



**Centro de Investigación y de Estudios
Avanzados del Instituto Politécnico Nacional**

UNIDAD SALTILLO

**“Efecto de la inoculación y el contenido de niobio en el
ramificado de hojuelas de grafito de hierro gris “**

Tesis que presenta:
Ing. Antonio Fernández Soto

Para obtener el Grado:
Maestro en Ciencias

En la Especialidad:
Ciencias en Ingeniería Metalúrgica

Director de Tesis:
Dr. Manuel de Jesús Castro Román

Ramos Arizpe, Coahuila

Septiembre 2024

DEDICATORIA

Dedico esta tesis a mi familia, mis hermanos, mi madre Maricela Soto Preciado que siempre estuvo para reconfortarme y apoyarme cuando sentía que me superaba este reto y especialmente a la memoria de mi padre Antonio Fernández Felán quien siempre fue un modelo a seguir y un consejero de vida invaluable. Quiero compartir que gran parte de mi desarrollo personal y profesional se debe a la admiración que siempre sentí por ti y por eso te agradezco enormemente haber compartido el tiempo que estuviste con nosotros.

AGRADECIMIENTOS

Al Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Politécnico Nacional Unidad Saltillo por otorgar el uso de sus recursos e instalaciones, por darme un lugar donde poder realizar mis estudios de posgrado, por su constante apoyo a pesar de la contingencia sanitaria que atravesamos, al CONAHCYT por la beca otorgada para sustentar mi estadía en esta institución y el proyecto de ciencia básica A1-S-44269 dentro del cual se desarrolló la presente tesis.

A todos los maestros que nos impartieron cátedras durante el curso de las materias, Al Dr. Francisco Acosta que siempre nos brindó su apoyo como coordinador del posgrado. Al Dr. Alfredo Pastor que durante su gestión como coordinador ya que siempre estuvo presente y al tanto, siempre dispuesto a apoyar y escuchar y principalmente a mi asesor de tesis el Doctor Manuel Castro, que a pesar de las dificultades que enfrentamos por tiempos de contingencia y lo que representaba en cuanto a uso de las instalaciones, siempre me apoyó en buscar alternativas para completar la presente tesis.

A mis compañeros de estudios, a Salvador Valenzuela, Yessica Besares y Susana Carrasco que se volvieron dos grandes amigos, les agradezco las horas de estudio que compartimos y su apoyo incondicional.

A mis padres por darme soporte y apoyo en todos los retos que he de afrontar.

A mis líderes profesionales y amigos Enrique López y Christian Ledezma por apoyarme, confiar en mí y darme la oportunidad de seguir creciendo y cumpliendo metas.

INDICE GENERAL

DEDICATORIA	i
AGRADECIMIENTOS	ii
INDICE GENERAL	iii
RESUMEN	viii
ABSTRACT	ix
1. INTRODUCCION	1
2. OBJETIVOS	2
3. ANTECEDENTES	3
3.1 Fundiciones de hierro	3
3.2 Clasificación de las fundiciones de hierro	4
3.3 Estado líquido de fundiciones de hierro.....	5
3.4 Nucleación	5
3.4.1 Nucleación homogénea.....	6
3.4.2 Nucleación heterogénea	6
3.5 Crecimiento de fases	6
3.5.1 Austenita.....	7
3.5.2 Grafito.....	7
3.6 Solidificación en hierros hipoeutéticos.....	7
3.6.1 Nucleación en hierros hipoeutéticos.....	8
3.6.2 Crecimiento en hierros hipoeutéticos	9
3.7 Efecto de la inoculación.....	9
3.7.1 Métodos de inoculación	11

3.7.2 Desvanecimiento de inoculante	11
3.7.3 Inoculación de hierros hipoeutéticos	12
3.8 Efecto del grado de Sobre-enfriamiento	12
3.8.1 Influencia sobre la austenita	13
3.8.2 Influencia sobre el eutético	14
3.9 Métodos comparativos.....	14
3.10 Adición de Niobio	15
3.11 Análisis térmico	16
4. METODOLOGIA EXPERIMENTAL	18
4.1 Muestras de hierro gris.	18
4.1.2 Fusión de metal base.....	20
4.1.2 Fusión de muestras de estudio.....	21
4.2 Análisis metalográfico	23
4.2.1 Preparación de muestras.....	23
4.2.2 Corrección de iluminación.....	23
4.2.3 Cuantificación de ramificado en FIJI.....	29
4.3 Análisis térmico	32
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	34
5.1 Metalografía de muestras	34
5.1.1 Metalografías de muestras sin contenido de niobio.....	34
5.1.2 Metalografías de muestras con bajo contenido de niobio	35
5.1.3 Metalografías de muestras con alto contenido de niobio	37
5.1.4 Diferencias estadísticas	39
5.2 Efecto de la adición del niobio en el ramificado de las hojuelas de grafito.....	42

5.2.1 Ramificado de muestras sin adición de niobio.....	42
5.2.2 Ramificado de muestras con bajo contenido de niobio.....	42
5.2.3 Ramificado de muestras con alto contenido de niobio.....	44
5.2.4 Análisis comparativo del efecto de adición de niobio.....	45
5.3 Análisis térmico	46
6. CONCLUSIONES	51
7. REFERENCIAS	52

INDICE DE TABLAS

Tabla 4-1 Diseño de experimentos.	18
Tabla 4-2 Nomenclatura de muestras.	19
Tabla 4-3 Composición química de muestras (*réplicas de fusión) (Facundo Flores, 2024).	20
Tabla 4-4 Composición de componentes de carga para obtención de metal base.....	20
Tabla 4-5 Composición química de metal base.....	21
Tabla 5-1 Copas no inoculadas sin niobio.....	40
Tabla 5-2 Copas inoculadas sin niobio.....	40
Tabla 5-3 Copas no inoculadas con 0.2% de adición de niobio.....	40
Tabla 5-4 Copas inoculadas con 0.2% de adición de niobio.....	41
Tabla 5-5 Copas no inoculadas con 0.4% de adición de niobio.....	41
Tabla 5-6 Copas inoculadas con 0.4% de adición de niobio.....	41
Tabla 5-7 Efecto de niobio y adición de inoculante en porcentaje de ramificado y temperaturas de interés.	47

INDICE DE FIGURAS

Figura 3-1 Diagrama de equilibrio metaestable hierro cementita, estable hierro grafito (líneas discontinuas) (ASM International, 1996).	3
Figura 3-2 Curva de enfriamiento y estructura de solidificación de hierro gris hipoeutético (Goettsch & Dantzig, 1994).....	8
Figura 3-3 Curva de enfriamiento a) sin formación de zona chill, b) con formación de zona chill (Borse & Mangulkar, s. f.).	10
Figura 3-4 Morfología del grafito a diferente velocidad de enfriamiento y composición química (Lacaze et al., 2022).....	13
Figura 3-5 Clasificación del grafito a) distribución b) forma (ASTM A247 – 16a, 2016)..	15
Figura 3-6 Análisis de temperaturas de transformación en simulación por medio de primera y segunda derivada (Estrada Guzman, 2022).	17
Figura 4-1 Esquema de sistema de colada.....	22
Figura 4-2 Diagrama de flujo de adición de componentes.	22
Figura 4-3 Esquema de copa vaciada y superficie de estudio.	23
Figura 4-4 Imagen de microscopio óptico a 100x.	24
Figura 4-5 a) metalografía a 100x de microscopio óptico, b) metalografía 100x a 8 bits....	24
Figura 4-6 a) Metalografía 100x 8 bits, b) Metalografía duplicada (metalografía').	25
Figura 4-7 a) Metalografía 100x 8 bits, b) Imagen con filtro “Gaussian blurr”.	25
Figura 4-8 a) Metalografía 100x 8 bits b) Metalografía 100x con iluminación corregida. ..	26
Figura 4-9 Ajuste de umbral de color de la muestra sin corrección a)130, b)140, c)150, d)160	27
Figura 4-10 Ajuste de umbral de color de muestra corregida a)130, b)140, c)150, d)160. .	28
Figura 4-11 Metalografía binaria con corrección.	29
Figura 4-12 Esqueleto de hojuelas de grafito.	30
Figura 4-13 Esqueleto con ramificación de hojuelas de grafito.	31
Figura 4-14 Determinación de temperatura de inicio de reacción eutéctica con el uso de la primera derivada.	32

