**X CONFERENCIA INTERNACIONAL DE INGENIERÍA MECÁNICA COMEC 2019**

**Determinación de inclusiones no metálicas**

***Determination of non-metallic inclusions***

**Ing. Jesseca Blanco Perdigón1, Ing. Alain Marin Carrazana2**

1- Ing. Jesseca Blanco Perdigón. Ejército de Salvación, Cuba. ejdivcuba@enet.cu; jperdigon@nauta.cu

2- Ing. Alain Marin Carrazana. Empresa Siderúrgica Antillana de Acero, Cuba. alain@aacero.co.cu

**Resumen:** La presente investigación trata sobre el análisis de métodos metalográficos aplicables a las condiciones del laboratorio de Antillana de Acero, para la determinación de inclusiones no metálicas en los aceros que allí se elaboran. Para esto fue necesario una minuciosa búsqueda acerca del tema, validar la propuesta con ensayos prácticos que demostrasen la posibilidad de aplicación de los métodos y la elaboración de un procedimiento de trabajo a seguir para el posible empleo de dichos métodos. Además se realizó un análisis medioambiental y económico.

***Abstract:*** *This research deals with the analysis of metallographic methods applicable to the laboratory conditions of Antillana de Acero, for the determination of non-metallic inclusions in steels that are produced there. The work shows a thorough research on the subject, the validation of the proposed field with trials and the development of a working procedure to be followed for the possible use of such methods. We also carried out environmental and economic analysis.*

**Palabras Clave:** Determinación, Inclusiones no metálicas, Métodos, Metalográficos.

***Keywords:*** *Determination, Non-metallic inclusions, methods, metallographic.*

**1. Introducción**

Las inclusiones no metálicas (INM) son compuestos que constituyen interrupciones de la continuidad metálica, y frecuentemente afectan las propiedades mecánicas de los aceros. Su influencia en las propiedades mecánicas está en dependencia de su contenido en el acero, de su tamaño, género y dispersión, por lo que es de gran importancia conocer las diferentes formas de determinación e identificación de las mismas, para poder así controlar su presencia atendiendo a su estructura, origen y propiedades físicas y químicas.

Las fuentes fundamentales de las inclusiones en el acero son las siguientes:

* Inclusiones contenidas en los materiales de carga en el arrabio y en la chatarra.
* Inclusiones que han pasado al metal como resultado de la acción mecánica del metal sobre el revestimiento refractario del horno, del conducto de salida, de la cuchara, etc.
* Inclusiones formadas como resultado de las reacciones que se producen en el metal líquido o solidificado se llaman naturales o endógenas. Por su parte, las inclusiones exógenas son las que penetran en el metal líquido desde afuera por interacción química o mecánica no prevista [1]. Ellas son las que peor influencia tienen sobre propiedades del producto final tales como maquinabilidad y propiedades mecánicas

Hoy en día el sistema de gestión de calidad en la siderurgia Antillana de Acero, específicamente el control de la calidad, trabaja para rescatar controles que varios años atrás se realizaban.

Los últimos comentarios definen la siguiente **situación problémica:** Actualmente en la empresa no se realizan ensayos de laboratorio para determinar la presencia, cantidad y caracterización de las INM presentes en los aceros que allí se elaboran. Esto resulta totalmente negativo puesto que las INM son un factor dañino que afectan las propiedades mecánicas y la calidad de los aceros.

Por lo que se presenta el siguiente **problema** a resolver: ¿Cómo determinar las características de las inclusiones no metálicas en los aceros que se producen en Antillana de Acero?

El **objetivo** es: determinar las inclusiones no metálicas de los aceros que se producen en Antillana de Acero, mediante métodos de ensayo metalográficos aplicables a las condiciones del laboratorio de dicha empresa, para que el sistema de gestión de la calidad de esta siderurgia pueda contar con este tipo de ensayos.

