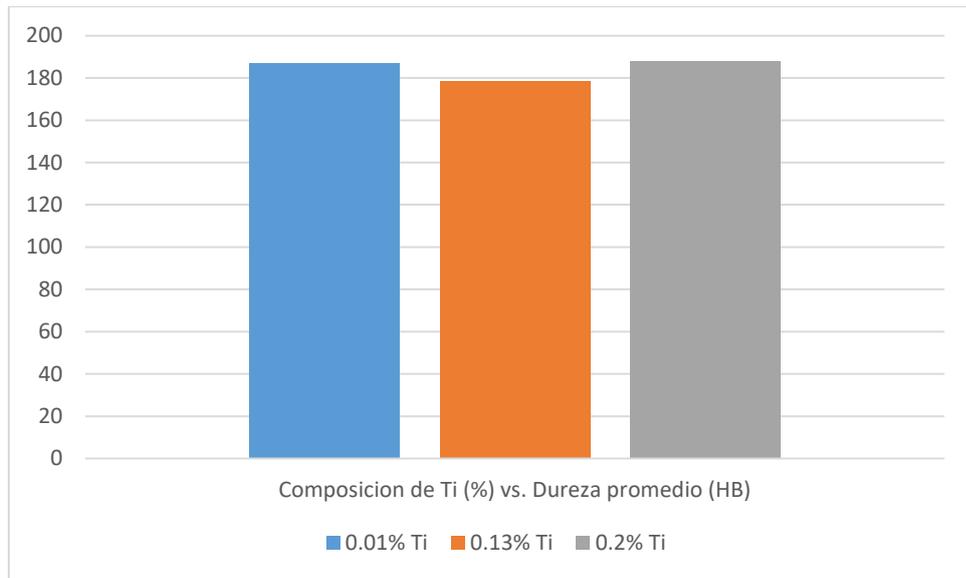


Figura 8.3 Dureza promedio en HB en función de la composición de Titanio, medida en las probetas de KB en estado normalizado.

De los resultados del ensayo de dureza presentes en la figura 8.3, se observa que los valores para las tres muestras oscilan los 180 HB, siendo la mayor diferencia de 9 HB, por lo tanto no se pueden extraer conclusiones importantes de los datos.

Las figuras 8.4 D, E, F son micrografías que se corresponden a las propiedades mecánicas plasmadas en la figura 8.3 respectivamente. En las mismas se observa el mismo efecto que en las figuras 8.2, es decir un aumento en la cantidad de ferrita en función del aumento del contenido de Ti. A su vez, como se mencionó en las sección anterior, la cantidad de ferrita en el estado normalizado con respecto al estado as cast es mucho mayor debido a una reducción del tamaño de grano importante y por lo tanto un cambio en la templabilidad. El valor de dureza medido para la muestra D (0% Ti) fue de 187 HB, inferior al estado as cast con el mismo porcentaje de Ti. Esto se debe a que el refinamiento del tamaño de grano austenítico que se produce durante el tratamiento de normalizado, genera una disminución de la templabilidad, promoviendo una mayor cantidad de ferrita en la microestructura con respecto a la muestra A (0% Ti), en estado as cast. El valor de dureza medido para la muestra H (0.13% Ti) fue de 179 HB, inferior nuevamente al encontrado en la muestra E (0.13% Ti), en estado as cast. Los valores de dureza medidos sobre la muestra J (0.2% Ti) fueron de aproximadamente 188 HB, similar a los encontrados para las otras estructuras normalizadas.

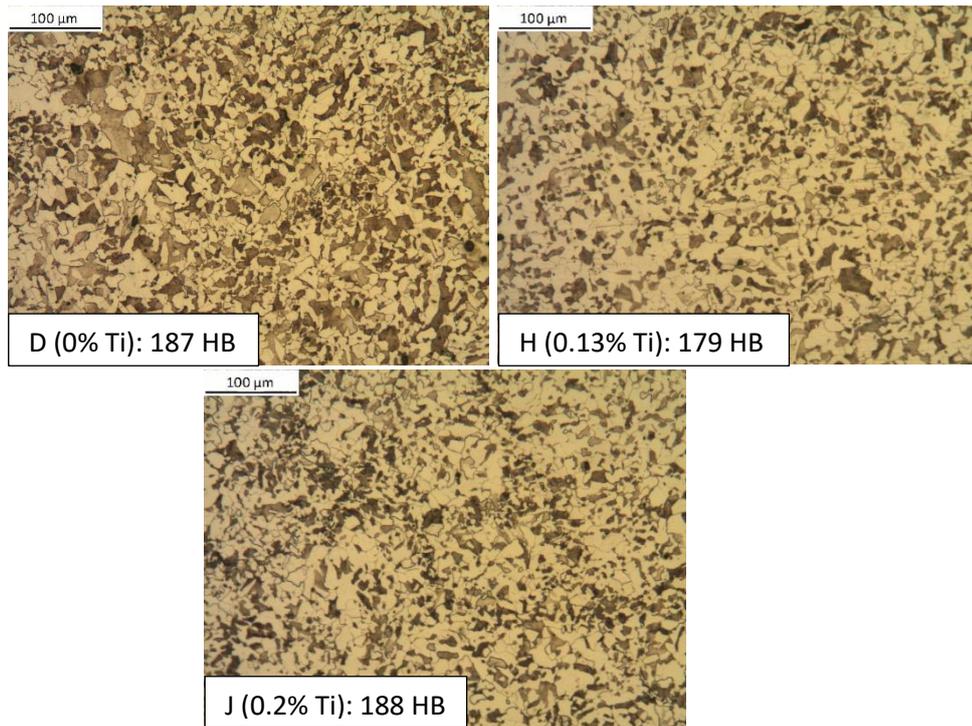


Figura 8.4: Muestras de KB en estado normalizado con distintos porcentajes de Ti: D (0%Ti), H (0.13%Ti), J (0.2%Ti).

