

04.67.06

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1967

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

IDENTIFICACION Y ORIGEN DE INCLUSIONES NO METALICAS EN ACEROS  
.J.N. Baez, C.M. Libanati, D.I. Vassallo, O. Wortman y Z. Zaretsky

Departamento de Metalurgia  
Buenos Aires - Argentina

IDENTIFICACION Y ORIGEN DE INCLUSIONES NO METALICAS EN ACEROS  
J.N. Baez\*, C.M. Libanati\*, D.I. Vassallo\*, O. Wortman\* y Z. Zaretsky\*\*

3

INTRODUCCION

Teniendo en cuenta que existe una íntima relación entre el proceso de fabricación del acero y el contenido y distribución de inclusiones no metálicas, es importante establecer métodos seguros para la identificación y contaje de las mismas a fin de estar en condiciones de:

- 1) Influir sobre el proceso de colada y desoxidación evitando aquellas condiciones que aparecen como causantes de la formación de inclusiones anormalmente grandes o con una distribución perjudicial.
- 2) Establecer métodos de control que permitan una mejor vigilancia del proceso de fabricación.

1. CONSIDERACIONES SOBRE LA FORMACION DE INCLUSIONES EN ACEROS

1.1. Oxidos

La presencia de diversos óxidos:  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $OMn$ ,  $OCa$ ,  $OFe$  puede deberse entre otras a las siguientes causas:

- a) reacciones entre los elementos desoxidantes y el oxígeno en solución;
- b) reacciones entre la escoria básica y los refractarios con los cuales el acero líquido está en contacto;
- c) reacciones que se producen entre distintos elementos con los refractarios que el acero encuentra desde el horno hasta la lingotera.

Estos óxidos pueden reaccionar entre sí dando como productos silicatos y aluminatos complejos cuyas combinaciones según las condiciones de equilibrio dan por resultado las distintas inclusiones no metálicas.

Se ha establecido en distintas investigaciones que entre el 80 y el 90% de las inclusiones macroscópicas son de carácter endógeno, es decir aquellas que

\* Departamento de Metalurgia de la Comisión Nacional de Energía Atómica Argentina  
\*\* Cerámica HAEDO S.A.

se obtienen como productos de la desoxidación del acero y que no se separan antes de la solidificación. Las condiciones de equilibrio teóricas y las experiencias realizadas en los últimos años han establecido las condiciones que hay que satisfacer para obtener el menor contenido de inclusiones.

El mejor método para remover la mayor parte del oxígeno disuelto en el acero, sin contaminarlo, es por tratamiento en vacío (1). Esto está sintetizado en la Fig. 1 que representa el producto del contenido de C y O para distintas presiones.

De este diagrama se desprende que se obtiene un contenido mínimo de inclusiones en los aceros fundidos en hornos de inducción bajo vacío, resultando una cantidad de oxígeno residual menor que  $1 \times 10^{-3}\%$ .

Pese a que el método de colada en vacío es el más aconsejable desde el punto de vista teórico, por razones económicas la desoxidación con elementos que tienen gran afinidad por el oxígeno sigue siendo el método más usual.

La manera de conducir la operación de desoxidación tiene gran importancia en la forma y distribución de las inclusiones no metálicas (2).

Se pueden establecer las siguientes premisas a seguir para obtener un acero limpio:

- 1) En el momento de la desoxidación, el acero debe tener el menor contenido posible de inclusiones;
- 2) Los desoxidantes deben poseer la mayor afinidad posible con el oxígeno de manera que con pequeñas adiciones de los mismos quede un mínimo de oxígeno residual.
- 3) Los productos de desoxidación deben ser de fácil y rápida separación.

Con respecto a este último punto debemos establecer las condiciones requeridas para que una partícula de tamaño determinado se separe del acero líquido.

La velocidad de ascenso de una partícula en un medio líquido está dada por la ley de Stokes que se expresa por la relación:

$$V = \frac{2 \cdot g \cdot r^2 \cdot (d_1 - d_2)}{9\eta}$$

V : velocidad de ascenso en cm/seg.

g : aceleración de la gravedad en cm/seg<sup>2</sup>

r : radio de la partícula en cm.

d<sub>1</sub> : densidad en g/cm<sup>3</sup> del líquido

d<sub>2</sub> : densidad en g/cm<sup>3</sup> de la partícula

η : viscosidad en  $\frac{\text{dinas} \times \text{seg.}}{\text{cm}^2}$

para acero esto se reduce a (3).

$$V = 8,38 \times 10^{-3} (6,946) r^2$$

Utilizando esta relación (4) se ha construido el diagrama de la Fig. 2 en la que se representa la velocidad de ascenso de la partícula para distintos radios y para distintas densidades.

Según esto y dada las dimensiones geométricas del balde de colada y de la lingotera, es posible determinar el tamaño máximo de la partícula que puede quedar retenida.

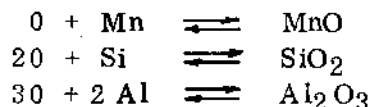
Para las dimensiones corrientes del balde utilizado en el proceso de fabricación del acero, trabajos rusos citados por Sims (3) han establecido experimentalmente que solamente partículas menores que 30 micrones pueden permanecer en éste por más de 30 minutos.

En términos generales estos datos permiten concluir que las inclusiones no metálicas en aceros se originan en procesos físicoquímicos durante la última etapa de la solidificación de los lingotes y que no son "la suma algebraica de las inclusiones adquiridas y perdidas durante el proceso" (Sims). Dada la fenomenología de la formación de inclusiones no es posible hacer una distinción clara entre las mismas según su origen.

Es común utilizar el término exógenas o endógenas a fin de señalar que han tenido su origen externamente o que se han creado por reacciones homogéneas en el acero.

Algunas inclusiones exógenas se forman por erosión mecánica de los refractarios con los cuales el acero está en contacto, pero su aporte al contenido total es reducido, como se verá luego. Otra manera de formación es a través de reacciones químicas del acero o la escoria con los refractarios, lo que origina partículas que pueden reaccionar luego entre sí o con óxidos de los productos de adición.

Las reacciones homogéneas que se producen y que dan origen a las inclusiones endógenas son entre otras, aquellas derivadas de las siguientes:



Estos óxidos precipitan y suministran los núcleos de las futuras inclusiones.

Los óxidos encontrados usualmente en aceros se pueden clasificar en 4 grupos (2).

1) Silicatos vítreos de baja plasticidad. Estos silicatos se encuentra principalmente en

aceros con alto Si y desoxidados con poco Al.

- 2) Silicatos vítreos de alta plasticidad: éstos generalmente se encuentran en aceros desoxidados con Si.
- 3) Silicatos y aluminatos de Fe y Mn que ocurren en aceros de alto C y desoxidados con Al.
- 4) Inclusiones de  $Al_2O_3$  que ocurren en aceros desoxidados intensivamente con Al.

## 1.2. Sulfuros y Nitruros

En general los sulfuros en aceros comerciales aparecen bajo la forma de una solución sólida de SFe y SMn.

Por su baja temperatura de solidificación el SFe se forma en los límites interdendríticos y se presenta no como glóbulos sino como envoltura (2).

Si se agrega Mn la reacción  $SFe + Mn \rightleftharpoons MnS + Fe$  tiene lugar a medida que la temperatura disminuye. De esta manera se forma una solución sólida de MnS y SFe.

Las inclusiones precipitadas son de color gris paloma o azulado dependiendo de la relación FeS a MnS.

En presencia de oxígeno los sulfuros forman inclusiones más complejas, dada la solubilidad mutua de ambos en estado líquido, y en consecuencia dando lugar a productos de desoxidación tales como las inclusiones de oxisulfuro que se encuentran en aceros comerciales.

No es posible terminar de referirse a las inclusiones en aceros sin incluir en éstas a los nitruros.

Cuando se utiliza Al como desoxidante y existe  $N_2$  presente en solución se forman nitruros de Al.

Estos nitruros son solubles en el acero a la temperatura de trabajado en caliente y precipitan entre 280 y 450°C (2) en bordes de granos disminuyendo la resiliencia del acero. Este efecto se evita por el agregado de Al en exceso que tiende a formar inclusiones masivas restituyendo la ductilidad al producto.

3            2.    **TECNICAS EXPERIMENTALES ESPECIALES UTILIZADAS PARA ESTUDIAR EL ORIGEN, COMPOSICION, CANTIDAD Y DISTRIBUCION DE INCLUSIONES NO METALICAS.**

Como consecuencia de la experiencia recogida al encarar el estudio de problemas relacionados con la presencia de inclusiones en aceros de distintos tipos se ha llegado a establecer que una secuencia lógica para la evaluación de inclusiones es la siguiente:

- a) aplicar un método confiable para establecer cuantitativamente el tenor y distribución de inclusiones;
- b) establecer la contribución relativa de los aportes exógenos en el total de inclusiones;
- c) identificar los elementos presentes en las inclusiones a fin de establecer con suficiente seguridad el origen de las mismas.

Para cumplir la secuencia propuesta se aplicaron los siguientes métodos:

- Metalografía y extracción cuantitativa de inclusiones.
- Trazadores radiactivos para el marcado de fuentes de inclusiones exógenas.
- Análisis elemental con microsonda electrónica para identificar inclusiones.

A continuación se hace la descripción de los mismos y se transcriben resultados obtenidos.

2.1.      Metalografía y extracción de inclusiones  

Si bien las técnicas metalográficas convencionales son de realización relativamente simple y sólo exigen equipos de poco costo, sus resultados dejan siempre un margen de incertidumbre cuando se trata de obtener resultados cuantitativos.

En el caso de exigirse una evaluación más exacta de la limpieza de un acero debe recurrirse a la extracción cuantitativa de las inclusiones no metálicas. Esta operación tiene tres finalidades:

- 1) Obtener de modo directo la cantidad de inclusiones presentes;
- 2) Permitir su análisis químico según técnicas microespectrográficas y rayos X;
- 3) Determinar cuantitativamente los elementos marcados si se emplean radioisótopos.