**2. Metodología**

Actualmente en Antillana de Acero no se realiza ningún ensayo metalográfico microestructural. Esto resulta negativo puesto que no se certifica adecuadamente la calidad de su producto terminado, ya que se basan en la conformidad de una hornada solamente por el resultado obtenido en ensayos mecánicos. Este tipo de ensayos puede dar conforme y sin embargo la hornada no ser tan conforme como se presume, debido a que en su microestructura pueden estar presentes una serie de INM que afectan a largo y corto plazo la calidad del producto final. Es bueno recordar que las INM disminuyen la plasticidad del material, su soldabilidad, resistencia, maquinabilidad y lo pueden hacer propenso a la fatiga y al fenómeno de corrosión.

Si durante el ensayo de tracción se rompe una probeta inadecuadamente se dice que esto es producto de la composición química del acero, lo cual no es totalmente real. Se deben tener en cuenta otros factores como es el caso de las INM, que son concentradores de tensiones y por ende pueden afectar dicho ensayo. Esta empresa no tiene experiencia en este tema y no se ha establecido un método para determinarlas, aunque se ha conocido de su presencia. Debido a esto, se elaboró un proyecto de investigación en el que se involucró, la UDM (Unidad Docente Metalúrgica) de la CUJAE (Ciudad Universitaria José Antonio Echeverría), el CEADEN (Centro de Aplicaciones de Tecnológicas y Desarrollo Nuclear) y la empresa en el cual uno de sus objetivos es poder hallar un método que permita determinar las INM de las barras de Antillana, según las condiciones del laboratorio de esa entidad.

En las condiciones del laboratorio de Antillana de Acero algunos de los métodos de ensayos metalográficos como los antes descritos no pueden ser aplicados, puesto que no se cuenta con la técnica operatoria necesaria como es el caso de los métodos de: partículas magnéticas, magnetoscópico, ultrasónico y de microsonda electrónica. El laboratorio cuenta con los siguientes equipos: microscopios metalúrgicos, una pulidora metalográfica, una desbastadora y una secadora. Además está equipado con campana de extracción de gases.

Puede afirmarse que es necesario controlar las INM si se quiere ganar en calidad metalúrgica. Se hace indispensable cumplir con requerimientos tecnológicos para evitar la presencia de INM. Una correcta selección de la carga, desoxidación, desulfuración, desgasificación, cumplimiento de las normas de calidad, etc., evitaría este defecto tan nocivo. Caracterizar las INM, determinar su distribución y cantidad, permitiría detectar dónde es el fallo durante el proceso de elaboración, para atajar el problema lo antes posible. De este modo, se evitaría la continuación de la producción de hornadas no conformes.

**2.1. Método de Jernkontoret.**

Este método permite la determinación del contenido de INM en productos de aceros laminados o forjados. La evaluación de las INM en el acero laminado o forjado se hace por comparación con imágenes. De acuerdo a la forma y distribución de las inclusiones, las imágenes tipo se dividen en cuatro grupos principales, asignándoles la referencia A, B, C y D. El método de designación no está basado en la constitución de las inclusiones, sino en su morfología.

Grupo A: tipo sulfuro.

Grupo B: tipo alúmina.

Grupo C: tipo silicato.

Grupo D: tipo óxido globular. [2].

El procedimiento para su aplicación consiste en:

* Método de observación: El examen al microscopio puede hacerse de dos maneras, ya sea por proyección en un vidrio deslustrado o por observación directa a través de un ocular. El método de observación escogido debe mantenerse durante todo el ensayo. Para el primer método, debe tenerse cuidado que el aumento sea de 100x y que el diámetro real del campo sea de 0,8 mm; el tamaño de la imagen en el vidrio deslustrado es entonces 80 mm. Esta imagen así obtenida se compara con la imagen tipo.
* Examen.

Método A.Se examina toda la superficie pulida y para cada tipo de inclusión, se toma nota del número de referencia que se encuentra en el lado de la imagen tipo, que corresponde al campo examinado más desfavorable en las series fina o gruesa.