### 8.3.1.3 Bloque de Estudio

Para finalizar con el análisis de dureza, se realizaron ensayos de dureza para las muestras BE1 (0% Ti), BE3 (0.13% Ti) y BE4 (0.2% Ti) en estado As Cast. En la figura 8.5 se observan los resultados del ensayo de dureza para las muestras antes mencionadas.

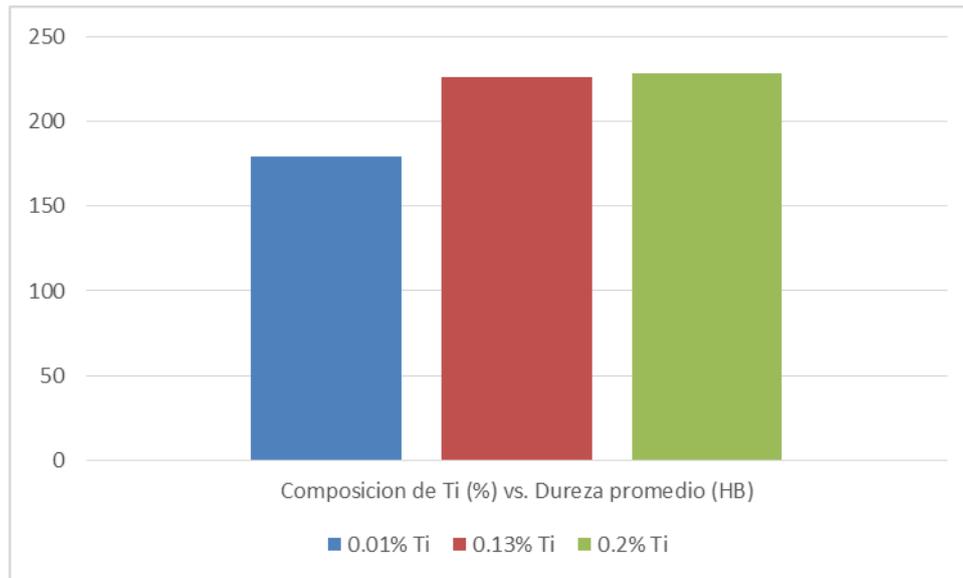


Figura 8.5 Dureza promedio en HB en función de la composición de Titanio, medida en los Bloques de Estudio en estado as cast.

En la Figura 8.5 se observa cómo varía la dureza medida en escala HB en función del contenido de titanio de las muestras de BE as cast. En el mismo se observa que la menor dureza se obtiene para la muestra que posee 0% Ti, mientras que para los valores de 0.13% de Ti y 0.2% de Ti los valores de dureza medidos son mayores.

En las figuras 8.6 BE1, BE3 y BE3 se muestran nuevamente las micrografías correspondientes a las muestras BE1 (0% Ti), BE2 (0.13% Ti) y BE3 (0.2% Ti) en estado as cast, cuya dureza se muestra en la figura 8.5. Para dichas muestras se observa el mismo efecto que para los ensayos de probetas extraídas de los Keel Block tanto en estado as cast como normalizado, dicho efecto es el aumento en la cantidad de ferrita en función del aumento del contenido de Ti. Los resultados obtenidos muestran un valor de dureza promedio medido para la muestra BE1 de 179 HB. A su vez, la dureza medida para la microestructura BE3 es de 226 HB, siendo este valor mayor con respecto al medido en la Muestra BE1. Es evidente que el incremento en el contenido de Ti promueve un incremento en la dureza de la microestructura, en primer lugar, ya que las partículas de Ti(C,N) son partículas duras y generan un endurecimiento por deformación mayor y en segundo lugar una disminución en el tamaño de grano como se explicó en el punto 8.3.1.2. Para este caso, este fenómeno pareciera ser más importante que el aumento de ferrita en la microestructura. Finalmente, el valor de dureza medido la muestra BE4 fue en promedio de 228 HB, este valor es comparable con el encontrado para la muestra BE3, ya que la relación ferrita/precipitados es muy similar, haciendo que la dureza no varíe de manera importante con respecto a la muestra BE3.