Las técnicas propuestas para realizar la separación entre constituyentes metálicos y no metálicos se basan en su diferente comportamiento físico-químico. Se pueden clasificar en:

- a) De disolución ácida;
- b) de separación por halógenos (5)(6);
- c) de separación electrolítica (7).

La separación de las inclusiones por disolución del hierro con un agente ácido adecuado, si bien no requiere equipos complicados, es apta parcialmente para  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

La técnica de disolución por halógenos comprende los métodos que emplean soluciones líquidas (soluciones acuosas o más frecuentemente alcohólicas de bromo o iodo) y aquéllos otros que usan cloro gaseoso. El inconveniente de las soluciones alcohólicas de halógeno estriba en la insolubilidad de algunos compuestos a que dan lugar los elementos de aleación. Las técnicas de clorinación gaseosa presentan como inconveniente la dificultad para controlar la reacción.

El método electrolítico es el que parece rendir resultados más satisfactorios. Teniendo en cuenta que los electrolitos de pulido metalográfico disuelven los carburos y que algunos no atacan las inclusiones, se ha desarrollado un método simple que suprime la etapa de la eliminación de los carburos por cloración.

La técnica está basada en la disolución del metal en condiciones semejantes a aquéllas en que se realiza el pulido metalográfico. En esas condiciones se obtiene en primer lugar una disolución de todos los elementos metálicos y carburos sin ataque de los óxidos, en segundo lugar se impide la formación de películas de óxido en la superficie del metal.

### 2.1.1. Descripción del método y resultados obtenidos

El electrolito usado tiene la siguiente composición:

Butyllosolve	90%
Acido Perclórico	10%

y permite la disolución de hasta 2 gramos de hierro por cada  $100 \text{ cm}^3$ , trabajando con una densidad de corriente de  $10 \text{ mA/cm}^2$  y una tensión entre 15 y 25 volts.

La disolución se realiza en un equipo semejante a una celda de pulido electrolítico en la cual no se agita la probeta. Tiene dispuesta debajo de la probeta un embudo y tubo centrífugo, de cuarzo, para recoger las inclusiones desprendidas. La celda debe refrigerarse con agua para evitar un excesivo calentamiento del baño. En la Fig. 3 se muestra el dispositivo empleado

El método operatorio es el siguiente:

- 1) Envejecer el electrolito puliendo en él, durante algunos minutos, la probeta a disolver.
- 2) Filtrar el electrolito y armar la celda.

- 3
- 3) Pesar la probeta y luego iniciar la electrólisis ajustando la densidad de corriente el valor de  $10 \text{ mA/cm}^2$  aproximadamente.
  - 4) Prolongar la disolución hasta que se hayan disuelto entre 10 y 20 grs. de la probeta. Esto se puede estimar de acuerdo a la velocidad de disolución empleada (generalmente 0,3 á 0,5 gr/hora). Puede también medirse exactamente haciendo pesadas en la probeta y continuando la disolución hasta el valor deseado.
  - 5) Una vez completada la disolución se quita la probeta y se deja decantar el baño por 2 horas.
  - 6) Retirar el electrolito lentamente por sifón, dejando únicamente el que llena el tubo de centrífuga.
  - 7) Retirar el embudo y lavar con alcohol recogiendo el líquido de lavado en otro tubo de centrífuga limpio.
  - 8) Distribuir la carga de los dos tubos de centrífuga y centrifugar. Unir luego los dos residuos en un solo tubo y volver a lavar y centrifugar por tres veces.
  - 9) Secar en estufa una hora, enfriar y pesar.
  - 10) En el mismo tubo atacar con HCl al 10% 3 hs. a  $60^\circ\text{C}$ .
  - 11) Centrifugar, lavar, secar y pesar.
  - 12) Calcinar a  $900^\circ\text{C}$  hasta pesada constante.

El ataque de la probeta en las condiciones de pulido se autoregula por formación de una capa densa y viscosa, con alta concentración de productos de ataque, que se renueva continuamente por gravedad. La operación por lo tanto no requiere prácticamente ninguna atención. En caso de algún inconveniente el operador advertirá por la desaparición del pulido de la muestra.

El electrolito usado reúne las siguientes ventajas:

- a) Disuelve completamente los componentes del acero menos las inclusiones de óxidos (Fig. 4).
- b) No origina productos de reacción de difícil eliminación posterior.
- c) Permite mantener condiciones de pulido en superficies relativamente grandes, sin requerir agitación de la probeta ni del electrolito.
- d) Tiene una velocidad de disolución relativamente alta que permite disolver del orden de 10 a 15 grs. de acero en 24 hs.
- e) Permite disolver suficiente cantidad de acero requerida por el ensayo sin saturarse ni perder sus características.



f) Es estable, no explosivo, no desprende vapores tóxicos.

En la Tabla I se dan como ejemplo de la aplicación de este método los valores obtenidos en el análisis de un acero SAE 8620 en el cual se estudiaron las diferencias de distribución de inclusiones entre centro y borde de palanquilla.

## 2.2. Microanálisis de inclusiones mediante sonda electrónica

El conocimiento de las inclusiones no metálicas en aceros ha sido incrementado considerablemente con el uso de la microsonda electrónica (8)(9). La posibilidad de análisis elemental, "in situ", de partículas de algunos micrones de diámetro permite, en el caso de las inclusiones, identificar rápidamente los diferentes tipos presentes en un acero. Este tipo de análisis elemental unido al conocimiento de la historia de fabricación del acero permite, en muchos casos, establecer el origen de inclusiones o bien reducir el número de causas probables de las mismas.

Recordando brevemente el principio del aparato, digamos que mediante una sonda electrónica acelerada, focalizada sobre la muestra en estudio (diámetro de la sonda del orden de un micrón), se excita la radiación X característica de los elementos que la componen. Esta radiación se analiza mediante espectrómetros adecuados y se obtiene una medida de su intensidad utilizando contadores proporcionales.

Los datos acerca de la constitución de la inclusión pueden ser cualitativos o cuantitativos. Los primeros permiten, muchas veces, conocer el posible origen de la inclusión y comprobar su grado de homogeneidad; los segundos proporcionan la composición química, que permite determinar el tipo de compuestos que forman la inclusión.

El análisis cuantitativo exige otro tipo de determinación, ya que deben compararse las intensidades de las radiaciones de los elementos presentes en la inclusión con las emitidas por los respectivos patrones.

Con las microsondas modernas pueden analizarse los elementos hasta el número atómico 5 (Boro), esto incluye el oxígeno, nitrógeno y carbono elementos de gran importancia en la constitución de los aceros y de sus inclusiones.

En el caso de elementos livianos, diferencias en las uniones químicas pueden producir corrimientos en el espectro característico de rayos X, por lo tanto debe usarse como patrones los compuestos químicos que se suponen forman la inclusión a fin de evitar errores al aplicar fórmulas de corrección en el análisis cuantitativo.

La precisión del análisis es de  $\pm 1$  a 5% con límite de sensibilidad de detección comprendido entre el 0,1 y 0,5%, según los elementos. Esto significa que no puede utilizarse para el análisis de trazas.

### 3 2.2.1. Método experimental y resultados

Para la realización del análisis de inclusiones por microsonda, la muestra debe ser pulida metalográficamente, evitando todo relieve superficial. Deben preferirse los métodos de pulido mecánico (serie de papeles, alúmina y finalmente diamante). El pulido electrofítico o químico no se aconseja pues puede conducir a la formación de relieves. Con el objeto de asegurar una buena conducción del haz electrónico es necesario realizar un metalizado superficial adecuado. Generalmente se usa cobre vaporizado en vacío. En el caso de análisis cuantitativo se debe efectuar un metalizado simultáneo de los patrones a utilizar a fin de que éstos presenten las mismas características superficiales.

#### 2.2.1.1. Análisis de inclusiones.

En la Fig. 5 se muestra la micrografía, la imagen electrónica positiva y la serie de imágenes X obtenidas en el análisis de inclusiones, en una partida de acero SAE 5160, obtenido por fusión en horno eléctrico de 10 Tn con revestimiento básico de magnesita (OMg 96%, OCa 2%).

En la Fig. 6 se muestra la micrografía e imágenes electrónicas y X correspondientes a una inclusión que forma parte de una cadena que por su morfología se presumía era de aluminatos. Pertenece a un acero SAE 5155 producido en horno eléctrico de 20 Tn con revestimiento básico. Colado por placa en lingote de cabeza caliente. Desoxidado con Al y SiCa.

En la Fig. 7 se muestra la imagen electrónica e imágenes X correspondientes a inclusiones de aluminatos en forma de cadena y de silicatos.

### 2.3. Método de los trazadores radiactivos para determinar influencia de refractarios y escoria en la formación de inclusiones

Para una correcta evaluación de las causas de formación de inclusiones no metálicas es de fundamental importancia estudiar el comportamiento de refractarios y escorias durante la colada. Los radioisótopos constituyen una excelente herramienta en estos estudios, existiendo al respecto numerosos antecedentes (10)(11).

Refractarios y escorias pueden ser marcados por medio de radioisótopos incorporados a los mismos en forma homogénea y estable. Así marcados, estos materiales pueden ser seguidos en su distribución y destino, transitorio o final, por la propiedad de los radioisótopos de emitir radiaciones penetrantes. Estas radiaciones pueden ser detectadas y medidas usando técnicas apropiadas, lo que permite hacer el balance de los materiales marcados. El método resulta más o menos complejo según el tipo de experiencia a realizar. La sensibilidad es muy elevada. En ensayos a escala industrial nos ha sido posible medir cuantitativamente contenido de inclusiones del orden de 5 p.p.m. ( $5 \times 10^{-4}\%$ ), provenientes de material refractario marcado con radioisótopos en niveles de actividad del orden de  $10^{-1} \mu\text{C/g}$ . Esta sensibilidad puede aún elevarse en varios órdenes, pero existen limitaciones por razones de seguridad sanitaria.

2.3.1. Descripción de la técnica experimental usada en el estudio del comportamiento de refractario de fosa y su contribución al tenor total de inclusiones oxidadas. Resultados experimentales.