Método B. Se examina toda la superficie pulida y cada campo de la muestra se compara con las imágenes tipo. El número de referencia del campo (indicado en el lado de las imágenes tipo) que para cada tipo de inclusión corresponde al mejor campo examinado, se anota en serie fina o en serie gruesa.

Métodos A y B. Las inclusiones que tienen una longitud superior al diámetro del campo deben anotarse separadamente; lo mismo es válido para las inclusiones que tienen un espesor superior al de las imágenes tipo.

Los resultados pueden expresarse en una de las maneras siguientes:

* Indicación del número de referencia correspondiente al campo más desfavorable para cada tipo de inclusiones. [2].

Este método se basa en las normas:

* Norma panamericana COPAN 2:1 – 033 de junio de 1989, que es una homologación de la norma internacional ISO 4967.
* Norma internacional ISO 4967:1998 (E).

Estas normas coinciden en cada uno de sus aspectos, entiéndase: objeto de estudio, campo de aplicación, principio, muestreo, preparación de las muestras, determinación del contenido de inclusiones, expresión de los resultados e informe del ensayo. Aunque la norma 4967:1998 (E) al ser más moderna analiza no solo los tipos A, B, C y D de INM, sino también inclusiones DS (óxidos globulares grandes de diámetro de 13 μm – 76 μm). Esta norma además en la expresión de sus resultados establece una forma para determinar el índice de limpieza del acero mediante un factor de peso, lo cual se explicará a continuación (ver tabla 1):

Tabla 3.5. Factor de peso.

|  |  |
| --- | --- |
| **Números de índice i** | **Factor de peso fi** |
| 0,5 | 0,05 |
| 1 | 0,1 |
| 1,5 | 0,2 |
| 2 | 0,5 |
| 2,5 | 1 |
| 3 | 2 |

Luego se calcula el índice de limpieza por la fórmula siguiente:

 (1)

Donde:

fi – factor de peso.

ni – número de campos con el índice i.

S – área total de la muestra investigada (mm2).

Por otra parte las imágenes tipo empleadas están contempladas en la norma ISO 4967 (E) de 1998, por presentar una escala aceptable para una comparación lo más cómoda posible [3].

**2.2. Método desarrollado durante la investigación.**

Tras el estudio de los diferentes métodos para determinar INM, se desarrolló uno que fuera aplicable a las condiciones en que se encontraba el laboratorio de Antillana de Acero. De este modo este método se convierte también en una novedad científica, al ser otro método más, de los ya existentes para determinar INM.

 Este método se recomienda en caso de que se quiera obtener un resultado más preciso o se tenga una muestra con muchos tipos de INM según el primer método. Se ha elaborado tras los resultados experimentales y a partir de un estudio de los métodos de ataque continuo.

Para su aplicación se emplea el esquema siguiente (ver esquema 1):

**Esquema 3.1. Método desarrollado durante la investigación.**

Se debe pulir cuidadosamente la muestra preservando las INM.

*Atacar* 6s en una solución al 10% de HNO3 en alcohol.

Pulir nuevamente la superficie preservando las INM.

*Atacado:* **CaO**color gris y forma globular.

*Atacar* 30 s con solución acuosa de H2SO4 al 3%.

*Atacado:* **FeO** forma globular (redondeada) y color gris. **MnO** forma globular y color gris oscuro. **FeS** forma irregular con bordes redondeados distribuidos en el centro y en los bordes de los granos, color amarillo claro. **MnS** color gris claro. **Silicatos** forma globular de color gris oscuro (grisáceas) y gruesas. **Solución sólida de FeS – MnS** color gris oscuro o medio en dependencia de la cantidad de MnS.

Pulir nuevamente la superficie preservando las INM.

*Atacar* 5 min en solución acuosa de HF al 10%.

*Atacado:* **Silicato de hierro** que tiene aspecto de puntos negros.

Pulir nuevamente la superficie preservando las INM.