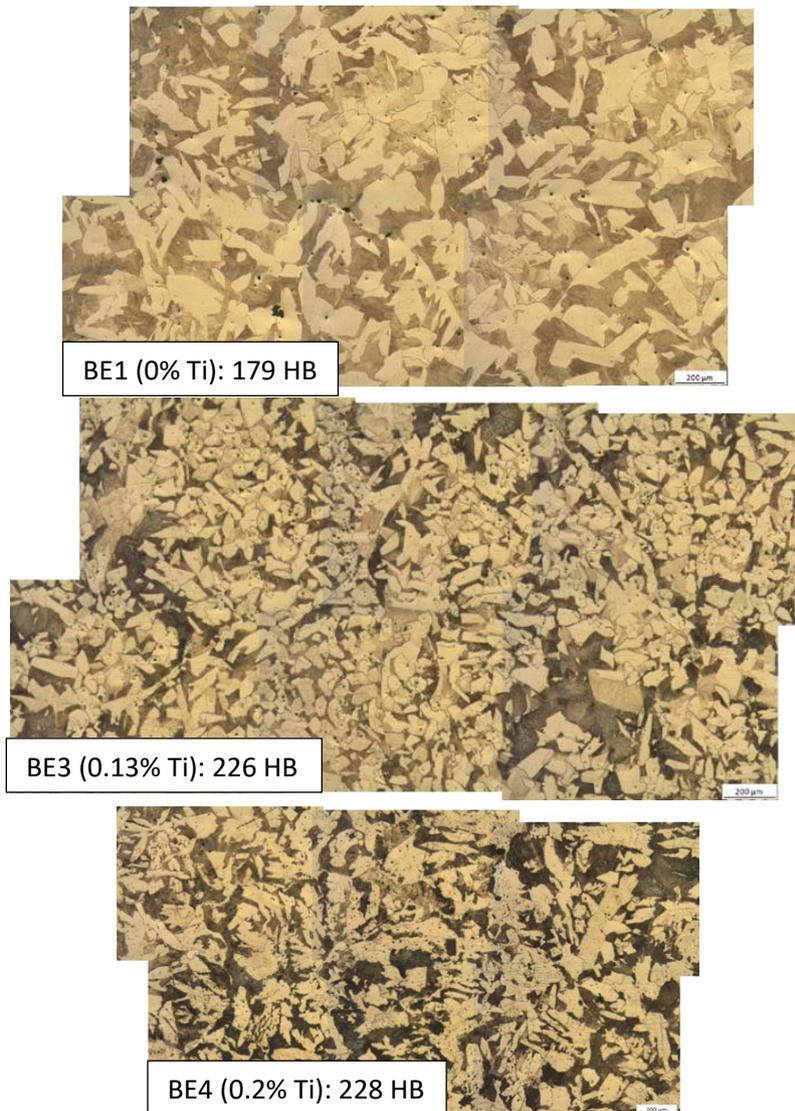


Figura 8.6: Muestras de PE en estado as cast con distintos porcentajes de Ti: BE1 (0%Ti), BE3 (0.13%Ti), BE4 (0.2%Ti) con aumento 5x.

## 8.3.2 Ensayos de Tracción

### 8.3.2.1 Keel Block

En las figuras 8.7 y 8.8 se encuentran reportados los valores obtenidos de los ensayos de tracción de Keel Block tanto en estado as cast como normalizado, para los distintos tenores de titanio. Las propiedades reportadas del ensayo son la elongación a la rotura (%), la tensión máxima (Mpa) y la tensión de fluencia (Mpa).

En primer lugar se observa que la tensión máxima no varía marcadamente con la cantidad de titanio en la composición, ya que los valores tanto para el estado as cast como para el estado normalizado para los distintos tenores de refinador oscilan entre los 620 y los 650 MPa. Esto está relacionado con el efecto discutido en la sección 7.3.1.1: las partículas de titanio deberían aumentar la resistencia del material debido a que promueven el endurecimiento por deformación, mientras que el incremento de titanio reduce el tamaño de grano promoviendo la



formación de ferrita que es una fase blanda y de baja resistencia, dando como resultado que la tensión máxima no cambie marcadamente con el agregado de Ti en el acero.

Por otro lado, se observa que la tensión de fluencia para la condición as cast aumenta a medida que se incrementa el contenido de Ti en la muestra: el valor se incrementa desde 410 MPa para la muestra sin Ti hasta 530 MPa aproximadamente para el caso de la muestra con 0.2% Ti. Esto está relacionado con las características microestructurales mostradas en el punto anterior; la presencia de partículas de Ti y una disminución del tamaño de grano promueven un incremento en la tensión de fluencia. Sin embargo, para el caso del estado normalizado, el límite elástico no muestra variación significativa, manteniéndose constante en aproximadamente 400 MPa. Esto se atribuye a que luego del tratamiento de normalizado, las muestras presentaron un tamaño de grano similar y, que si bien se esperaría que se incremente el límite elástico por la presencia de partículas de Ti, se observó mayor cantidad de ferrita en la microestructura a medida que se incrementa el contenido de Ti (fenómeno que produce una disminución del límite elástico).

En el caso de la elongación a la rotura, se observa para ambos estados metalúrgicos, que a medida que se incrementa el contenido de Ti la elongación disminuye. Esto ya ha sido reportado en la literatura [15], y es atribuido a que las partículas de Ti(C,N) son frágiles, inhibiendo la deformación y fragilizando la microestructura. A mayor cantidad de partículas y de mayor tamaño, este efecto es más marcado.

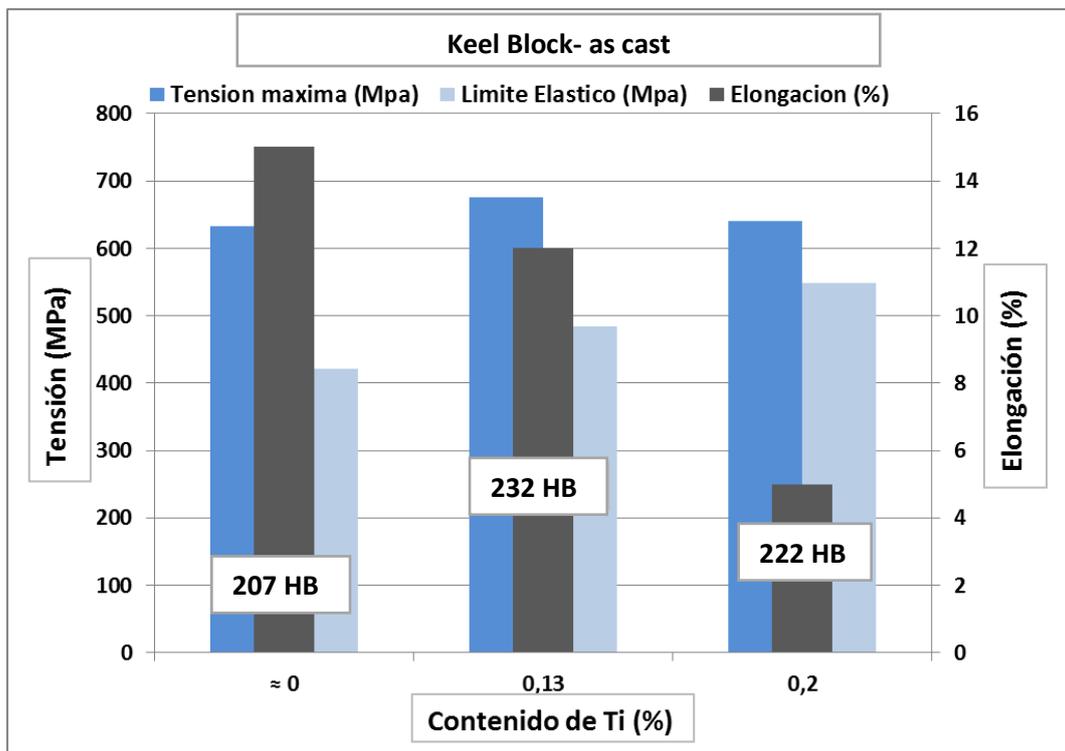


Figura 8.7: Propiedades mecánicas para Keel Block en estado as cast.