El método comprende las operaciones siguientes:

- 1) Selección del radioisótopo y marcado del material refractario
- 2) Colada del acero
- 3) Muestreo del refractario y de lingotes y/o palanquilla luego de la colada
- 4) Mediciones de radiactividad en las muestras de refractario y acero a fin de evaluar:
  - a) erosión del refractario durante la colada;
  - b) tenor de inclusiones provenientes del refractario;
  - c) distribución de inclusiones radiactivas a lo largo de la palanquilla.

Describiremos en detalle cada una de estas etapas para el caso de ensayos realizados como parte de un estudio de evaluación de inclusiones.

2.3.1.1. Selección del radioisótopo y marcado del refractario.

Para el marcado de los refractarios se debe seleccionar un radioisótopo que reúna en lo posible las siguientes características:

- a) formar compuestos estables con los elementos constitutivos del refractario;
- b) emisión de radiación gamma de elevada energía para facilitar la detección con cristal de centelleo;
- c) vida media corta pero no inferior a algunos días;
- d) baja o mediana radiotoxicidad;
- e) de producción económica

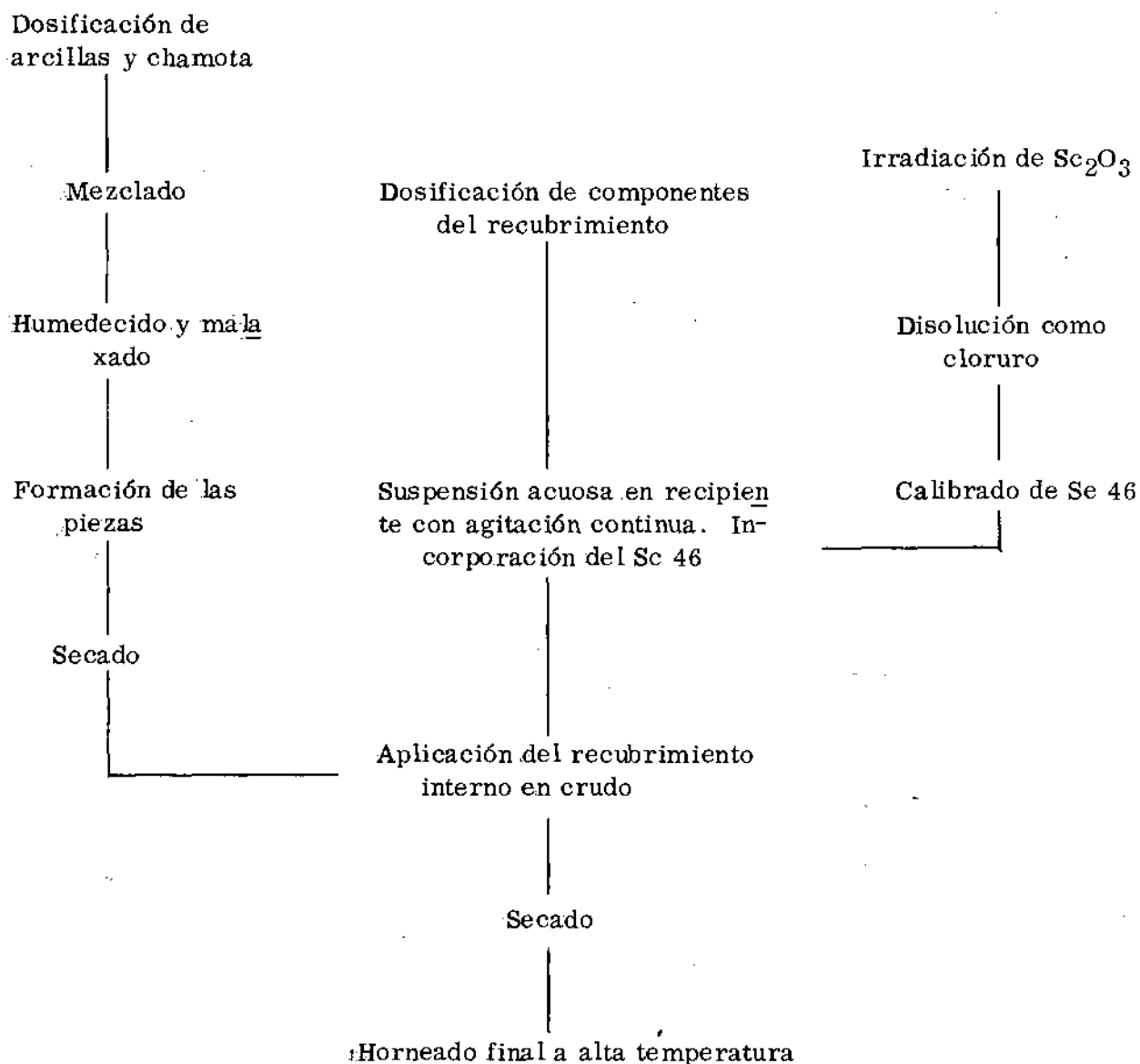
Para las experiencias que se describen se utilizó Sc 46 producido en el reactor RA-1 de la Republica Argentina, donde se dispone de un flujo de  $2 \times 10^{12}$  n/cm<sup>2</sup> seg. Las características principales del Sc 46 son:

Período de semidesintegración	84,2 días
Radiación gamma	99,5% - 0,89 MeV 100% - 1,12 MeV
Radiación beta	99,5% - 0,36 MeV 0,5% - 1,2 MeV
Radiotoxicidad	moderada

De acuerdo con el programa de ensayos se hicieron dos tipos de marcado: uno superficial y otro en forma masiva.

La marcación superficial se hizo sobre refractarios de fosa, de calidad especial, que poseen un recubrimiento interior de alta refractariedad. El esquema

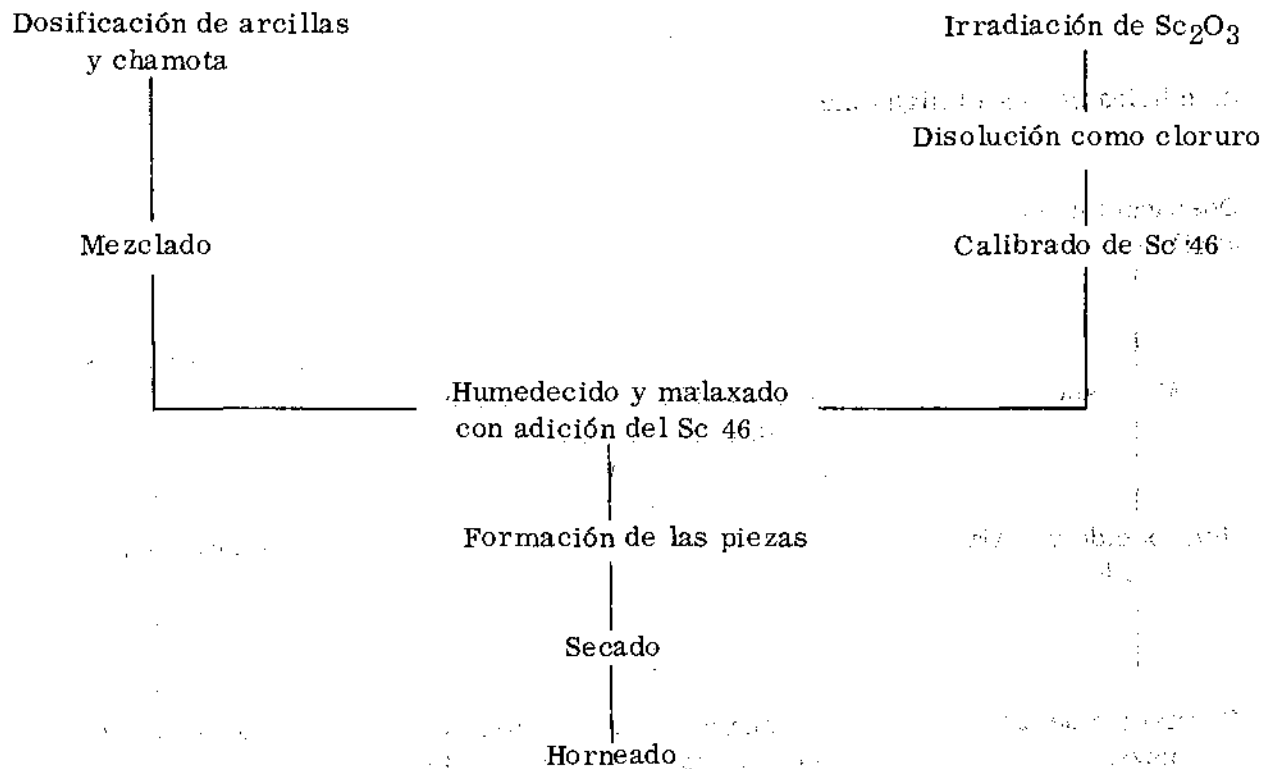
3 de fabricación es el siguiente:



La cantidad calculada de Sc 46 fué inoculada directamente en el recipiente agitador que contenía un volumen medido de suspensión acuosa de recubrimiento crudo con una proporción del 48% de sólidos. Estando el recipiente provisto de una agitación intensa, queda asegurada una rápida y homogénea distribución del radioisótopo.

Peso de recubrimiento por unidad de área	0,10 gr/cm <sup>2</sup>
Actividad específica en el esmalte cocido	0,15 μC/g

El esquema de preparación del refractario marcado en forma masiva es el siguiente:



La operación de humedecido y malaxado se realizó sobre pastones de 40 kgs y agregando 8 mC de Sc 46, con lo que se obtuvo una actividad específica en las piezas de 0,2  $\mu\text{C}/\text{gr}$ .

#### 2.3.1.2. Colada del acero.

Se efectúa en la forma habitual, pero armando la fosa con el refractario marcado.

#### 2.3.1.3. Muestreo

En el caso de estudiar desgaste del refractario las muestras de éste fueron tomadas en el momento mismo del desmolde retirando trozos del mismo de las posiciones prefijadas (Fig. 8).

Los lingotes fueron muestreados tomando trozos de palanquilla, de 20 cm de largo cada metro o cada 3 metros según los casos.