Figura 4-15 Determinación de temperatura del final de la reacción eutéctica con el uso de la segunda derivada.	33
Figura 5-1 Metalografías de muestras coladas sin adición de Nb. a) Muestra copa 1 [R1C1] b) Muestra copa 2 [R1C2*] c) Muestra copa 3 [R1C3]. * Muestra inoculada.	34
Figura 5-2 Metalografías de colada 4, sin adición de Nb. a) Muestra copa 1 [R4C1*] b) Muestra copa 2 [R4C2] c) Muestra copa 3 [R4C3*]. * Muestras inoculadas.	35
Figura 5-3 Metalografías de colada 2, con Nb al 0.2%. a) Muestra copa 1 [R2C1] b) Muestra copa 2 [R2C2*] c) Muestra copa 3 [R2C3*]. * Muestras inoculadas.	36
Figura 5-4 Metalografías de colada 5 con 0.2% Nb. a) Muestra copa 1 [R5C1*] b) Muestra copa 2 [R5C2] c) Muestra copa 3 [R5C3]. * Muestra inoculada.	37
Figura 5-5 Metalografías de colada 3 con 0.4% Nb. a) Muestra copa 1 [R3C1] b) Muestra copa 2 [R3C2*] c) Muestra copa 3 [R3C3*]. * Muestras inoculadas.	38
Figura 5-6 Metalografías de colada 6 con 0.4% Nb. a) Muestra copa 1 [R6C1*] b) Muestra copa 2 [R6C2] c) Muestra copa 3 [R6C3]. * Muestra inoculada.	39
Figura 5-7 Gráfico de barras de muestras sin contenido de niobio (colada 1 y 4).	42
Figura 5-8 Gráfico de barras de muestras con 0.2% en contenido de niobio (colada 2 y 5).	43
Figura 5-9 Gráfico de barras de muestras con 0.4% en contenido de niobio (colada 3 y 6).	44
Figura 5-10 Efecto de la adición de niobio y la inoculación en el porcentaje de ramificado	45
Figura 5-11 Perfil térmico y temperaturas de interés de muestras de hierro gris.	46
Figura 5-12 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de inicio del eutéctico (T_{min}).	48
Figura 5-13 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de máxima del eutéctico (T_{max}).	49
Figura 5-14 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de característica del eutéctico (T_c).	49
Figura 5-15 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de fin del eutéctico (T_f).	50

RESUMEN

Las fundiciones de hierro tienen una extensa variedad de usos debido a su amplio umbral de propiedades mecánicas, las cuales se deben a la diversidad de su microestructura especialmente por la morfología del grafito, pudiendo presentarse en forma de esferas, hojuelas o grafito compacto. Además, la matriz metálica puede presentar diferentes microestructuras como ferrítica, perlítica, entre otras. La presencia de estas distintas microestructuras depende de las condiciones de procesamiento, como puede ser la composición química, tratamiento del metal líquido como por ejemplo nodularizado e inoculación, velocidad de solidificación del metal, entre las más destacables. Aun cuando se trate de un hierro con un tipo de grafito, los efectos de las variaciones en el procesamiento conducen a cambios microestructurales importantes en las propiedades mecánicas de las piezas coladas. De tal forma, que el estudio y entendimiento de dichas variables es de gran interés para satisfacer los cada vez mayores requerimientos de la manufactura.

El presente trabajo toma como punto de partida una serie de muestras existentes de hierro gris hipoeutéctico con dos condiciones de adición de niobio y variando la inoculación, con la finalidad de analizar la influencia de estas variables en el tipo de hojuela de grafito en hierro gris. Se aplica una técnica recientemente desarrollada en Cinvestav Saltillo (De Santiago Méndez, 2022), para cuantificar el ramificado de hojuelas de grafito el cual surge como una alternativa para caracterizar estas hojuelas.

Este método de medición requiere una preparación metalográfica especial para la obtención de las micrografías ya que fenómenos como el viñetado que es la aparición de bordes oscuros en las fotografías, afectado por diversos factores como el tipo de lente del microscopio óptico y la planicidad de la superficie de la muestra, puede provocar un análisis de imágenes erróneo disminuyendo la confiabilidad del método de caracterización utilizado en este trabajo. Por lo anterior, este trabajo propone una alternativa para mitigar el efecto adverso del viñetado y tener una medición del ramificado más precisa.

ABSTRACT

Iron castings have a wide variety of uses attributed to their wide threshold of mechanical properties due to the versatility of their microstructure, especially the morphology of graphite that can be presented in the form of spheres, flakes, or compact graphite. Additionally, the metallic matrix can present many known microstructures for example ferritic, pearlitic, among others. The presence of those different microstructures depends on the processing conditions being the most notable the chemical composition, molten metal treatment by nodularization and inoculation and solidification speed. Even when an iron with a determined type of graphite the effects of the variations of the process lead to a considerable microstructural change that affect the mechanical properties of the castings. Therefore, studying and understanding these parameters is of great interest to satisfy the increasing requirements that manufactured products need.

The present work takes as a starting point a series of existing samples of hypoeutectic gray iron with two conditions of niobium addition and varying the inoculation to analyze the influence of these variables on the branching of graphite flakes. A recently technique of characterization developed at Cinvestav Saltillo by (De Santiago Méndez, 2022) was used to quantify the ramified of the graphite flakes presenting an alternative to characterize this kind of irons.

This measurement method requires special preparation of micrographies since the phenomena known as vignetting, which is the appearance of dark edges in photographs, is affected by various factors such as the type of optical microscope lens and the flatness of the sample surface. Vignetting can cause an erroneous image analysis, reducing the reliability of this characterization method in this type of material. Therefore, this work proposes an alternative to mitigate this adverse effect and have a more precise measurement of branching.

1. INTRODUCCION

Los hierros vaciados son materiales de fácil obtención cuyas propiedades han evolucionado a lo largo de los años debido a las mejoras técnicas y científicas. En el 2018 los hierros vaciados representaban el 70% de los 110 millones de toneladas de metales vaciados cada año.

En la producción de los hierros vaciados se cuenta con ventajas como los materiales reciclables de bajo costo y un menor impacto ambiental en comparación con el reciclaje de otros materiales como las aleaciones de aluminio. El crecimiento continuo en la demanda de nuevos componentes con requerimientos más altos aunado a la innovación tecnológica y la continua búsqueda en la disminución de costos de manufactura impulsa a el desarrollo y mejora de procesos de fabricación de estos materiales(Weiss et al., 2009).

Las fundiciones de hierro vaciados se diferencian de los aceros por el contenido de carbono superior al 2% en peso (Lacaze et al., 2022), este valor equivale a la máxima cantidad de carbono soluble en la fase austenita en el sistema binario Fe-C y se relaciona con el eutéctico estable obtenido a partir del líquido dos fases solidas la austenita y el grafito.

Los hierros grises son aleaciones multi componente que solidifican en una microestructura eutéctica. Las propiedades mecánicas dependen del tipo de microestructura generada durante la solidificación y la microestructura de los hierros vaciados es determinada por la velocidad de enfriamiento, inoculación, temperatura de vaciado y la composición química. El control de la composición química del metal fundido y el uso del inoculante adecuado es fundamental para generar la morfología deseada en el grafito. En los hierros grises, bajos contenidos de azufre (menores de 0.04%) se asocian a hierros con mejores propiedades mecánicas los cuales presentan hojuelas de gran tamaño y del tipo A. (Gundlach et al., 2015). Estos autores también mencionan que dichas hojuelas presentan una menor ramificación, sin embargo, no aportan un dato cuantitativo.

Para mejorar la resistencia a la abrasión de fundiciones, algunos trabajos estudian el efecto de pequeñas adiciones de Nb. Esos trabajos encontraron cambios menores en la estabilidad de la austenita y refinamiento de la estructura de grafito y baja precipitación de carburos de niobio (Devecili & Yakut, 2014).

2. OBJETIVOS

Objetivo General

Estimar el efecto de la adición de niobio e inoculante en el porcentaje de ramificado de grafito laminar.

Objetivos Específicos

- Formular e implementar un método de caracterización confiable para la preparación de muestras y análisis de metalografías para la medición del ramificado de hojuelas de grafito en muestras de hierro gris.
- Mediante el análisis microestructural obtener el porcentaje de ramificado de muestras de hierro gris con diferentes adiciones de niobio e inoculante.
- Con base los resultados obtenidos evaluar el efecto del porcentaje de adición de niobio y adición de inoculante en el porcentaje de ramificado de las muestras de hierro gris.
- Por medio de análisis térmico evaluar el efecto de la adición de niobio e inoculante en la temperatura de inicio y fin de la reacción eutéctica.

3. ANTECEDENTES

3.1 Fundiciones de hierro

Las fundiciones de hierro son las aleaciones vaciadas más importantes debido a que tienen una diversa aplicación en la industria automotriz, construcción y maquinaria. Hoy en día se busca emplear procesos y materiales de menor costo que puedan ofrecer las propiedades mecánicas que demandan los productos modernos.

El amplio uso de las fundiciones de hierro se debe a su bajo costo de manufactura y extenso rango de propiedades mecánicas que le permiten tener una ventana de aplicaciones muy variadas, este rango de propiedades se presenta debido a la posibilidad de agregar elementos de aleación, procesos en estado líquido y tratamientos térmicos (Weiss et al., 2009).