*Atacar* 10 min con solución saturada de KOH hirviente.

*Atacado:* **Silicato de manganeso** que tiene aspecto de puntos negros.

Pulir nuevamente la superficie y observar cuidadosamente.

Inclusiones cúbicas de color cobre rojizo, se pulen con dificultad: **TiN**.

Color malva brillante: **Cr2O3**.

*Atacar* con solución acuosa de sulfato de cobre II al 5% durante 30 s.

*Atacar* con solución acuosa de sulfato de cobre II al 5% durante 30 s.

*Atacado:* **SiO2** forma globular de color gris oscuro.

Pulir nuevamente la superficie preservando las INM.

*Atacar* con solución acuosa al 20% de NaOH durante 10 min.

*Atacado:* **Silicato de calcio** partículas esferoidales grises oscuras.

Pulir nuevamente la superficie y observar cuidadosamente.

Inclusiones no muy oscuras se pulen fácilmente.

Partículas finas de color muy oscuro difíciles de pulir sin que se piquen y no alargadas por el trabajo en caliente: **Al2O3 (alúmina)**.

Partículas angulosas pequeñas (cúbicas) de color azulado: **TiO2**.

Pedazos bastante grandes de lados agudos con manchas claras: **Arena**.

Las muestras deben observarse al microscopio con un aumento de 25x8 en campo claro. Para expresar los resultados, se debe analizar toda la muestra y escoger los 5 mejores campos para tener una referencia, si se desea, por acuerdo entre las partes, se podrá tomar una referencia mayor de 5 campos. Estos campos serán aquellos que sean representativos de la cantidad de inclusiones encontradas en la muestra examinada. En caso de que no se observe ninguna inclusión se tomarán los 5 campos como se estime conveniente. Para expresar los resultados se debe indicar en el informe la muestra que se está analizando, el grado y la hornada de acero. Además se debe plasmar los resultados en tablas que reflejen la presencia, cantidad y tipo de inclusiones finas o gruesas encontradas por cada campo visual, número de probeta y hornada.

**3. Resultados y discusión**

Tras la aplicación de estos métodos explicados anteriormente, los cuáles se validaron al examinar 12 probetas de cuatro hornadas diferentes; se puede afirmar que los métodos metalográficos seleccionados para determinar las INM son aplicables a las condiciones del laboratorio de Antillana de Acero. Es bueno recalcar que esta empresa tiene a su disposición los recursos necesarios para poder utilizar los métodos propuestos.

Por tanto es interesante comentar sobre los resultados de la presencia, cantidad y tipo de INM detectadas en las muestras de acero analizadas. Por el método de Jernkontoret se observa la presencia de sulfuros, alúmina, silicatos y óxidos globulares (grandes y pequeños) en las 4 hornadas que se estudiaron. La cantidad de óxidos globulares es mucho mayor que la presencia de otros tipos de INM, sobre todo en las hornadas 3–9507–I y 3–9580–I, aunque la cantidad de óxidos está bastante pareja en las 4 hornadas.

Las INM tipo óxidos empeoran las propiedades mecánicas de los aceros y disminuye la resistencia del acero a las altas temperaturas. Los óxidos también disminuyen la resistencia a la corrosión de los aceros al formar microceldas galvánicas. Por lo general surgen por una desoxidación insuficiente y una reoxidación por deficiencias durante el vaciado. El fenómeno de corrosión anualmente acarrea grandes pérdidas metálicas, puesto que entre otros aspectos disminuye la resistencia y vida útil del material. En las muestras se puede observar que están siendo atacadas por dicho fenómeno, lo que resulta interesante al no estar expuestos a ningún ambiente agresivo, sino todo lo contrario.