#### 2.3.1.4. Mediciones de radiactividad.

Para las mediciones de la radiactividad de las muestras se utilizó el método de comparación con testigos calibrados, preparados con el mismo material refractario marcado y de igual geometría que las probetas cortadas de las muestras.

#### Desgaste del refractario

En estos ensayos se usaron refractarios marcados superficialmente. La geometría de detección usando cristal de centelleo plano, se muestra en la Fig. 9.

3

El valor de radiactividad medido se expresó como % remanente con respecto a la radiactividad de muestras testigos tomadas de piezas marcadas, preparadas simultáneamente con las usadas en el ensayo. Los valores de desgaste son inversamente proporcionales a la radiactividad remanente. En la Fig. 10 se puede observar que las zonas más erosionadas son las correspondientes a la parte estrecha del embudo y a los caños de madre. Bastante menor resulta en los canales de colada.

#### Inclusiones radiactivas

Los testigos para la medición cuantitativa de inclusiones provenientes del refractario marcado se preparan por uno de los métodos siguientes:

- a) A través de pequeños orificios, introducir en probetas de acero, de dimensión normalizada, pequeñas cantidades pesadas de refractario marcado (distribución heterogénea).
- b) Sinterizar polvo de hierro con cantidades conocidas de refractario marcado (distribución homogénea).

El equipo de medición se calibra con estos testigos (Fig. 11). La curva de calibración permite determinar el peso de refractario marcado en las muestras según la radiactividad medida.

En la Tabla II se dan los valores obtenidos en un ensayo en que se utilizaron refractarios de fosa marcados masivamente, con el fin de determinar su contribución al tenor total de inclusiones de óxidos. El valor total de inclusiones de óxidos fué determinado por el método de extracción electrolítica y la comparación correspondiente se da en la Tabla III.

#### Distribución de inclusiones radiactivas

En ensayos con refractario de fosa marcado, como los descritos, resulta posible además conocer la distribución del refractario erosionado, a lo largo del lingote. Para ello se pueden tomar muestras en la palanquilla desde el pie hasta la mazarota. De estas muestras se cortan probetas cuya radiactividad se mide en condiciones de igual geometría de detección. En la Fig. 12 se muestra la curva obtenida en un ensayo. Se observa que el material refractario erosionado se ha concentrado en la escoria del lingote apareciendo en las probetas tomadas de la mazarota.

## 2.4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha descrito la metodología aplicada a fin de estudiar la cantidad, distribución y origen de inclusiones no metálicas en aceros.

El método de extracción cuantitativa de óxidos por vía electrolítica descrito puede ser utilizado con ventajas en controles rutinarios de planta.

El uso de la microsonda electrónica permite identificar los componentes de inclusiones contribuyendo a su conocimiento y facilitando la determinación de su origen.

Los trazadores radiactivos resultan adecuados para estudiar el papel que juegan los distintos refractarios en la formación y distribución de inclusiones a lo largo del proceso de colada. Facilita así la elección de la calidad de refractario más adecuado desde el punto de vista técnico económico para los distintos tipos de aceros.

#### BIBLIOGRAFIA

- (1) Plöckinger, E. - Special Report No. 77, P. 51 - Iron and Steel Institute - Londres 1963.
- (2) Van Horn, C. - Aluminium in Iron and Steel - Wiley
- (3) Sims, E. - Transac. AIME, Vol. 215, June 1959, p. 367
- (4) "Un procédé rationnel d'elaboration d'acier sans inclusions", Revue de Metallurgie 1942. Vol. 39, p. 331
- (5) Kiessling, R. y Lange N. - JISI Special Report No. 90
- (6) Kiessling, R., Bergh S. y Lange, N. - JISI, 201, 509 (1963)
- (7) Walz H. y Bloom R.A., Journal of Metals, 12, 928 (1960)
- (8) Libanati, C.M. - "Aplicaciones metalúrgicas de la microsonda" Segundas Jornadas Metalúrgicas - SAM (1966)
- (9) Kiessling R., Lange N. - Jernkont. Ann. 148 (1964) 1 á 6; 149 (1965) 4, 5, 6, 10, 11.
- (10) Saito T., Smimanuki R. y otros - "Radioisotopes in Scientific Research" 1st. Int. Conf. (UNESCO) Vol. I, Paris (1957)
- (11) Richardson H.M. - JISI, Special Report No. 77, Londres (1962)

TABLA I

Valores correspondientes a la determinación cuantitativa de inclusiones de óxidos en un acero SAE 8620.  
Método de extracción electrolítica. Reactivo: 10% Acido Perclórico  
90% Butylcellosolve.

Probeta	Centro de Palanquilla				
	Acero disuelto gr.	Residuo seco mg	Insol. en HCl mg	Residuo cal- cinado mg	Inclusiones de óxidos %
Corte 1	16,80	14,10	3,80	1,85	0,0110
Corte 2	17,78	10,10	3,85	2,70	0,0150
Corte 3	13,40	6,40	2,75	1,60	0,0120
Corte 4	12,51	9,15	3,55	1,59	0,0128
Corte 5	15,61	10,01	4,10	1,30	0,0083

Probeta	Borde de Palanquilla				
	Acero disuelto gr	Residuo seco mg	Insol. en HCl mg	Residuo cal- cinado mg	Inclusiones de óxidos %
Corte 1	16,32	4,05	1,45	0,85	0,0052
Corte 2	15,84	5,55	1,90	0,85	0,0054
Corte 3	13,63	6,75	1,40	0,45	0,0033
Corte 4	14,02	7,70	2,25	1,15	0,0082
Corte 5	---	---	---	---	---



TABLA II

Valores correspondientes a un ensayo para determinar contribución de refractarios de fosa al tenor total de inclusiones de óxidos: Acero SAE 8620. Refractario de fosa marcado con Sc 46 en forma masiva.

Lingote	Posición	Radiactividad (1) cuentas/min.	Peso de refrac- tario según curva de cali- brado. mg.	Peso de probeta gr.	Inclusiones radiactivas % . 10 <sup>-3</sup>
A-10	1	314 ± 10	2,4	283	0,85
	2	363 ± 11	2,8	296	0,95
	3	239 ± 8	1,9	278	0,70
	4	733 ± 21	5,6	292	1,90
	5	259 ± 8	2,0	279	0,70
	6	242 ± 8	1,9	286	0,65

(1) Valores promedios tomados sobre tres muestras por posición

TABLA III

Comparación entre inclusiones de óxidos totales y el aporte de refractario de fosa. Acero SAE 8620 colado con refractario de fosa marcado masivamente con Sc 46.

Lingote	Posición	Inclusiones radiac- tivas (refractario de fosa) % . 10 <sup>-3</sup>	Inclusiones totales de óxido (método elec- trólítico) % . 10 <sup>-3</sup>	Contribución de re- fractario de fosa al tenor total de inclu- siones de óxidos. %
A-10	1	0,85	11,0	7,8
	2	0,95	15,0	6,3
	3	0,70	12,0	5,9
	4	1,90	12,8	14,8
	5	0,70	8,3	12,0
	6	0,65	--	--
Promedios		0,96	11,8	8,12

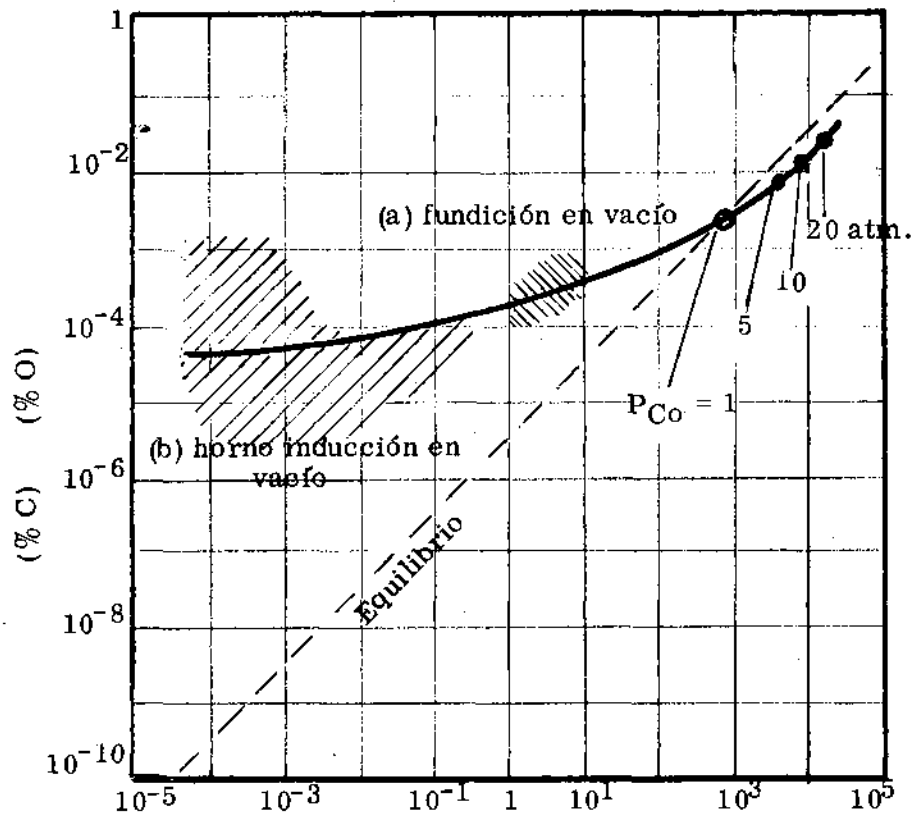


Fig. 1 - Influencia del tratamiento en vacío sobre concentración de oxígeno y contenido de inclusiones.