Las propiedades de las fundiciones de hierro están fuertemente relacionadas con los procesos de solidificación y las transformaciones de fase que presentan durante el enfriamiento.

El diagrama hierro carbono mostrado en la figura 3-1 es la base fundamental para el estudio y comprensión de la solidificación de las fundiciones de hierro. Este diagrama presenta los rangos y fases en función a la temperatura y el contenido de carbono.

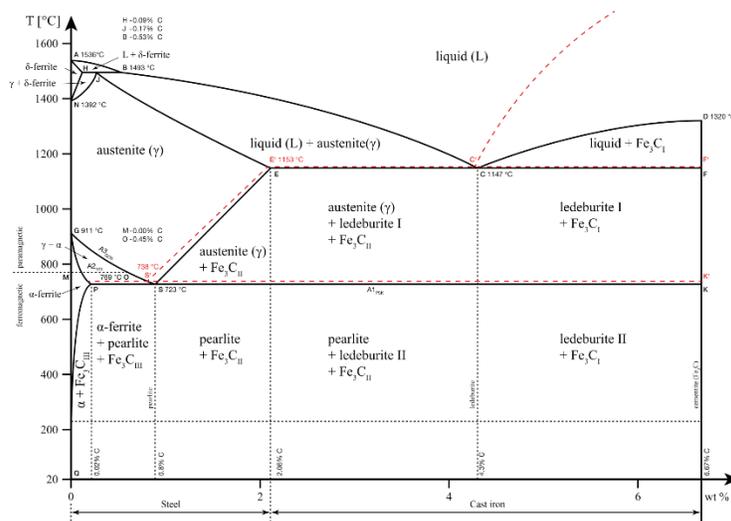


Figura 3-1 Diagrama de equilibrio metaestable hierro cementita, estable hierro grafito (líneas discontinuas) (ASM International, 1996).

Las fases formadas durante la solidificación de los hierros vaciados dependen del proceso de vaciado y solidificación, de los tipos de disponibilidad de sitios de nucleación, el grado de sobre-enfriamiento y la composición química del metal fundido.

A continuación, se describen brevemente las fases que se pueden presentar en las fundiciones de hierro:

- Austenita: Es una solución sólida intersticial de carbono en el hierro gamma (γ). Solidifica similarmente al hierro γ puro, la solubilidad máxima del carbono en la austenita a la temperatura de 1148°C es de 2.11%.
- Ferrita: Es una solución sólida intersticial de carbono en el hierro alfa (α), la solubilidad del carbono en esta fase es muy baja, del orden de 0.02%. La ferrita precipita a partir de la austenita y es una fase que presenta baja dureza.
- Grafito: Puede solidificar de diversas morfologías en las fundiciones de hierro como hojuelas, esferas, etc.
- Cementita: Es un compuesto estructural de alta dureza y fragilidad.

3.2 Clasificación de las fundiciones de hierro

Debido a la amplia variedad de microestructuras que pueden presentar las fundiciones, existen diversas clasificaciones para agruparlas según su contenido de carbono equivalente (CE), morfología del grafito, entre otros parámetros. Más adelante se presentan clasificaciones usadas generalmente para este tipo de materiales.

Contenido de carbono:

- Fundición eutéctica: $CE=4.26$, es decir, cuando el contenido de carbono es igual al de la composición eutéctica.
- Fundiciones hipoeutécticas: $CE < 4.26$.
- Fundiciones hipereutécticas: Cuando $CE > 4.26$.

Superficie de fractura:

- Fundición gris: Solidifica exclusivamente según el sistema Fe-C estable y no contiene cementita primaria. El grafito de este hierro provee el color gris o negro a la fractura de la fundición.

- Fundición blanca: Solidifica según el sistema Fe-C metaestable por lo que se conforma principalmente de carburos de hierro, la presencia de cementita primaria es la responsable del color blanco de la fractura de la fundición.

Morfología del grafito:

De acuerdo con la (ASTM A247 – 16a, 2016) la morfología del grafito se clasifica en siete tipos citados brevemente a continuación:

- Tipo 1: Grafito con forma de nódulos, se encuentra presente en hierros dúctiles.
- Tipo 2: El grafito posee una forma de nódulos con leves irregularidades las cuales presentan efectos despreciables en las propiedades de los hierros dúctiles.
- Tipo 3: Es la forma mayormente presente en los hierros maleables después del normalizado.
- Tipo 4: Conocido también como grafito vermicular.
- Tipo 5: Grafito con presencia de puntas afiladas, se forma ocasionalmente en la fabricación de hierros dúctiles.
- Tipo 6: Denominado nódulo de grafito explotado por su forma, posee presencia de la fase matriz entre sus extremos
- Tipo 7: Hojuela de grafito, presente en hierros grises.

3.3 Estado líquido de fundiciones de hierro

En general, una fundición puede ser tratada como una solución coloidal, conteniendo diferentes partículas, por ejemplo, inclusiones, que influyen sobre el proceso de germinación de las fases primarias de la fundición. (Serrano et al., 1990)

En la fundición en estado líquido se encuentran partículas de grafito que tienen su origen en los materiales de carga. De esto resulta que en la fundición líquida se encuentran además de los embriones, una colección de partículas de grafito disueltas.

3.4 Nucleación

Se define como la formación de una fase en una región distinta y separada de los alrededores por una frontera discreta.

La solidificación empieza cuando pequeños embriones de tamaño crítico para nuclear aparecen, en un cuerpo cristalino externo como las paredes del molde o en la superficie de inclusiones o sustratos, originando a lo que se conoce como nucleación heterogénea. Cuando estos núcleos aparecen en el seno del líquido en ausencia de cualquier otro cuerpo cristalino dan origen a la nucleación homogénea, la que no se observa en procesos industriales de colada de metales y sus aleaciones.

3.4.1 Nucleación homogénea

La aparición de embriones en el líquido está relacionada con la creación de la interfase líquido-sólido. El proceso puede ocurrir espontáneamente cuando es acompañado por una disminución de la energía total del sistema. Debido a esto, todos los embriones o partículas de radio mayor que el radio crítico crecerán, mientras que los embriones de radio menor desaparecerán, los embriones o partículas de radio mayor que el radio crítico se denominan núcleos y solamente ellos pueden aumentar su tamaño durante la solidificación del metal (Serrano et al., 1990).

3.4.2 Nucleación heterogénea

El proceso de nucleación es facilitado por los sustratos en el baño metálico, como las paredes del molde o la superficie de diferentes inclusiones sólidas o agentes inoculantes. En este caso se considera que el núcleo se forma en contacto con un sustrato (Lacaze et al., 2022).

3.5 Crecimiento de fases

La velocidad de crecimiento durante la solidificación depende de la velocidad con que se mueven los átomos del líquido hacia el frente de solidificación y de la velocidad con que estos átomos dejan el frente. En principio, a nivel atómico, se pueden distinguir dos tipos de frente de solidificación: facetada y no facetada.

Los cristales con crecimiento no facetado tienen un contorno exterior limitado por superficies curvas o redondeadas.

Los cristales que solidifican con este frente se denominan cristales facetados cuyos exteriores están limitados por superficies planas.

3.5.1 Austenita

Los cristales de austenita se clasifican como no facetados, así cuando la austenita solidifica libremente toma la forma de dendritas. Las dendritas de austenita crecen a través de un núcleo y durante su crecimiento se ramifica en brazos primarios, a partir de estos brazos crecen los brazos secundarios. A medida que el grado de sobre-enfriamiento aumenta, la velocidad de crecimiento de la dendrita también aumenta, mientras disminuye el espaciamiento interdendrítico.

3.5.2 Grafito

El grafito forma cristales facetados y a medida que aumenta el grado de sobre-enfriamiento y la concentración de carbono, la velocidad de crecimiento del grafito y la cementita también aumentan, además a cierto grado de sobre-enfriamiento, la velocidad de crecimiento de la cementita es considerablemente mayor que la velocidad de crecimiento del grafito. Si se tiene un sobre-enfriamiento severo se puede llegar a transformaciones y presentar zonas “chill” en la microestructura (Borse & Mangulkar, s. f.).

3.6 Solidificación en hierros hipoeutéticos

La solidificación de fundiciones hipoeutéticas es un proceso de nucleación y crecimiento que ocurre en etapas.