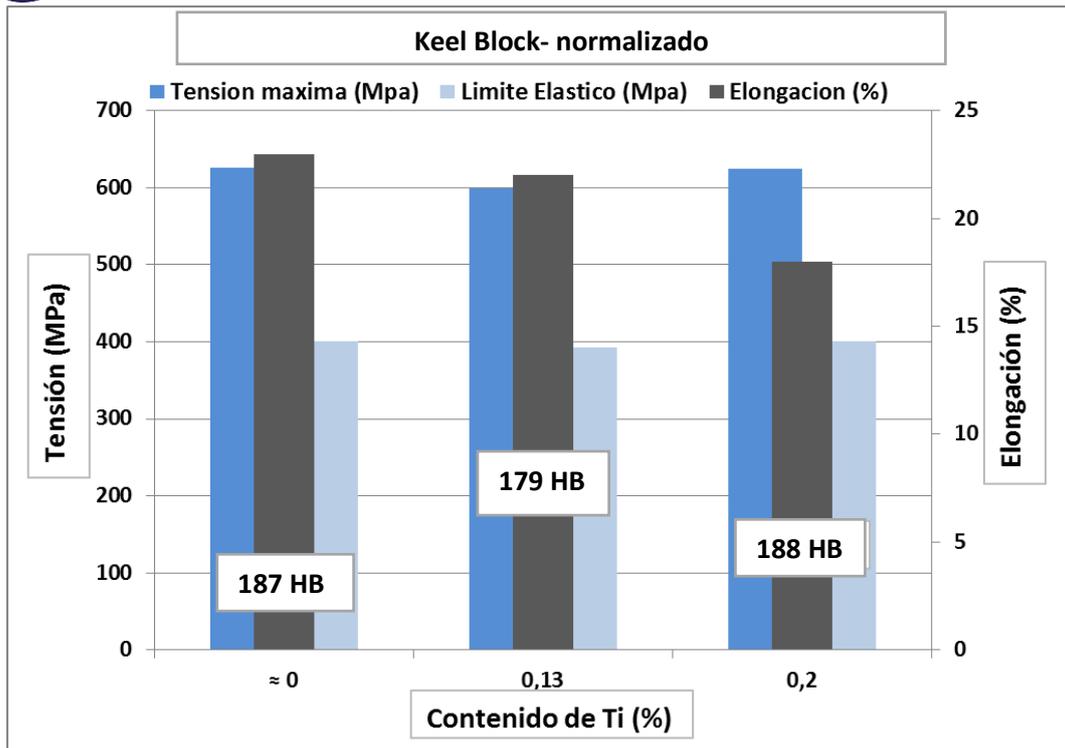


Figura 8.8: Propiedades mecánicas para Keel Block en estado normalizado.

### 8.3.2.2 Bloque de Estudio

En la figura 8.9 se encuentran reportados las propiedades mecánicas resultantes del ensayo de tracción de probetas extraídas de los Bloques de Estudio, en estado as cast, para los distintos tenores de Titanio. Para los Bloques de Estudio, los resultados no conciden con los resultados de los Keel Block. En la figura 8.9 se ve que las propiedades mecánicas (tensión de fluencia, elongación a la ruptura y tensión de rotura) caen de gran manera con el contenido de titanio. Para 0% de Ti, la elongación a la rotura es de 2,63% con una tensión de fluencia promedio de 377 MPa y una tensión a la rotura de 477 MPa, en el caso de 0.13% de Ti la elongación es de 0.7% con una tensión de fluencia de 304 MPa y 457 MPa de Tensión de Rotura. Por último, para 0.2% de Ti, la elongación a la rotura fue de 0.6%, la tensión de fluencia de 256 MPa y por último la tensión de rotura de 503 MPa. Es remarcable la diferencia existente en la elongación a la rotura con respecto al caso anterior, en este caso la misma es cercana al 1% indicando la presencia de defectos en la microestructura.

Esto se debe a que las probetas de los Bloques de Estudio son extraídas del centro del bloque donde enfriamiento es más lento, por lo que los precipitados de Ti (C, N) coalescen [12] lo cual influye marcadamente en las propiedades mecánicas. Las bajas velocidades de enfriamiento generan precipitados de gran tamaño disminuyendo la elongación a la rotura, ya que estos promueven la fractura frágil [23].

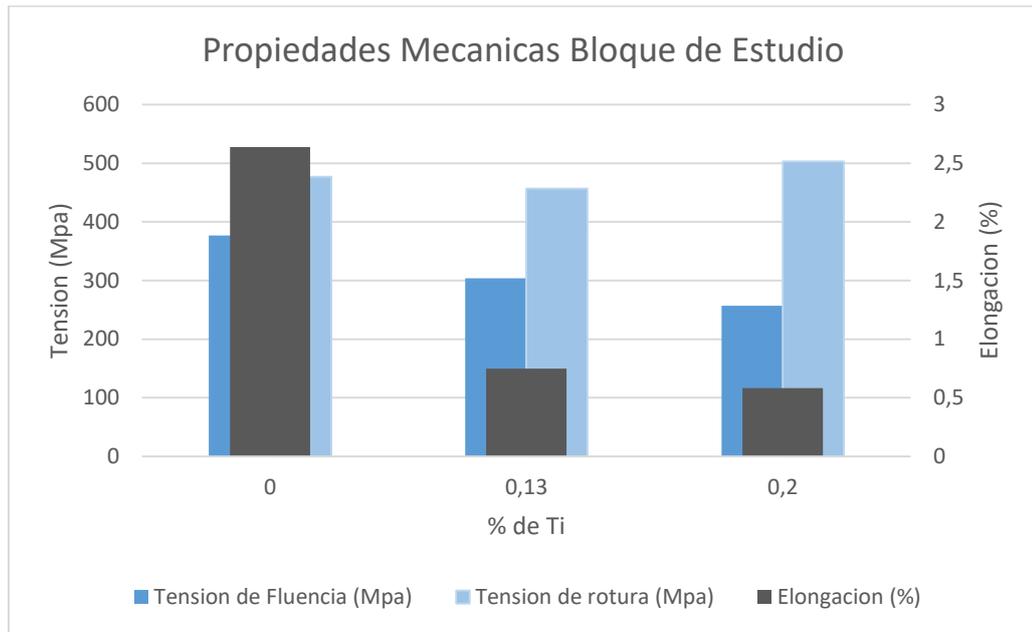


Figura 8.9: Propiedades mecánicas para probetas extraídas del Bloques de Estudio en estado as cast.