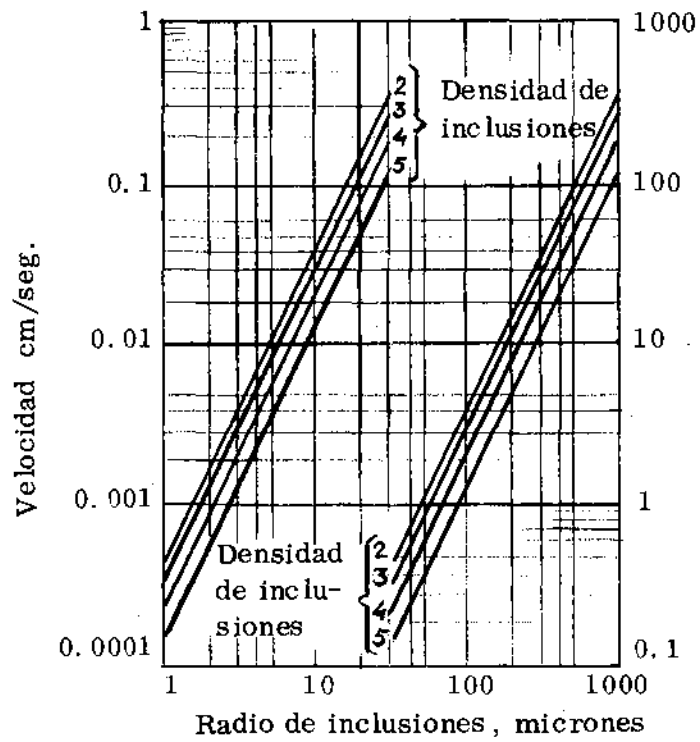


Fig. 2 - Velocidad de ascenso de inclusiones en acero líquido.

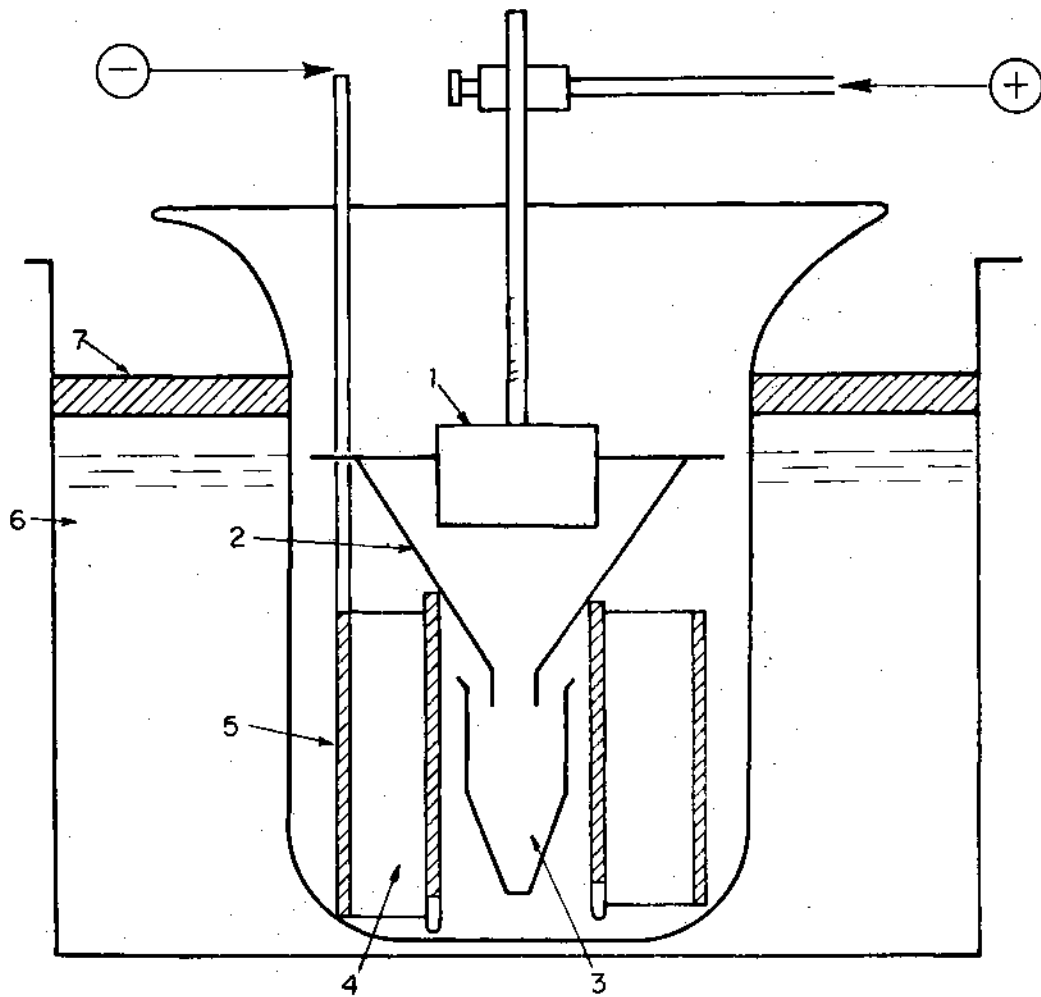


Fig. 3 - Celda electrolítica para extracción de inclusiones de óxidos en aceros. Referencias:  
 1: probeta; 2: embudo; 3: tubo de centrifuga en cuarzo;  
 4: soporte de vidrio; 5: cátodo de acero inoxidable;  
 6: agua para refrigeración; 7: soporte de Lucite.



Fig. 4 - Inclusiones filiformes parcialmente extraídas por disolución electrolítica del acero.

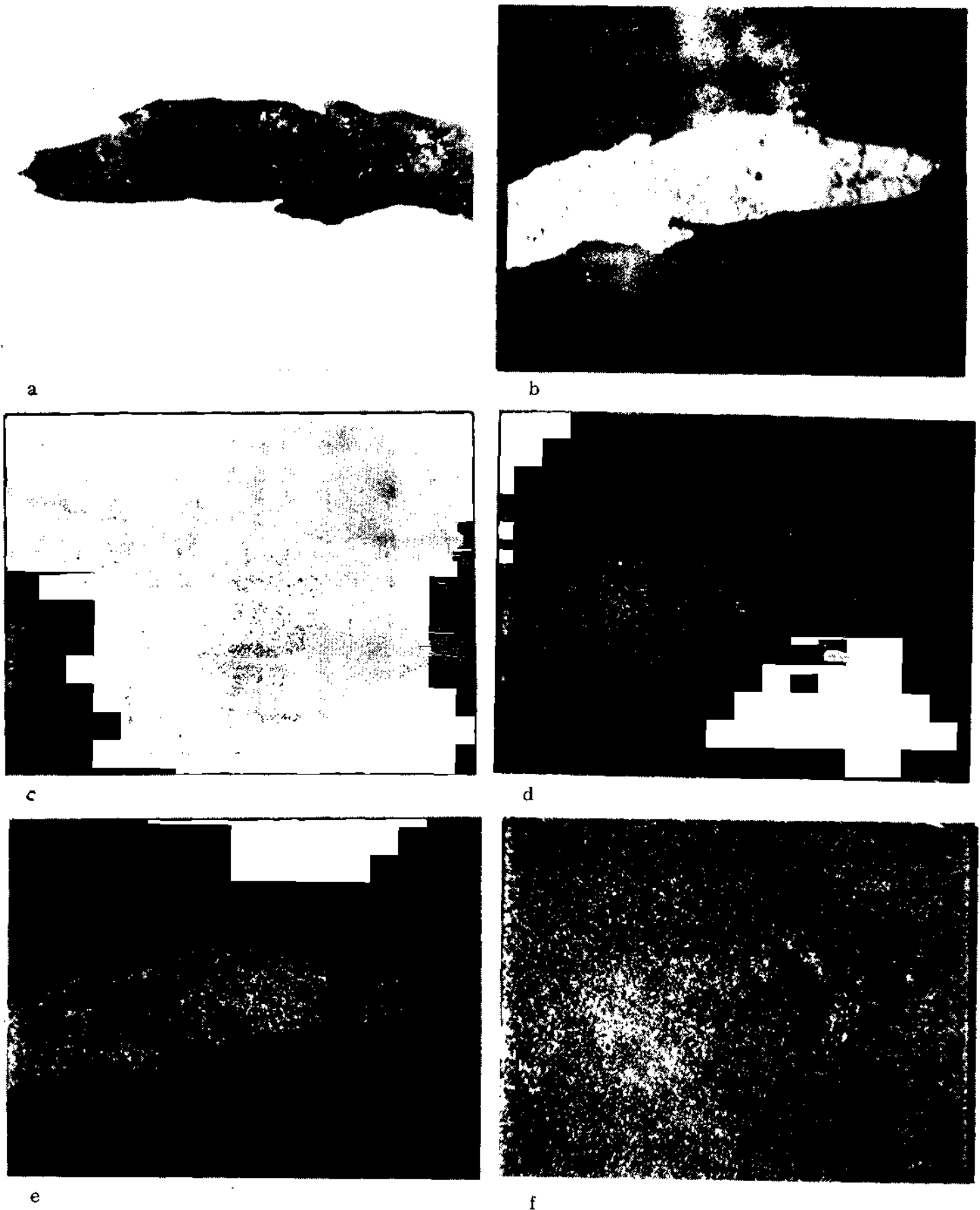
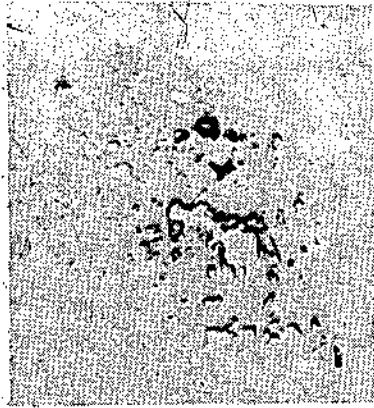
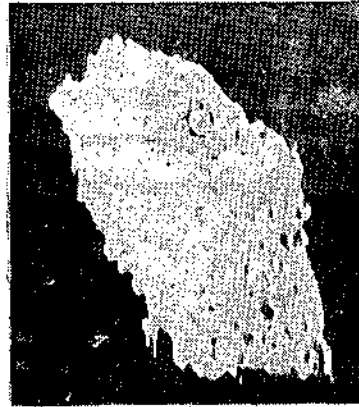


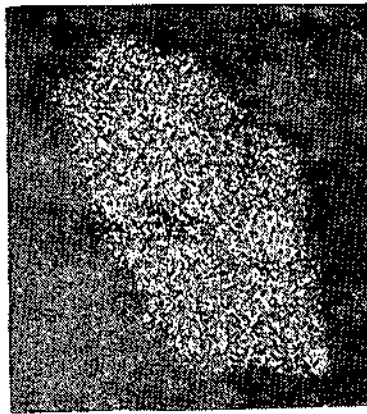
Fig. 5 - Microsonda electrónica. Inclusiones en acero SAE 5160.  
a) Micrografía; b) Imagen electrónica  $\dagger$ ; c) Imagen X de Si  
d) Imagen X de Ca; e) Imagen X de Al; f) Imagen X de Mn.