La figura 3-2 ilustra la evolución microestructural durante la solidificación de una fundición hipoeutética de hierro gris. (Goettsch & Dantzig, 1994)

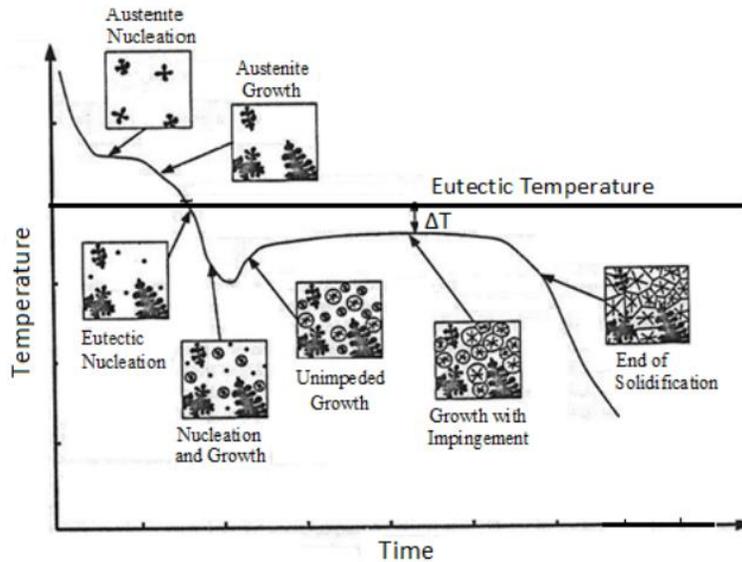


Figura 3-2 Curva de enfriamiento y estructura de solidificación de hierro gris hipoeutéctico (Goettsch & Dantzig, 1994).

3.6.1 Nucleación en hierros hipoeutécticos

La solidificación comienza una vez que la temperatura alcanza la temperatura de liquidus ocurre la precipitación de austenita primaria en el metal fundido, la formación de dendritas provoca que el líquido se enriquezca en carbono hasta que la temperatura del eutéctico es alcanzada.

En este punto, la composición eutéctica es alcanzada en el líquido y la nucleación de las celdas de grafito eutéctico puede generarse cerca de las dendritas. Conforme se extrae el calor y se incrementa el sobre-enfriamiento, se produce una mayor nucleación dentro del metal fundido y comienza el crecimiento de los núcleos existentes.

Eventualmente, el calor latente liberado por la solidificación produce un incremento en la temperatura. Este recalentamiento es conocido como recalescencia. El sobre-enfriamiento del eutéctico al inicio de la recalescencia es llamado sobre-enfriamiento máximo (Arab, 2017).

La transformación de líquido a estado sólido es alcanzada por la nucleación en los sustratos y se forman celdas eutécticas y procede el crecimiento.

3.6.2 Crecimiento en hierros hipoeutécticos

Después de la nucleación, comienza la etapa de crecimiento y se genera un balance de calor entre el crecimiento del eutéctico y el calor extraído por el molde.

La austenita crece a partir de la superficie del molde hacia el centro del metal líquido, durante el enfriamiento la austenita continúa creciendo hasta que se alcanza la temperatura del eutéctico. Mientras que la nucleación del grafito requiere un gran sobre-enfriamiento, en este estado se considera que la austenita continúa creciendo. Cuando la temperatura ha descendido lo suficiente la reacción eutéctica comienza y la temperatura incrementa debido a la liberación del calor latente de transformación, alcanzando una temperatura máxima consecuencia del balance entre la velocidad de enfriamiento y la liberación de calor latente de la transformación eutéctica. Este balance se conoce como sobre-enfriamiento eutéctico y usualmente se usa para expresar la fuerza motriz para el crecimiento eutéctico. El crecimiento simultáneo de la austenita y el grafito durante la solidificación eutéctica impone restricciones adicionales a las cuales la forma del grafito es sensible, la estructura interna del grafito permanece igual (Lacaze et al., 2022).

Las celdas eutécticas continúan creciendo hasta que la solidificación esté completada. La forma y distribución del grafito en el eutéctico es determinada por la composición química, velocidad de enfriamiento y el grado de nucleación.

Los materiales con cinéticas de crecimiento elevadas difícilmente pueden refinar sus granos debido a la presencia de una recalcancia que dificulta la activación de nuevos sitios de nucleación.

3.7 Efecto de la inoculación

La inoculación es el control de la estructura y propiedades de la fundición por la minimización del sobre-enfriamiento e incrementando la cantidad de sustratos durante la solidificación. Estas características a su vez provocan que las temperaturas de sobre-enfriamiento disminuyan bajo la transformación metaestable del eutéctico y previene la formación de carburos (Borse & Mangulkar, s. f.).

Para controlar estas propiedades se adicionan inoculantes en el metal fundido antes de vaciar. El propósito de esta adición es controlar la morfología del grafito y los carburos, resultando

en la formación de grafito ASTM tipo A. Otro aspecto a tomar en cuenta es que la inoculación reduce el sobre-enfriamiento eutético, lo cual afecta de manera adversa la cantidad de celdas eutéticas (Elmqvist et al., 2010).

Si este tratamiento es inadecuado se forman estructuras sobre-enfriadas, cercana a la temperatura eutética metaestable con riesgo de formación de grafito tipo E y D o debajo de ella, donde los carburos (hierro blanco) son formados. Estas estructuras sobre-enfriadas interfieren con el maquinado y requieren tratamiento térmico posterior, incrementando costos de producción. En la figura 3-3 se presentan curvas de enfriamiento en las cuales se evidencia la aparición de estructuras sobre-enfriadas.

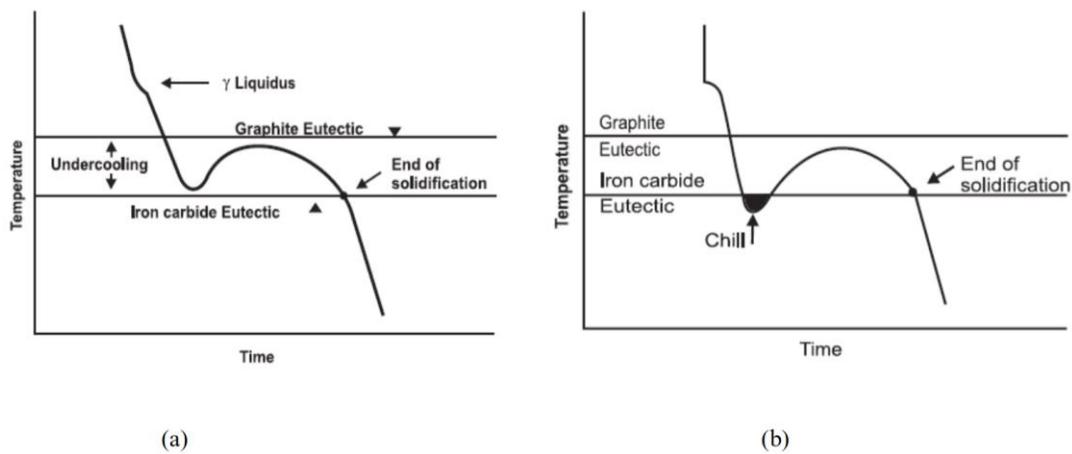


Figura 3-3 Curva de enfriamiento a) sin formación de zona chill, b) con formación de zona chill (Borse & Mangulkar, s. f.).

Los inoculantes usados generalmente son base ferro silicio con diferentes aditivos como Zr, Ba y Sr. Estos aditivos son reactivos al azufre y oxígeno. Los cuales promueven la formación de micro inclusiones de óxidos en el baño y sulfuros complejos que nuclean en esos óxidos. Finalmente, el grafito nuclea en esos sulfuros que tienen mayor similitud cristalográfica. (Borse & Mangulkar, s. f.)

Normalmente la información dada por diagramas de Ellingham es usada para comprender la composición de los inoculantes comerciales. Estos diagramas indican la afinidad con el oxígeno, azufre o nitrógeno con otros elementos. Aunque este tipo de diagramas no aporten información en el efecto de la concentración de los elementos en el metal fundido.

El efecto de la adición de inoculantes es sustentado por la formación de una gran cantidad de sustratos que pueden iniciar la nucleación con un valor bajo de sobre-enfriamiento. Estos sitios de nucleación son generalmente incrementados empleando elementos inoculantes como el Ca, Sr, Ba, tierras raras, etc. Dependiendo de la composición del hierro base pueden ser afectados por Mn, S, O, Al, N, etc (Chisamera et al., 2008).

3.7.1 Métodos de inoculación

Pre-acondicionamiento: Se refiere a la adición de inoculante en el horno previo al vaciado. Esta adición sirve para normalizar la nucleación en el baño.

Inoculación tardía: Es el método más efectivo. Se agrega durante el proceso de vaciado. De esta forma se minimiza la pérdida de inoculante. Por lo tanto, requiere menores adiciones que en otros métodos. Existen diversas técnicas de adición las cuales dependen del tipo de proceso de fusión y del tipo de molde y piezas vaciadas, siendo un método sumamente versátil.