#### 8.3.4 Caracterización microestructural de probetas de ensayos de tracción

Como se explicó anteriormente y se visualiza en la figura 8.9 las propiedades mecánicas de los Bloques de Estudio llamaron la atención debido a la marcada diferencia con respecto a los datos reportados para los Keel Block, particularmente la pérdida de ductilidad. Debido a esto, para ahondar en la causa de estas diferencias, se realizaron micrografías de muestras extraídas de las probetas a partir de lo visto en micrografías de la sección 7 para los Bloques de Estudio, se atribuyó en primer lugar este resultado a la cantidad de microrechupes y poros presentes en la metalografía.

Este tema en particular, está ampliamente abarcado en la bibliografía [34, 35, 36], siendo la pérdida de ductilidad dependiente del porcentaje de poros presentes en el acero. En el trabajo de Van Aken [33] se demostró que la ductilidad es reducida por rechupes e inclusiones. En dicho trabajo se propone que los efectos adversos se deben a la sensibilidad a la entalla. Bajo condiciones estáticas de carga los materiales llegan a plastificar primero en la vecindad de una entalla o un concentrador de tensiones tal como un rechupe o un poro. Estos resultados se alcanzaron también en el trabajo realizado por Hardin y Beckerman [37], en el que se encontró que la elongación a la rotura es dependiente de la cantidad y tamaño de los poros, disminuyendo la elongación a la rotura al aumentar la cantidad de poros y al aumentar el tamaño de los mismos. En la figura 8.10 se observa una gráfica de elongación vs % de porosidad. Es marcado que el aumento en la porosidad, conlleva a una disminución en la elongación.

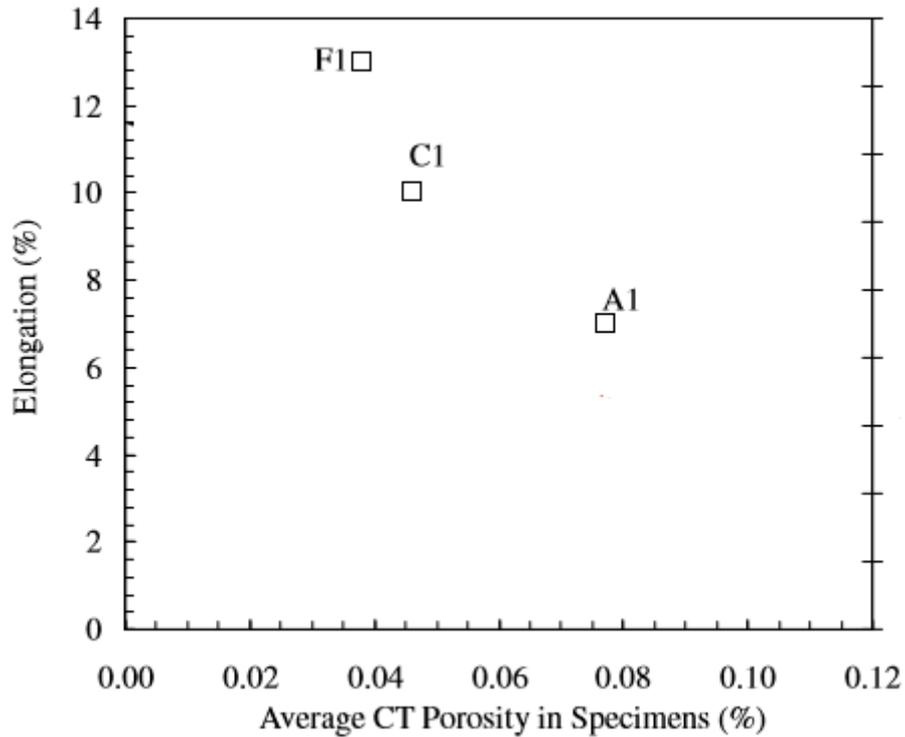


Figura 8.10: Elongación a la rotura en función del porcentaje de porosidad promedio en los especímenes.

En el caso de los Bloques de Estudio, la baja elongación a la rotura se puede justificar por lo antes dicho, en conjunto con las micrografías de las mismas realizadas dentro de la sección 7 en el punto 7.3.1.3. En ellas se observaron grandes cantidades de microfisuras previas al ensayo de tracción, por lo que la propagación de las mismas requiere una tensión menor que en el caso de los Keel Block que no las poseen.

En las figuras 8.11 BE3 A, BE3 B y BE4, sacadas de las muestras de probetas, se observan microfisuras nucleadas tanto en inclusiones de Ti de gran tamaño como en microrechupes, debido a la baja velocidad de enfriamiento presente en los Bloques de Estudio; ambos actúan como concentradores de tensión local generando la fractura de la probeta en tensiones menores en comparación a los Keel Block.