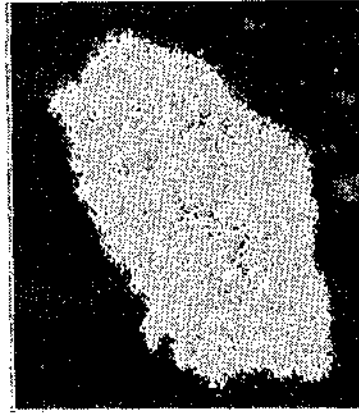
a



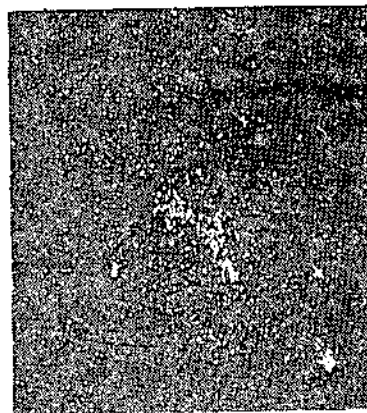
b



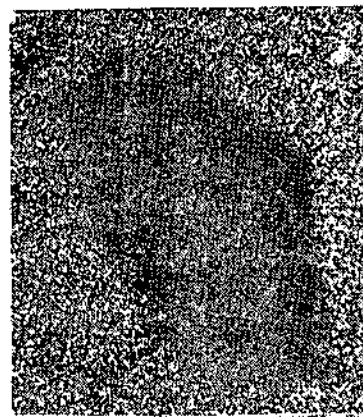
c



d



e



f

Fig. 6 - Microsonda electrónica. Inclusión en acero SAE 5155  
a) Micrografía; b) Imagen electrónica; c) Imagen X de Al;  
d) Imagen X de Ca; e) Imagen X de Ti; f) Imagen X de Mn

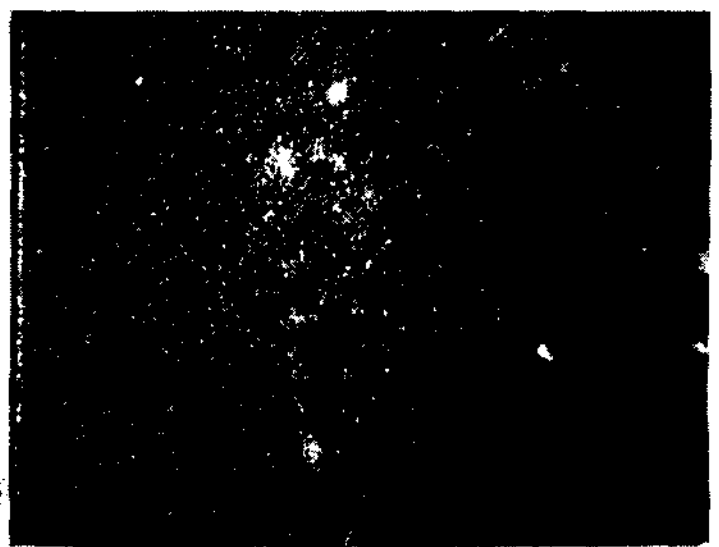
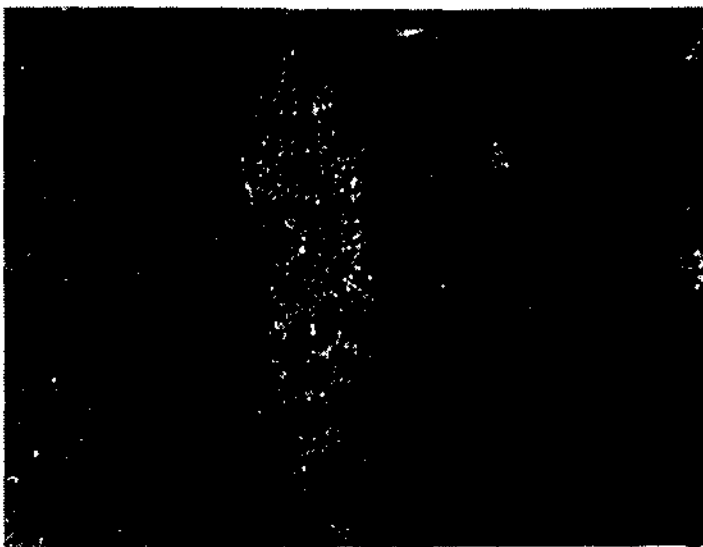
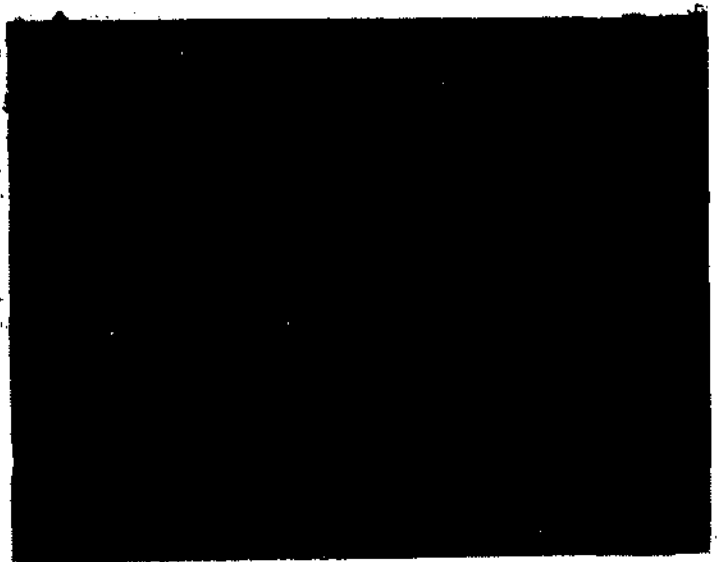
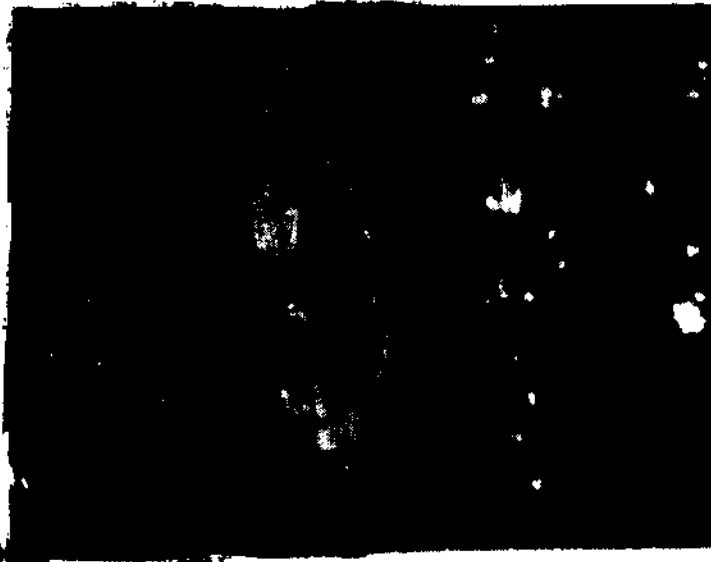
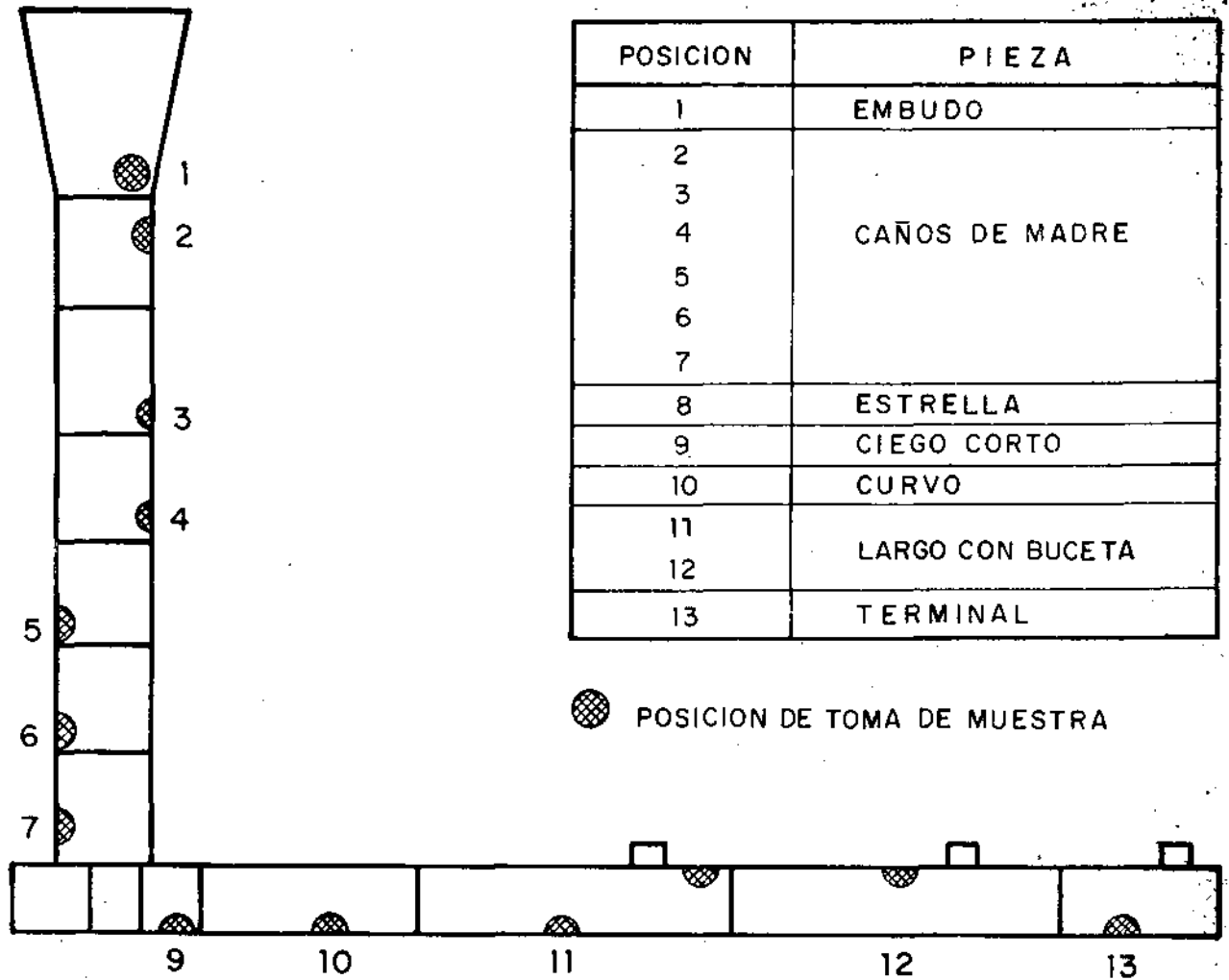


Fig. 7 - Microsonda electrónica. Inclusiones en acero SAE 5160.  
a) Imagen electrónica,† b) Imagen X de Al;  
c) Imagen X de Si; d) Imagen X de Ca; e) Imagen X de Mn.