3.7.2 Desvanecimiento de inoculante

Los efectos del inoculante son máximos al momento de la adición, la velocidad de pérdida de efectividad depende de la composición del inoculante y el metal fundido.

Los inoculantes comerciales se ajustan en función a cuando son agregados al proceso. El efecto de inoculantes tiende a ser perdido en los primeros 10 segundos después de su adición. Esto sugiere que el máximo efecto de la inoculación es obtenido inmediatamente después de agregar el inoculante.

Los principales efectos de la pérdida de inoculante son:

- Aumentar el sobre-enfriamiento requerido para que se realice la solidificación eutéctica incrementando la tendencia a la formación de carburos.
- Reducir el número de celdas eutécticas que crecen como hojuelas de grafito resultando en una menor uniformidad y distribución de grafito en el vaciado reduciendo las propiedades mecánicas.

Finalmente, la pérdida de inoculante es otro aspecto esencial que es relacionado con la coalescencia.

3.7.3 Inoculación de hierros hipoeutécticos

La elección del tratamiento de inoculación depende de diversos factores como los espesores de la pieza vaciada. Las paredes delgadas requieren de procesos mejorados para evitar la formación de grafito tipo D en hierros grises. (Chisamera et al., 2008)

Los núcleos de la hojuela de grafito consisten en partículas de sulfuro rodeando un núcleo de óxido complejo. Estos óxidos son formados en el baño y los sulfuros nuclean en estas micro inclusiones y finalmente el grafito nuclea en los compuestos de sulfuro de mayor similitud cristalográfica con el grafito. (Dorula et al., 2021)

Se encontró que hay tres grupos de elementos para promover la nucleación del grafito en fundiciones de hierro gris (ASM International, 1996):

- Elementos fuertemente desoxidantes como el Al y el Zr, que promueven la formación temprana de micro inclusiones

- Mn y S para mejorar la formación de sulfuros de manganeso.

- Elementos inoculantes que actúan en la primer o segunda etapa de la formación del grafito para mejorar la eficiencia de los compuestos de manganeso y azufre para nuclear el grafito (Dorula et al., 2021).

El concepto de similitud cristalográfica complementa el entendimiento del proceso de inoculación, los oxisulfuros son inoculantes viables y promueven la nucleación del grafito, por ello los inoculantes comerciales contienen elementos afines al azufre y oxígeno como el Ca, Sr, Ba, etc. (Mg, Al, Si) también son viables sustratos para la nucleación del grafito.

3.8 Efecto del grado de Sobre-enfriamiento

La morfología del grafito es sensible a los cambios en la preparación del metal fundido como lo es la adición de elementos aleantes o elementos inoculantes y la velocidad de enfriamiento.

Para evidenciar la influencia de la velocidad de enfriamiento en las fundiciones de hierro podemos considerar que modificando la velocidad de enfriamiento se pueden obtener las siguientes estructuras:

De grafito laminar a grafito sub enfriado

De grafito compacto a grafito esferoidal

A continuación, en la figura 3-4 se ilustran ejemplos de los cambios microestructurales que se pueden presentar debido a modificaciones tanto en composición química como en la velocidad de enfriamiento, resultando en microestructuras totalmente distintas con propiedades mecánicas muy diferentes entre sí, observándose morfologías del grafito desde laminillas figura 3-4 a, grafito compacto figura 3-4 c, grafito nodular figura 3-4 d, etc.

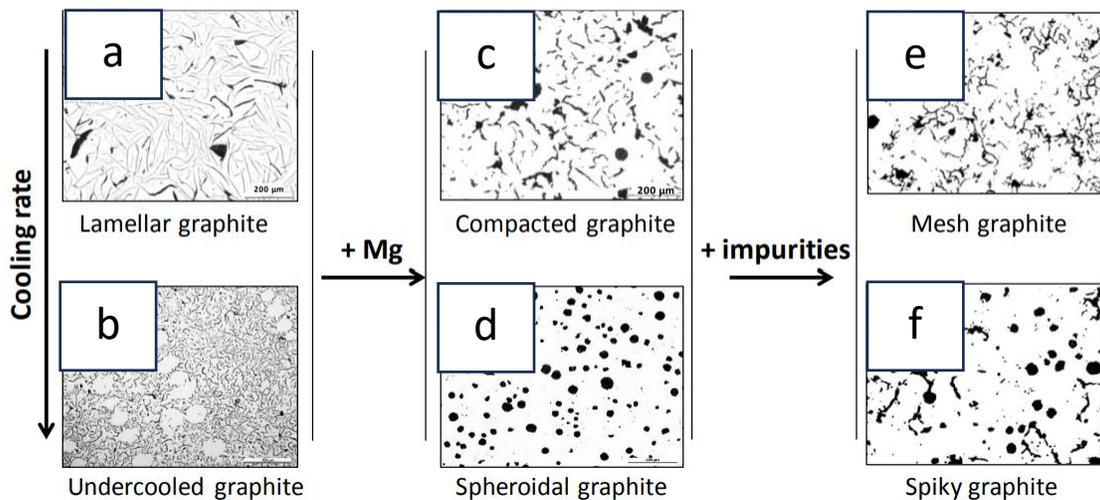


Figura 3-4 Morfología del grafito a diferente velocidad de enfriamiento y composición química (Lacaze et al., 2022).

La velocidad de enfriamiento influye sobre la solidificación de las fases proeutécticas (austenita, grafito y cementita) y sobre la solidificación de la eutéctica a través del cambio del grado de sobre-enfriamiento.

3.8.1 Influencia sobre la austenita

A medida que aumenta la velocidad de enfriamiento de la fundición también aumenta su grado de sobre-enfriamiento, es decir, aumenta el número de las dendritas de austenita y la velocidad de su crecimiento. Simultáneamente con el aumento de la velocidad de enfriamiento aumenta también el grado de ramificación de las dendritas.

Teniendo en cuenta estas consideraciones al aumentar la velocidad de crecimiento de las dendritas también aumenta su fracción, lo que significa que la fracción de grafito en los

hierros hipoeutécticos disminuye. Puesto que en las zonas centrales de las paredes de la pieza fundida se enfrían más lentamente que las regiones exteriores.

3.8.2 Influencia sobre el eutéctico

El aumento de la velocidad de enfriamiento significa un aumento en el grado de sobre-enfriamiento del eutéctico. Debido a esto crece el número de granos eutécticos.

Un bajo grado de sobre-enfriamiento promueve la solidificación eutéctica con hojuelas de grafito orientadas aleatoriamente (ASTM tipo A) y distribuidas de manera uniforme. Un sobre-enfriamiento moderado resulta en celdas eutécticas con hojuelas finas de grafito al centro rodeadas de hojuelas de grafito en forma de roseta (ASTM tipo B) y un sobre-enfriamiento severo genera hojuelas de grafito orientadas aleatoriamente en las regiones interdendríticas (ASTM tipo D). Una forma extrema del grafito tipo D que se genera por un bajo carbono equivalente o una solidificación rápida en secciones delgadas genera la aparición de grafito tipo E (Dorula et al., 2021).

Se debe buscar una combinación adecuada entre los sitios de nucleación y el sobre-enfriamiento para maximizar la densidad de celdas eutécticas.

3.9 Métodos comparativos

Debido a la simplicidad y rapidez en la determinación de la estructura de una fundición, los métodos comparativos más utilizados en la práctica a pesar de las deficiencias inherentes a ellos, tales como la estimación subjetiva y la necesidad de aceptar una escala del parámetro a determinar forma, distribución y longitud de grafito.

Para determinar estos parámetros se aprovechan las micrográficas patrón adecuadas. En este caso se usa la norma ASTM A 247 y según esta norma el grafito se clasifica de acuerdo a su forma en siete clases señaladas por números romanos, su distribución en cinco tipos señalados con las letras de la A – E y su tamaño señalado con números del 1 al 8. Comparando la estructura de grafito en una probeta a 100 aumentos, los patrones se puede clasificar el grafito de la fundición como se ilustra en la figura 3-5.