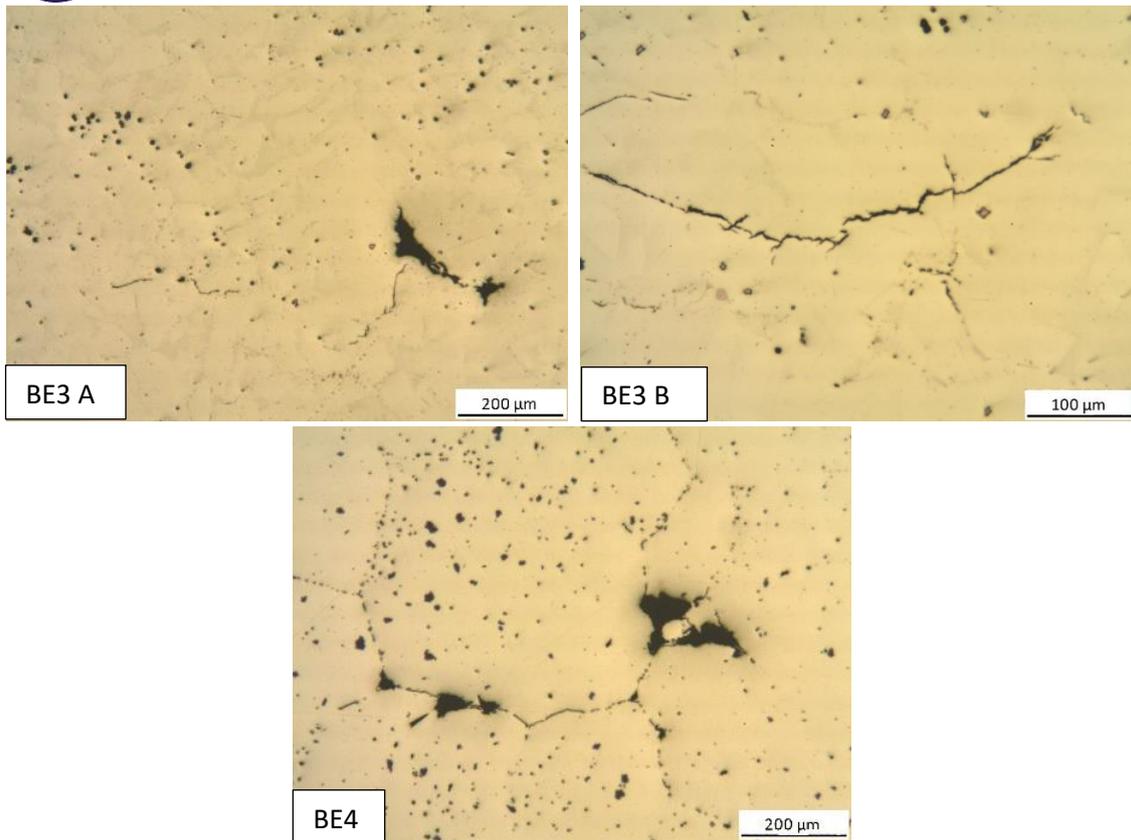


Figura 8.11 Micrograffías de muestras de Bloques de Estudio en estado as cast con distintos contenidos de Ti: BE3 A, B (0.13% Ti) y BE4 (0.2% Ti).

#### 8.4 Conclusiones

De manera general en el ensayo de tracción se observó una disminución en la elongación a la rotura con el aumento del porcentaje de titanio, el mismo causado por un aumento de la cantidad de precipitados de Ti, que tienen como consecuencia la fragilización de la microestructura y endurecimiento a la deformación. Los resultados de los ensayos mecánicos a los Keel Block y los Bloques de Estudio permitieron concluir que hay una diferencia en las propiedades mecánicas con el aumento del porcentaje de titanio, si se comparan muestras obtenidas de Keel Block y Bloques de Estudio para contenido de Ti constante.

Particularmente se observa que para los Keel Block, la dureza, la tensión de rotura y la tensión de fluencia son mayores para el caso de las muestras as cast que para aquellas normalizadas para un mismo porcentaje de Ti, debido a que las muestras normalizadas poseen una gran cantidad de ferrita en su microestructura como ha sido explicado en la sección 7. Gracias a esto ocurre que la elongación a la rotura es mayor para las muestras normalizadas en comparación de las muestras as cast para el mismo porcentaje de Ti.

Por último se observó que la velocidad de enfriamiento influye de gran manera en las propiedades mecánicas, ya que es culpable de la presencia de microchupes, precipitados coalescidos y fisuras en las muestras extraídas de los Bloques de Estudio, las cuales disminuyen en gran manera todas sus propiedades mecánicas (elongación, tensión a la rotura, tensión de



fluencia) en comparación a las propiedades mecánicas de las muestras extraídas de Keel Block para un mismo porcentaje de Ti.



## **9. Conclusiones Generales**

A partir de la problemática inicial planteada por la empresa, referida a la búsqueda de mejores propiedades en las piezas coladas para la industria petrolera (carretones), se realizó una investigación enfocada al estudio del efecto de los refinadores particularmente sobre la macroestructura de solidificación, la microestructura y las propiedades mecánicas resultantes.

Los resultados de la caracterización de la macroestructura de solidificación permitieron concluir que el incremento del porcentaje de Ti en la composición se traduce en un menor tamaño de grano para porcentajes cercanos al 0.13% de Ti, pero al aumentar a porcentajes cercanos al 0.2% implica un engrosamiento del grano. Esto podría estar relacionado con que al aumentar el porcentaje de titanio, los precipitados actúan como sitios preferenciales de nucleación de granos, sin embargo a porcentajes aún mayores, se permite la difusión y los precipitados se agrandan perdiéndose así la cantidad de sitios de nucleación. Por otro lado se observó que la macroestructura de solidificación de las Keel Block es más refinada en comparación a los Bloques de Estudio, esto está relacionado con que los Bloques de Estudio poseen una velocidad de enfriamiento menor lo cual implica precipitados más gruesos y menores sitios de nucleación durante la solidificación.

En cuanto a la caracterización microestructural del acero para distintos porcentajes de refinador de manera general se observaron en todas las micrografías grandes cantidades de inclusiones y microrechupes, poseyendo las muestras con refinador en su composición inclusiones de carbonitruros de Ti. Las inclusiones y microrechupes se encontraron más uniformemente distribuidos para los Keel Block que para los Bloques de Estudio, en los cuales se vieron más agrupados y de mayor tamaño. El hecho de que los microrechupes tengan un tamaño superior en los Bloques de Estudio, podría estar relacionado con el mayor tamaño de las zonas últimas en solidificar, producto de su menor velocidad de enfriamiento, lo cual a su vez también contribuye a la mayor concentración de las inclusiones.