ELEVACION

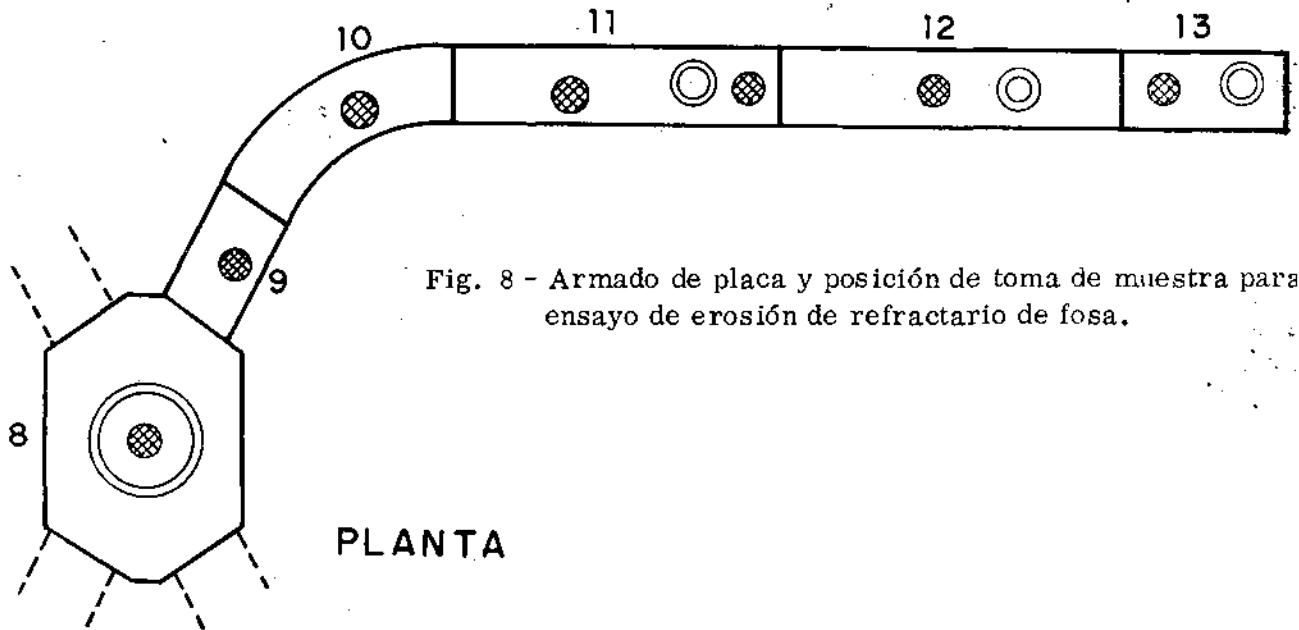


Fig. 8 - Armado de placa y posición de toma de muestra para ensayo de erosión de refractario de fosa.

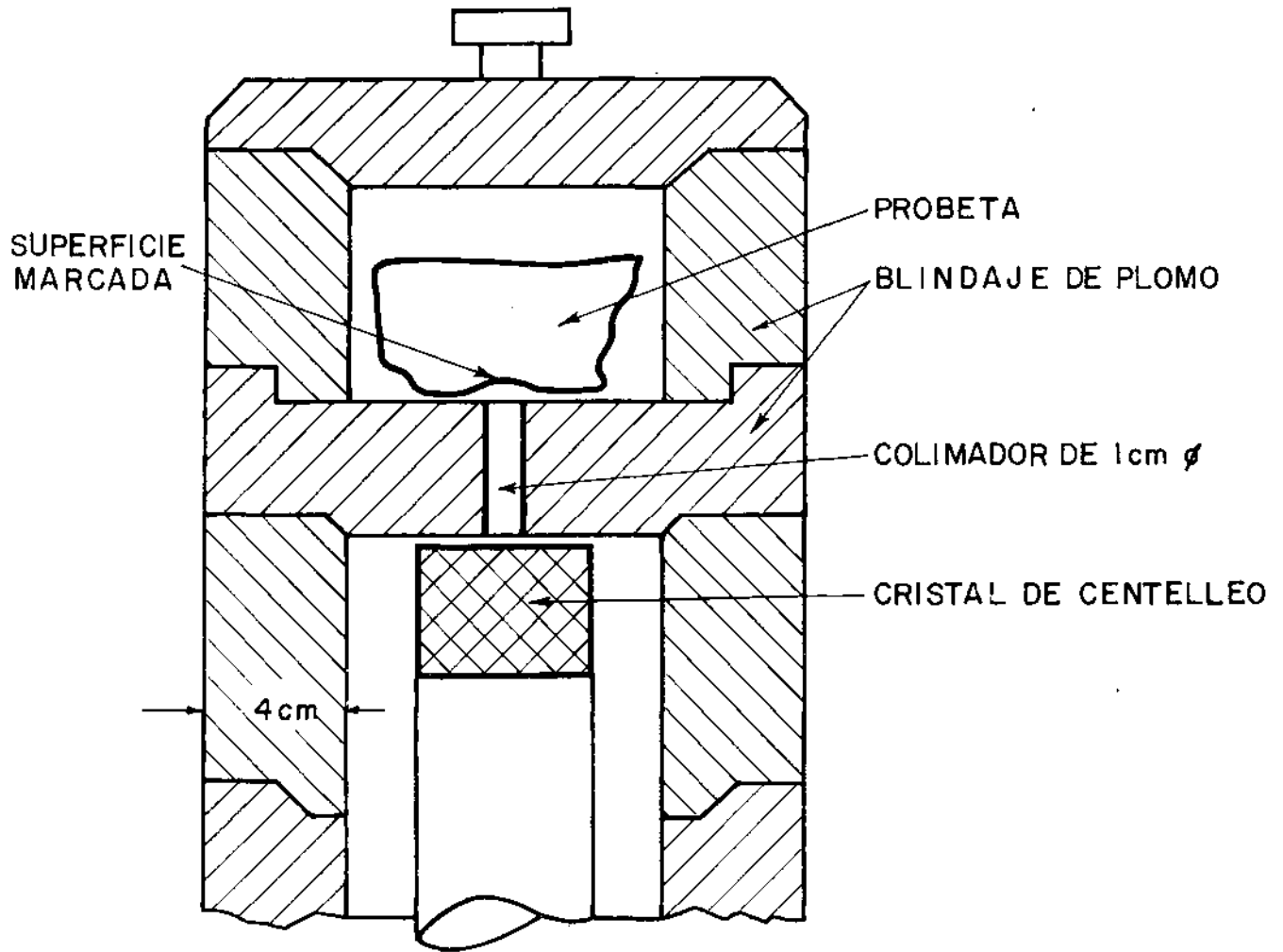


Fig. 9 - Geometría de detección para muestras de refractario marcado superficialmente con  $S_c$  46