Por el método desarrollado durante la investigación se detecta gran presencia de óxidos del tipo de CaO, FeO, MnO, SiO2. El CaO puede surgir por una sobresaturación de cal al baño metálico. La presencia de FeO y SiO2 es mucho más significativa que la de los demás óxidos sobre todo la de SiO2. También aparece gran cantidad de silicato de hierro, manganeso y calcio. La presencia de silicato de manganeso es la más significativa, aunque no deja de ser considerable la cantidad de silicato de hierro y calcio. Los silicatos afectan la vida útil del material y disminuyen a su vez la maquinabilidad del acero.

Además se determina presencia de MnS, FeS y solución sólida de FeS – MnS, pero en menor medida que la de las demás INM detectadas. La cantidad de MnS y FeS es más significativa que la cantidad de la solución sólida de FeS – MnS. El FeS propicia la fragilidad del acero a 880 ºC y durante la laminación en caliente se pueden producir desgarres y grietas en el metal alrededor del FeS, lo cual se ha evidenciado en algunas muestras analizadas. El MnS disminuye las propiedades plásticas del acero y su tenacidad en el sentido transversal del laminado.

Es bueno precisar que la mayoría de las INM detectadas tienen forma globular y los ensayos realizados en el 2008 y 2009 por el CIME reportan presencia de INM de este tipo. Estas inclusiones no inciden de manera crítica en el ensayo de tracción, ni suelen afectar el ensayo de doblez, lo que se puede corroborar por los resultados obtenidos en el ensayo mecánico de las muestras analizadas (las cuales resultaron conformes tras estas pruebas), pero este tipo de INM suele afectar el ensayo de fatiga, impacto y el de resistencia a la corrosión (ensayos que no se realizan a las barras corrugadas).

El ensayo de tracción determina básicamente la resistencia del material en condiciones estáticas. El ensayo de doblez mide la elongación y un tanto la plasticidad del material. Por su parte, el ensayo de impacto mide la tenacidad que puede tener el material y el ensayo de fatiga busca la resistencia del producto en condiciones dinámicas. El ensayo de resistencia a la corrosión indaga sobre la resistencia del material ante dicho fenómeno.

**4. Conclusiones**

* Se realiza un estudio donde se determinan las condiciones del laboratorio de Antillana de Acero en cuanto a su equipamiento.
* Se efectúa, una exhaustiva búsqueda bibliográfica acerca de métodos para la determinación de las INM.
* Para la determinación de las INM se pueden emplear dos métodos metalográficos: a) micrográfico con ayuda de imágenes tipo según la norma COPAN 2:1–033 y la ISO 4967:1998; b) método desarrollado durante la investigación.
* Se elabora un método durante el desarrollo de la investigación lo que resulta un importante aporte del trabajo.
* Se valida la propuesta con los ensayos metalográficos realizados a las 12 probetas de metal laminado pertenecientes a las hornadas analizadas. Se detecta en los ensayos realizados una alta presencia de óxidos, silicatos e INM globulares.
* Las INM globulares encontradas en las muestras revelan, que desde el 2008 cuando el CIME detectó estas inclusiones, la empresa no ha tenido las condiciones para superar este problema.

**5. Referencias bibliográficas**

1. Borges García Yanay. Determinación del tamaño de grano e inclusiones no metálicas en acero al carbono en Antillana de Acero. Tutores: Dra. Caballero Stevens Nilda y Lic. Leal Lamas Luis. Trabajo de diploma. Ciudad Habana, octubre 1997. Pág. 14 – 16.
2. Método micrográfico con ayuda de imágenes tipo. Proyecto de Norma Panamericana COPAN 2:1–033. Pág. 1.
3. Micrographic method using standard diagrams. International Standard ISO 4967:1998(E). Pág. 34.
4. Compendio de autores. Medidas de seguridad en los laboratorios metalográficos. Tomado de: <http://apuntes.rincondelvago.com>. 13 de mayo de 2018.
5. Peraez Zuleyka, Mederos Julián. Técnicas novedosas para la determinación de inclusiones. Tomado de: http://[www.emchezgia.ru](http://www.emchezgia.ru). 30 de noviembre de 2012.