Continuando con el análisis de la microestructuras resultantes se pudo concluir que existe una marcada diferencia en la microestructura con el aumento del contenido de Ti en la composición del acero. De manera general se observa una microestructura ferrítico-perlítica y un aumento en la cantidad de ferrita en la microestructura al aumentar el porcentaje de titanio. Esto estaría relacionado con dos factores, el primero es la disminución del tamaño de grano lo que cambia la templabilidad del acero como se vio en la figura 7.12; y el segundo es el efecto de los precipitados de Ti como sitios de nucleación preferenciales para la ferrita. Se observa también un aumento de la cantidad de precipitados de Ti con la cantidad de refinador. La principal diferencia en la microestructura entre los Keel Block y los Bloques de Estudio en estado as cast es que para los Keel Block se encuentra más refinada, esto estaría asociado con la velocidad de enfriamiento que es mayor para los Keel Block. Por otro lado, para los Keel Block las muestras normalizadas poseen un refinamiento mayor y una mayor cantidad de ferrita en su microestructura con respecto a las muestras de Keel Block as cast, esto está relacionado con el menor tamaño de grano que las muestras normalizadas poseen.

Los resultados de los ensayos de tracción permitieron concluir que hay una marcada diferencia en las propiedades mecánicas con el aumento del porcentaje de titanio. De manera general, en el ensayo de tracción se observó una disminución en la elongación a la rotura al



aumentar el porcentaje de Titanio. Esto es debido a que al precipitar carbonitruros de Ti que son partículas frágiles se fragiliza al acero. En el caso particular de los Bloques de Estudio, las propiedades mecánicas fueron bajas en comparación a los Keel Block, debido a la fragilización de los mismos por la presencia de fisuras preexistentes y concentradores de tensiones tales como partículas de Ti (C, N) de gran tamaño o rechupes. Se estipula que los mismos son causados por la baja velocidad de enfriamiento que permite la difusión atómica del Ti.

Como conclusión general, se realizaron los objetivos planteados del trabajo final. Sin embargo, se concluye que el Ti en las cantidades requeridas para refinar el grano fragiliza la microestructura perdiéndose las propiedades mecánicas. Es por ello que en el trabajo a futuro se ofrecen dos alternativas posibles.

En cuanto al plano personal, este trabajo ha sido de gran interés, ya que se trata de un problema concreto de la industria, en el cual pude aplicar algunos de los conocimientos de metalurgia adquiridos durante la carrera, lo cual demuestra que no son tan abstractos y sin aplicación, como uno piensa cuando cursa las materias.

A su vez, la realización de este trabajo me permitió conocer cómo es la modalidad de trabajo en un grupo de investigación como el de la División Metalurgia del INTEMA, lo cual representa una de las posibilidades del desarrollo de la profesión, y a tomar conciencia de que los niveles de precisión manejados en el ámbito de la investigación científica distan mucho de lo que se puede alcanzar en la industria.



## **10. Trabajo a Futuro**

En base a los resultados obtenidos en el presente proyecto final se plantean los siguientes trabajos futuros que tienen como objetivo lograr un refinamiento de grano con el fin de obtener mejores propiedades mecánicas y reducir la fragilidad del acero.

- Hacer ensayos con mismos contenidos de Ti pero agregando Nb en el mismo, como lo reportado en el trabajo de H. Adrian [38], lo cual reduce el tamaño y cantidad de los carbonitruros que se forman de manera que no fragilicen el acero aun manteniendo el refinamiento de grano buscado.
- Diseñar un ciclo térmico más eficiente, que busque mejorar las propiedades mecánicas finales de la pieza. El propuesto en este trabajo es el doble temple de la pieza. El doble temple tiene como ventaja la reducción del tamaño de grano, debido a que durante la re-austenización se precipitan carburos que actúan como centros de nucleación para nuevos granos [39].



## 11. Bibliografía

- [1] J.G. Zárate, «Influencia del tamaño de la pieza sobre la microestructura, templabilidad y propiedades mecánicas, en acero colado de baja aleación», UNMDP, 2015
- [2] D. V. Edmonds, «Advanced bainitic and martensitic steels with carbide free microstructures containing retained austenite» vol. 638, nº 110-117, 2010.
- [3] H. k. D. H. Bhadeshia, «Bainite in steels. Transformations, Microstructure and properties» vol. 1, nº 360, 2001.
- [4] J. Fekete, «New Developments in Advances High-Strength Sheet Steels» nº 1-5, 2008.
- [5] Xiang Chen and Yankiang Li, «Effects of Ti, V, and Rare Earth on the MEchanical Properties of Austempered High Silicon Cast Steel,» Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 37A, pp. 3215-3220, 2006.
- [6] Xiang Cheng and Yanxiang Li, «Fracture toughness improvement of asutempered high silicon steel by titanium, vanadium and rare earth elements modification» Materials Science and Engineering A, vol. 444, pp. 298-305, 2007.
- [7] Hanguang Fu, Yinu Qu, and Jiandong Xing, «Investigation of Solidification Structures of High Carbon Low Alloy Cast Steel Containing Re-V-Ti» vol. 18, nº 4, 2009.
- [8] H. Wang, J. Tan, L. Huang, «Effects and Mechanism of Titanium Modification on Structures of Cast Steel ZG270-500» Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., vol. 27, pp. 634-639, 2012.
- [9] M. Ohno and K. Matsuura, «Refinement of As-cast Austenite Microstructure in S45C Steel by Titanium Addition» ISIJ International, vol. 48, nº 10, pp. 1373-1379, 2008.
- [10] M. Sasaki, K. Matsuura, K. Ohsasa and M. Ohno, «Refinement of As-cast Austenite Grain in Carbon steel by Addition of Titanium» ISIJ International, vol. 49, nº 9, pp. 1362-1366, 2009.
- [11] B. L. Bramfitt, «The Effect of Carbide and Nitride Addition on the Heterogeneous Nucleation Behavior of Liquid Iron» Metallurgical Transactions, vol. 1, pp. 1987-1995, 1970.
- [12] T. Inada, «TiN Inclusion Formation during the Solidification of Stainless Steel, M.I.T., 1999.
- [13] H. Najafi and J. Rassizadehghani, «Effects of vanadium and titanium on mechanical properties of low carbon as-cast microalloyed steels» International Journal of Cast metals Research, vol. 19, nº 6, pp. 323-329, 2006.
- [14] C. García De Andrés, C. Capdevila, D. San Martín, F. G. Caballero, «Effect of the Microalloying elements on Nucleation of Allotriomorphic Ferrite in Medium Carbon-Manganese Steels» vol. 328, nº pp. 156-160, 2002.
- [15] H.S. El-Faramawy, S. N. Ghali, M. M. Eissa, «Effect of Titanium Addition on Behavior of Medium Carbon Steel», Central Metallurgical R & D Institute (CMRDI), 2012.
- [16] N. Hansen, «Hall-Petch relation and boundary strengthening» Sriptamaterialia, pp. 801-806, 2004.