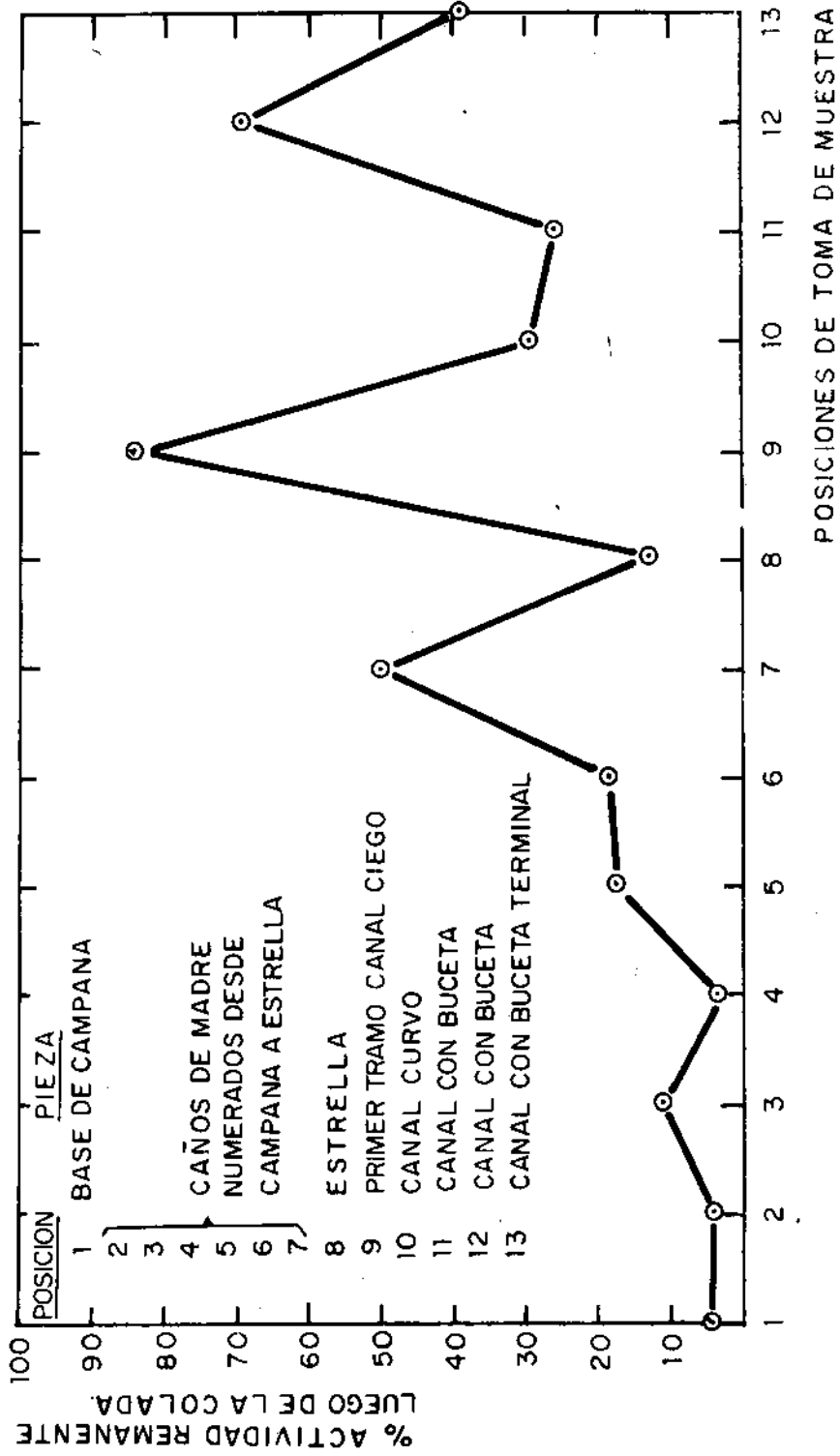


Fig. 10 - Erosión en refractarios de fosa marcados con Sc 46 en un recubrimiento interior. Actividad remanente luego de la colada expresada en % de la actividad inicial.

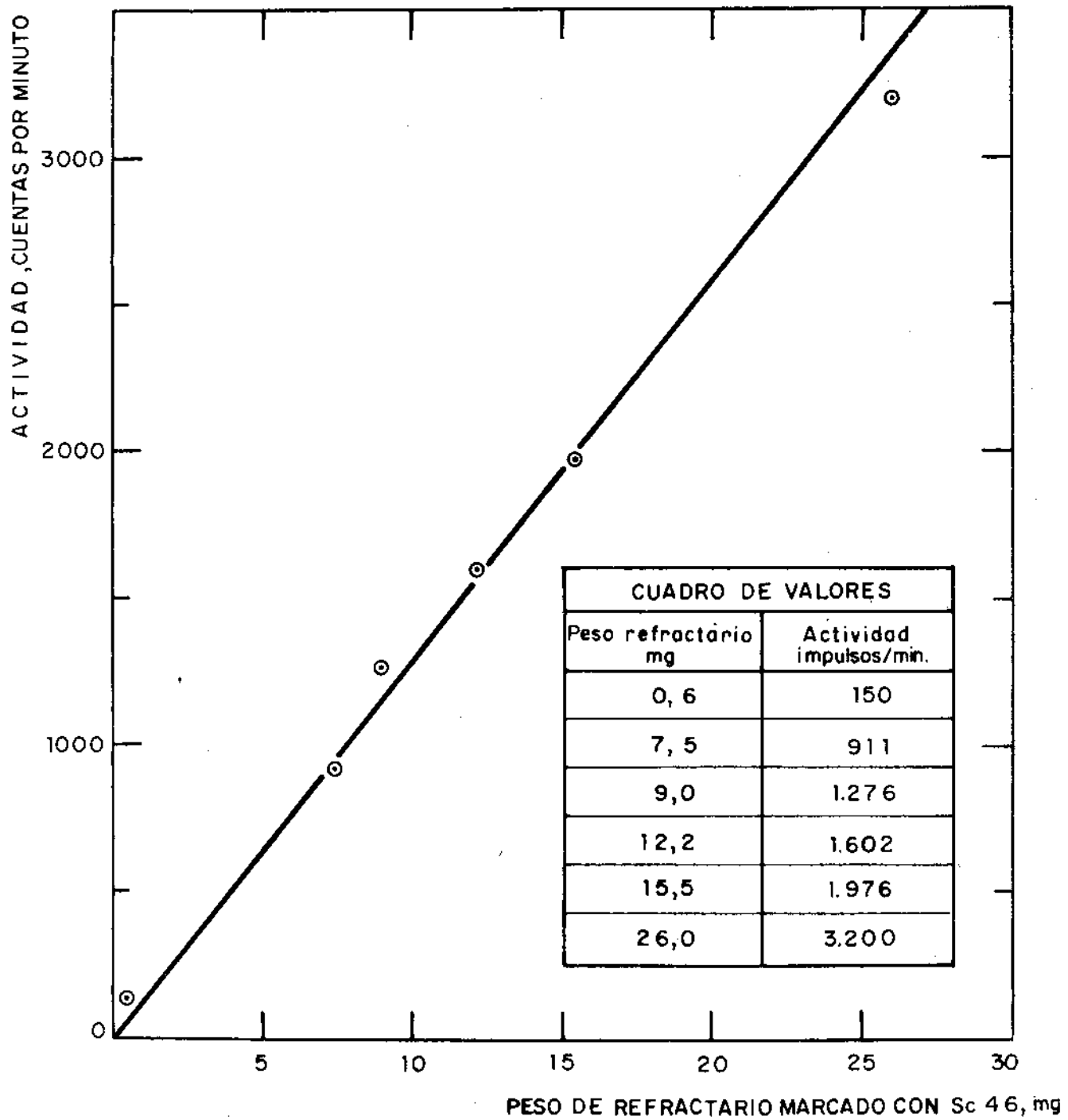


Fig. 11 - Curva de calibración para calcular peso de inclusiones radioactivas en función de la actividad de las probetas.

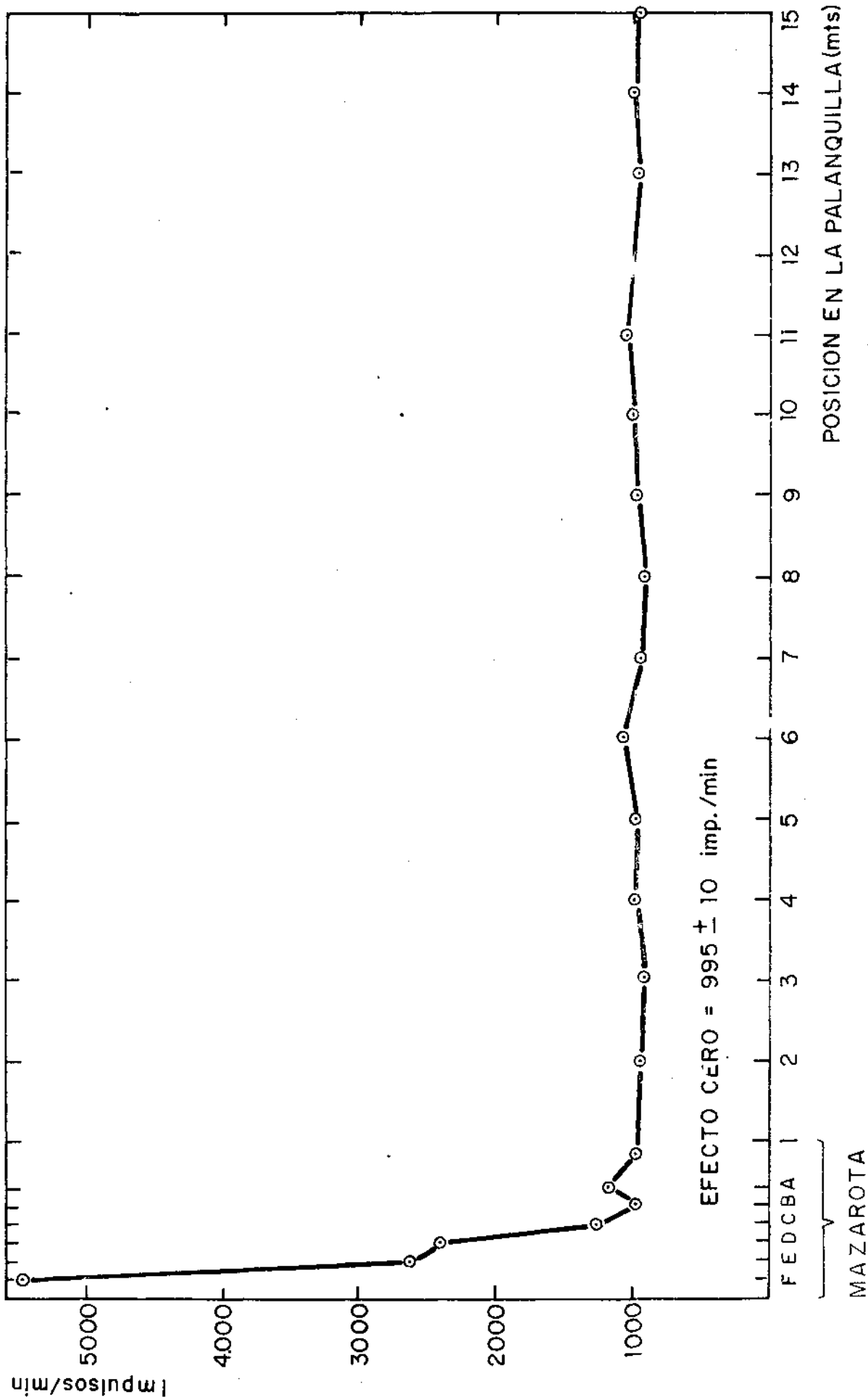


Fig. 12 - Distribución de radiactividad en la palanquilla de un lingote colado con refractario de fosa marcado con  $S_c$  46.