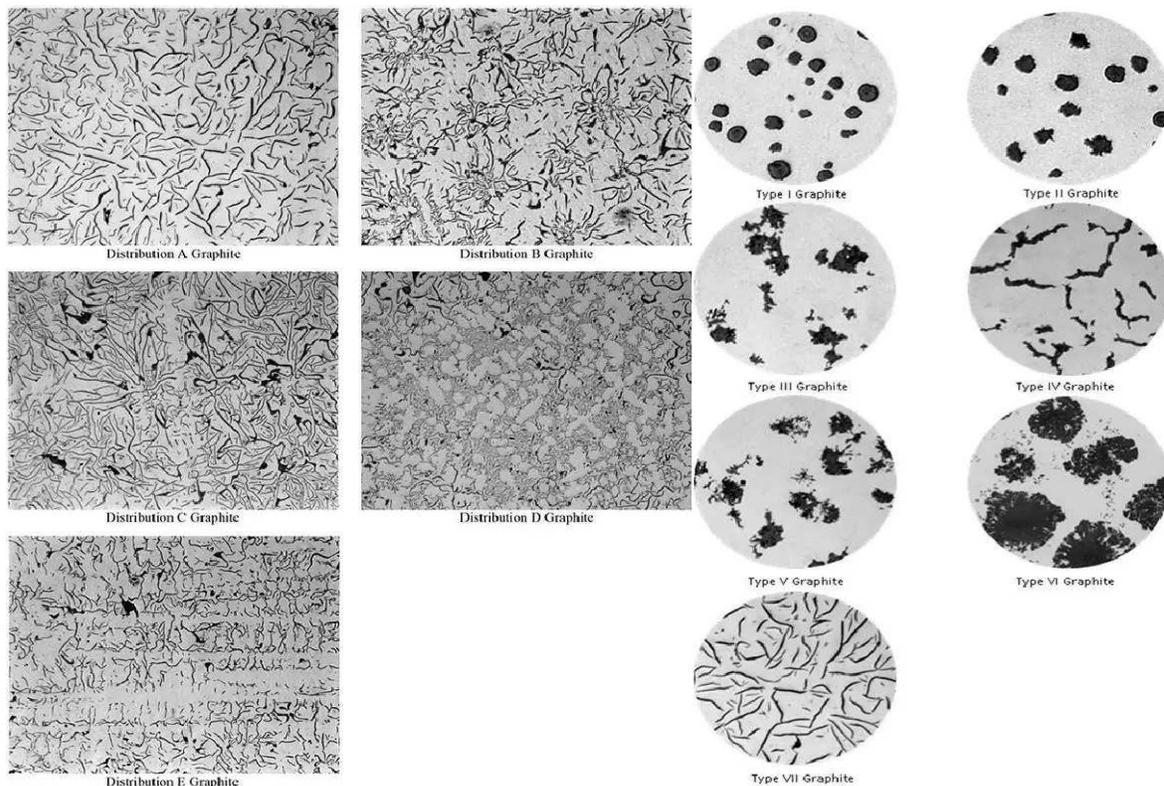


Figura 3-5 Clasificación del grafito a) distribución b) forma (*ASTM A247 – 16a, 2016*).

3.10 Adición de Niobio

Para mejorar la resistencia a la abrasión de fundiciones, algunos trabajos previos describen varios aspectos con pequeñas adiciones de Nb. Esos trabajos encontraron cambios menores en la estabilidad de la austenita y refinamiento de la estructura de grafito y baja precipitación de carburos de niobio.

Se determinó que la adición de niobio a la composición química del grafito laminar tiene repercusión en la microestructura. La afinidad del niobio con el carbono produce carburo de niobio, como resultado se incrementa la resistencia a la abrasión del hierro gris (Devecili & Yakut, 2014).

Comparado con las muestras sin adición de niobio la fuerza de corte de las muestras con 0.1% y 0.2% cambian, mientras que con 0.3% de Nb se incrementa un 15%

Conforme se aumenta el contenido de niobio el tamaño del grafito se vuelve menor. La forma del grafito pasa de ser tipo A al tipo E. La apariencia del grafito y el carburo de niobio

añadiendo el 0.3% reduce su capacidad de procesamiento significativamente (Zhang & Ren, 2013).

3.11 Análisis térmico

El análisis térmico es la obtención e interpretación de curvas registradas durante el enfriamiento de metales, tales como las fundiciones de hierro. La finalidad de este análisis es evidenciar los eventos térmicos presentes durante la solidificación del metal como lo son los cambios de fases y fenómenos como la recalcencia.

Una aplicación del análisis térmico es como medio de control de la microestructura de los hierros colados. Existe amplia cantidad de estudios que demuestran la relación entre la forma de las curvas de enfriamiento con la microestructura (Loper Jr, 1999).

Posteriormente se utilizó la derivada de la curva de enfriamiento para obtener una información más amplia de la evolución de la solidificación de hierros, relacionaron ciertos puntos de la primera y segunda derivada de la curva de enfriamiento con el proceso de solidificación de hierro (Chen & Stefanescu, 1984).

En el caso de las fundiciones de hierro diversos estudios apuntan que en la primera derivada se expone el inicio de transformación de eutéctico por el cambio de pendiente durante la recalcencia presente entre la austenita proeutéctica y el eutéctico. Por su parte, mediante el uso de la segunda derivada demostraron que se puede determinar el final de transformación eutéctica (Alonso et al., 2012).

Previamente en el Cinvestav unidad Saltillo a cargo del Doctor M. Castro se realizó un estudio por el M.C. Eduardo Estrada (Estrada Guzman, 2022) en el cual se analizaban los criterios mencionados comparando datos experimentales con simulación. En la figura 3-6 se muestran el análisis térmico acotado con los puntos de interés en este estudio, siendo el inicio del constituyente eutéctico y el fin de solidificación puntos clave.

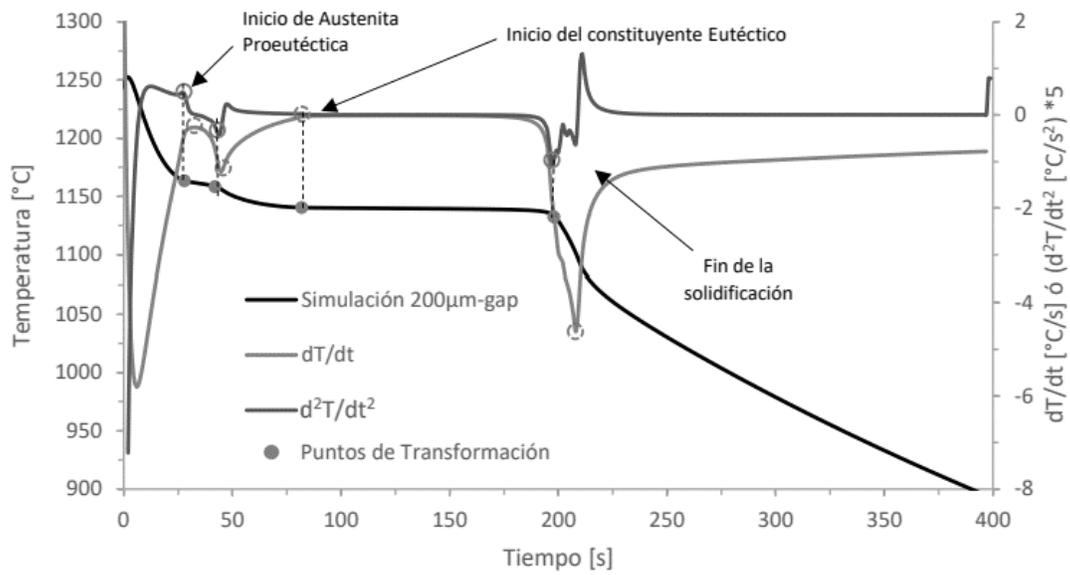


Figura 3-6 Análisis de temperaturas de transformación en simulación por medio de primera y segunda derivada (Estrada Guzman, 2022).

4. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

En este apartado se detallará el diseño de experimentos generado para evaluar y analizar el efecto de la adición de niobio e inoculante en el ramificado de grafito en fundiciones de hierro gris, así como equipos y técnicas de caracterización empleadas.

4.1 Muestras de hierro gris.

En este estudio se parte con 18 muestras y las cuales se fabricaron en un trabajo previo realizado en el Laboratorio de Solidificación de Aleaciones Metálicas (LSAM) del CINVESTAV unidad saltillo como parte de la tesis de maestría de Diana Facundo. (Facundo Flores, 2024).

Tabla 4-1 Diseño de experimentos.

Experimento	Adición de Niobio (2 niveles)	Inoculante	No. Muestras
1	0%	No	1
		Si	2
		No	3
2	0.20%	No	4
		Si	5
		Si	6
3	0.40%	No	7
		Si	8
		Si	9
4	0%	Si	10
		No	11
		Si	12
5	0.20%	Si	13
		No	14
		No	15
6	0.40%	Si	16
		No	17
		No	18

En las condiciones mencionadas en la tabla 4-1, cada experimento corresponde a una fusión de la cual se obtienen 3 muestras con un contenido dado de Nb y dos niveles de inoculación. Se hizo una réplica de cada nivel de Nb probado. Con este diseño se obtienen muestras que provienen del mismo metal y que solo difieren en el nivel de la inoculación. Esto es particularmente importante porque la respuesta del material a la inoculación podría variar de una fusión a otra, por lo que se buscó tener la posibilidad de tener una base de comparación en dónde la única variable fuera el nivel de inoculación.