- [17] Robert W. Cahn and Peter Haasen, de Physical Metallurgy, 1996, pp. Vol. 2 1589-1590, Vol. 3 2168-2169.
- [18] M. Ohno, C. Murakami, K. Matsuura and K. Isobe, «Effects of Ti addition on austenite grain growth during reheating of as-cast 0.2 mass% carbon steel» ISIJ International, vol. 52, pp. 1830-1840, 2012.
- [19] Y. Han, J. Shi, L. Xu, W. Q. Cao, H. Dong, «Effects of Ti addition and reheating quenching on grain refinement and mechanical properties in low carbon medium manganese steel» materials and Design, vol. 34, pp. 427-434, 2012.
- [20] J.H. Jang, C-H. Lee, H.N. Han, H.K.D.H. Bhadeshia, D-W. Suh., «Modelling the coarsening behaviour of TiC precipitates in high-strength, low-alloy steels» Materials Science and Technology, pp. 1074-1079, 2013.
- [21] A. Ghosh, A. ray, D. Chakrabarti, C. L. Davis, «Cleavage initiation in steel: Competition between large grains and large particles» Materials Science and Engineering, vol. A561, pp. 126-135, 2013.
- [22] A. Echeverría, J. M. Rodríguez-Ibabe, «the role of grain size in brittle particle induced fracture of steels» Materials Science and Engineering, vol. A 346, pp. 149-158, 2003.
- [23] J. M. San Martín, J. M. Rodríguez-Ibabe, «Determination of energetic parameters controlling cleavage fracture in a Ti-V microalloyed ferrite-pearlite steel» Scripta Materialia, vol. 40, pp. 459-464, 1999.
- [24] J.F. Knott, Proceedings of the 9th European Congress of Fracture, ECF9, «Reliability and Structural integrity of advanced materials», Varna, Bulgaria, 1992, EMAS, UK, 1992, p. 1375.
- [25] G.P. Gibson, M. Capel, S.G. Druce, in: J.G. Blauel, K.-H. Schwalbe (Eds.), «Defect Assessment in Components-Fundamentals and Applications»,ESIS/EGF9, Mechanical Engineering Publications, London, 1991, p. 587.
- [26] A. Echeverría, J.M. Rodríguez Ibabe, Proceedings of the 13th European Congress of Fracture, ECF13, «Fracture Mechanics: Applications and Challenges», San Sebastian, Spain, September 2000, Elsevier Science Publications, London, 2000.
- [27] R.A. Gonzaga, «Influence of ferrite and pearlite content on mechanical properties of ductile cast irons», University of Navarre, 2013
- [28] Rivera G, Boeri R and Sikora J. «Revealing and characterising solidification structure of ductile cast iron», Materials Science and Technology, Vol 18, No.6, pág: 691-697, 2002.
- [29] Rivera G, Boeri R and Sikora J. «Influence of the solidification microstructure on the mechanical properties of ductile iron», International Journal of Cast Metals Research., Vol. 11, pág: 533-538, 1999.
- [30] ASTM E112 Standard Specification for Determining Average Grain Size, 1996.



- [31]. Nicolás E. Tenaglia, Roberto E. Boeri, Alejandro D. Basso & Juan M. Massone, «Macro and microstructural characterisation of high Si cast steels – Study of microsegregation patterns», *International Journal of Cast Metals Research*, 2016.
- [32] ASTM E8M Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2016
- [33] ASTM E10 Standard Test Methods for Brinell hardness of Metallic Materials
- [34] Van Aken, D. C., Webb, T. O., Foley, R. D. and Griffin, J. A., «Porosity and Cleanliness Limitations on High Strength Steels», in *Proceedings of the 69th SFSA Technical and Operating Conference*, Paper No. 5.5, Steel Founders' Society of America, Chicago, IL, 2015.
- [35] Hardin, R.A., and Beckermann, C., «Effect of Porosity on Deformation, Damage, and Fracture of Cast Steel», *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 44A, 2013, pp. 5316-5332.
- [36] Wang, Q. G., «Microstructural Effects on the Tensile and Fracture Behavior of Aluminum Casting Alloys A356/357», *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 34A, pp. 2887-2899, 2003.
- [37] R. A. Hardin, C. Beckermann, «Effect of cooling rate and microporosity on mechanical performance of a high strength steel», University of Iowa, 2016.
- [38] H. Adrian, F.B. Pickering, «Effect of titanium additions on austenite grain growth kinetics of medium carbon V-Nb steels containing 0.008-0.018%N», University of Cambridge, 1991.
- [39] M.H. Khani Sanij, S. S. Ghasemi Banadkouki, «The effect of single and double quenching and tempering heat treatments on the microstructure and mechanical properties of AISI 4140 steel», Masoud, 2012.