Las variables de estudio son el porcentaje de adición de niobio y la de inoculante en muestras de un metal base de la misma composición para cada iteración, entonces la tabla 4-2 indica la nomenclatura de las muestras.

Tabla 4-2 Nomenclatura de muestras.

Colada	% Nb	Copa	Inoculación
R1	0	C1	No Inoculado
		C2	Inoculado
		C3	No Inoculado
R2	0.2	C1	No Inoculado
		C2	Inoculado
		C3	Inoculado
R3	0.4	C1	No Inoculado
		C2	Inoculado
		C3	Inoculado
R4	0	C1	Inoculado
		C2	No Inoculado
		C3	Inoculado
R5	0.2	C1	Inoculado
		C2	No Inoculado
		C3	No Inoculado
R6	0.4	C1	Inoculado
		C2	No Inoculado
		C3	No Inoculado

Obteniendo la composición química detallada en la tabla 4-3 para cada colada (R) realizada.

Tabla 4-3 Composición química de muestras (*réplicas de fusión) (Facundo Flores, 2024).

Fundición	Fusión	C	Si	Mn	P	S	Cu	Nb	N	CE
Sin Nb	R1	3.17	1.69	0.32	0.033	0.085	0.02	0.001	0.008	3.74
0.2% Nb	R2	3.22	1.70	0.32	0.033	0.087	0.02	0.20	0.007	3.79
0.4% Nb	R3	3.21	1.69	0.31	0.033	0.090	0.02	0.40	0.008	3.78
Sin Nb*	R4	3.19	1.69	0.31	0.037	0.082	0.03	0.002	0.009	3.76
0.2%Nb*	R5	3.26	1.70	0.32	0.037	0.085	0.02	0.17	0.007	3.83
0.4%Nb*	R6	3.27	1.70	0.31	0.037	0.080	0.03	0.37	0.008	3.84

4.1.2 Fusión de metal base

En los párrafos siguientes se presenta el proceso de obtención de muestras producidas en el CINVESTAV unidad saltillo. (Facundo Flores, 2024).

En primera instancia se elaboró un ajuste de cargas para obtener un metal base (MB) con contenidos de carbono y silicio dentro de los rangos de estudio. Se realizó un proceso de fusión por inducción con refractario base alúmina de una carga de 30 kg de los cuales se agregó la mitad del peso de lingotes de hierro gris Sorel y el resto de chatarra de acero, el equipo y material fueron facilitados por el CINVESTAV unidad Saltillo.

En la tabla 4-4 se muestra la composición química de los componentes agregados durante la fusión para la obtención del metal base.

Tabla 4-4 Composición de componentes de carga para obtención de metal base.

Elemento	C	Si	Mn	S	Cr	Fe
Sorel	4.22	0.56	0.07	0.0021	0.01	95.12
Chatarra	0.09	0.02	0.34	0.005	0.01	99.54

Adicionalmente, se agregaron los siguientes aleantes para ajustar la composición química.

- Silicio electrolítico
- Grafito
- Azufre
- Manganeso electrolítico

Durante el proceso de fusión, la carga metálica se dividió en dos partes con la finalidad de facilitar la integración de los componentes. Añadiendo primero la mitad de los elementos en estado sólido para fundirlos y posteriormente la otra mitad en el baño metálico. Se alcanzó una temperatura de $1205\pm 5^{\circ}\text{C}$ y se destinó un tiempo de homogenización de 5 minutos.

El análisis de la composición química consistió en la extracción de muestras y análisis químico por espectroscopía de emisión óptica por chispa y detección por absorción IR para el contenido de carbono, silicio & nitrógeno. Obteniendo los resultados presentados en la tabla 4-5.

Tabla 4-5 Composición química de metal base.

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cu	Nb
Porcentaje	3.26	1.8	0.4	0.03	0.06	0.02	0.001

Una vez alcanzada la composición química requerida se realizó un vaciado en lingoteras con capacidad de 4 lingotes de 0.8kg cada uno, los cuales fueron empleados como materia prima para la obtención de las muestras de estudio con las condiciones mencionadas en el diseño de experimentos.

4.1.2 Fusión de muestras de estudio

La obtención de muestras de acuerdo con las condiciones requeridas en el diseño de experimentos se realizó mediante un proceso de fusión por inducción de los lingotes de metal base previamente obtenidos, adicionando placas de niobio electrolítico e inoculante “superseed” según requerido. Esta parte de estudio se efectuó a escala de laboratorio en el LSAM.

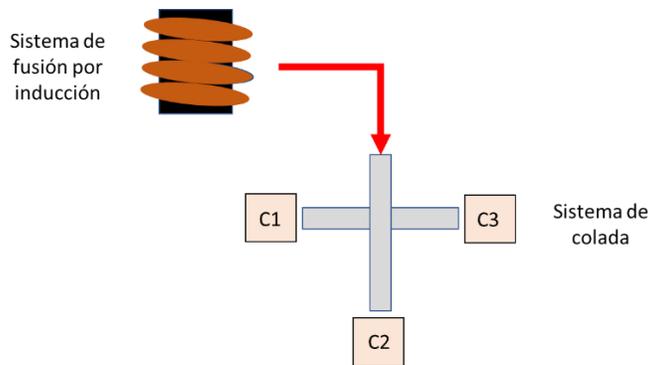


Figura 4-1 Esquema de sistema de colada.

La carga de fusión constó de 1.6 kg de metal base, al cual se agregó 0g, 32g y 64g de niobio según requerido en el diseño de experimentos. La fusión se realizó en 2 etapas al igual que en la fabricación del metal base, para la primera carga se fundió un lingote de 800g de metal base, posteriormente se añadió el niobio en placas electrolíticas y el segundo lingote de 800g. Una vez que se completó la fusión se elevó la temperatura del metal a un rango de $1510 \pm 10^\circ\text{C}$ con la finalidad de obtener un metal que en la práctica es conocido que tiene un bajo potencial de inoculación. Esto puede ser asociado a la eliminación de una cierta cantidad de inclusiones primarias de óxidos, cómo analizado termodinámicamente (Mendoza Sánchez, 2023).

Para el proceso de vaciado, se empleó un sistema de colada con 3 copas alimentadas a la vez por un canal cada una. En los canales asignados se colocó el 0.1% (0.38g) en peso de inoculante para lograr una inoculación por arrastre. Este sistema de colada fue diseñado en el CINVESTAV Unidad Saltillo por el M.C. R. del Campo (Del Campo, 2022) y es esquematizado en la figura 4-1. Las copas son de la marca Electronite de uso industrial para análisis térmico. Estas copas cuentan con un termopar tipo K protegido por una vaina de cuarzo fundido para obtener la curva de enfriamiento, y la muestra tiene dimensiones $40\text{mm} \times 36\text{mm} \times 36\text{mm}$ las cuales fueron cortadas a **18mm de espesor**. En la figura 4-2 se muestra el flujo de adición de componentes aleantes.

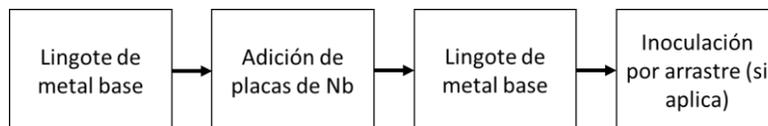


Figura 4-2 Diagrama de flujo de adición de componentes.

4.2 Análisis metalográfico

En este apartado se detalla el procedimiento de preparación de muestras seguido para el posterior análisis metalográfico.

4.2.1 Preparación de muestras

Para la preparación de muestras se realizó un corte con disco de carburo de silicio en un cuadrante inferior tomando como referencia la posición de termopar. La superficie analizada fueron 1 cm² como se ilustra en la figura 4-3 representada por un recuadro rojo.

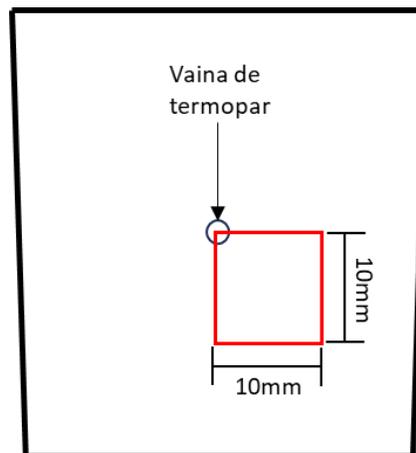


Figura 4-3 Esquema de copa vaciada y superficie de estudio.

Una vez que se tenía el cuadrante cortado de la probeta se montó en baquelita para realizar el proceso de desbaste automático progresivo con lijas de número 220, 320, 500, 800 hasta 1200 con humedad ligera de acuerdo con el estándar de granulometría FEPA-P.

El pulido se realizó en paño grueso con pasta de diamante de 3μm y en paño fino con pasta de diamante de 1μm, con humedad ligera empleando bajas dosificaciones de alcohol etílico.

Las metalografías fueron realizadas por microscopía óptica, se tomaron 6 capturas a 100x en la superficie preparada teniendo una superficie total de 6.32 mm².

4.2.2 Corrección de iluminación

Se empleó el software abierto FIJI para el análisis de las metalografías, el método de medición de esqueletado consta de dos pasos en los cuales en primera instancia se debe corregir la iluminación de las imágenes en algunos microscopios ópticos esta corrección se

puede realizar por medio de patrones de referencia, sin embargo, se requiere de equipos sofisticados por lo que se desarrolló esta metodología como alternativa para lograr esta corrección en micrografías tomadas en microscopios ópticos de menores prestaciones.

Paso 1: Corrección de iluminación

1.- Se elige la metalografía tomada a 100x por el microscopio óptico.

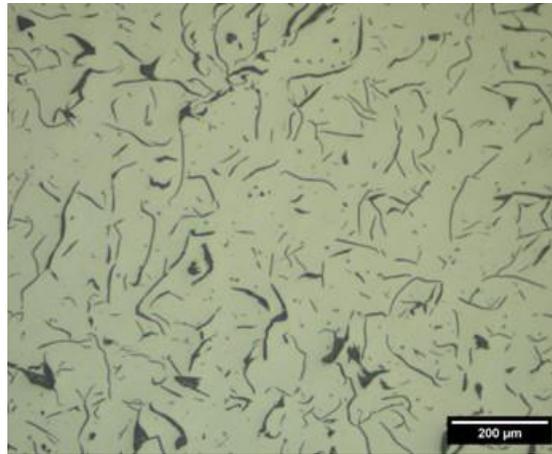


Figura 4-4 Imagen de microscopio óptico a 100x.

2.- Seleccionar los comandos “*Imagen – tipo – 8 bits*”

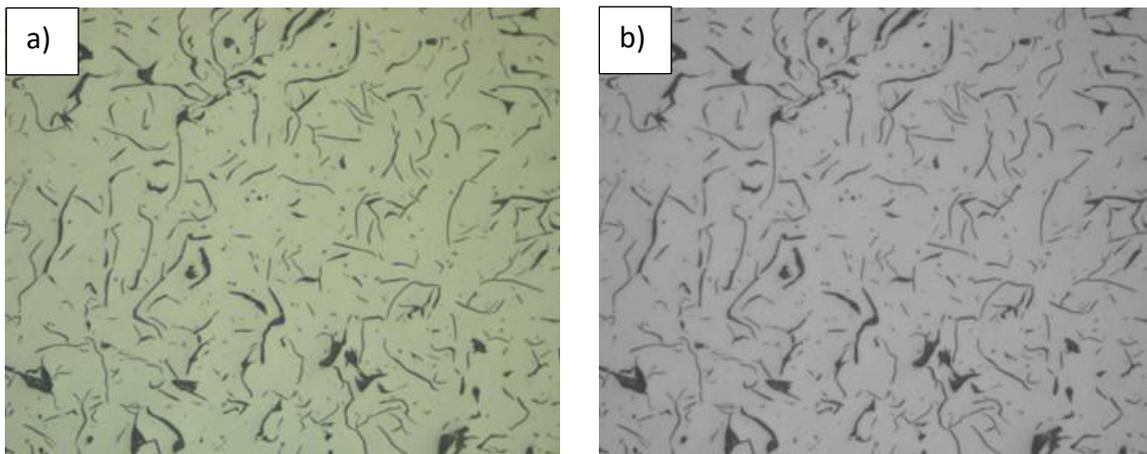


Figura 4-5 a) metalografía a 100x de microscopio óptico, b) metalografía 100x a 8 bits.

3.- Seleccionar “*Imagen – Duplicar*”

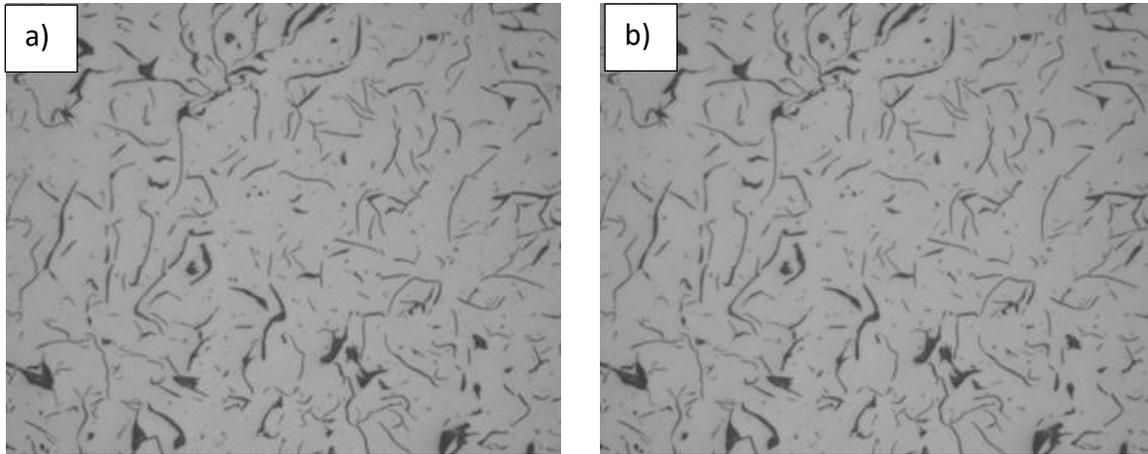


Figura 4-6 a) Metalografía 100x 8 bits, b) Metalografía duplicada (metalografía’).

4.- Seleccionar “*Proceso – Filtro – Opacidad Gaussiana - Ajuste de radio de sigma*”

En este paso se requiere seleccionar la imagen duplicada metalografía’ ilustrada en la figura 4-6 b en la cual, el comando de opacidad gaussiana difuminará la imagen y se ajusta el radio sigma lo suficiente para observar ligeramente las hojuelas de grafito.

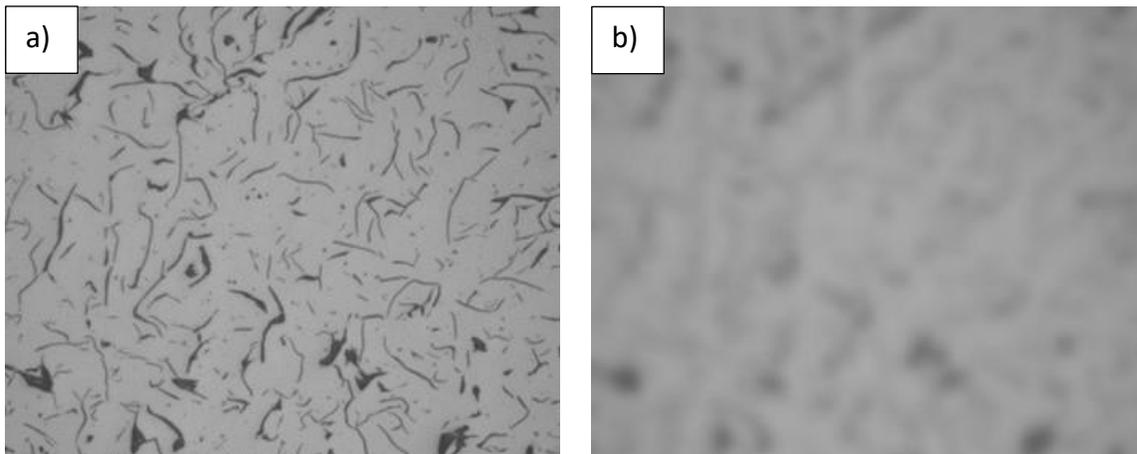


Figura 4-7 a) Metalografía 100x 8 bits, b) Imagen con filtro “Gaussian blur”.

En este estudio se empleó un valor de sigma radio de 30 para obtener la imagen mostrada en la figura 4-7 b. Este valor puede variar dependiendo del tipo de muestra a analizar, por lo que se recomienda realizar iteraciones para obtener resultados más óptimos, en el caso de fundiciones de hierro gris es un procedimiento efectivo debido al contraste entre tonos de las hojuelas de grafito oscuros y la matriz metálica clara.

5.- Seleccionar “*Proceso – Calculadora de imágenes – Operación sustracción, Imagen1: metalografía, imagen 2: metalografía’*”

Activar recuadros “*crear ventana nueva*” y “*resultado en 32 bits*”

La operación sustracción de imagen resta el valor de los píxeles de las imágenes seleccionadas, en este caso, se restará la imagen procesada por filtro de opacidad gaussiana con la metalografía para corregir el fondo con los defectos de iluminación generados durante la captura del microscopio que generan zonas más oscuras, lo que provoca una variación al momento de realizar la separación de fases por medio del ajuste de umbral en FIJI.

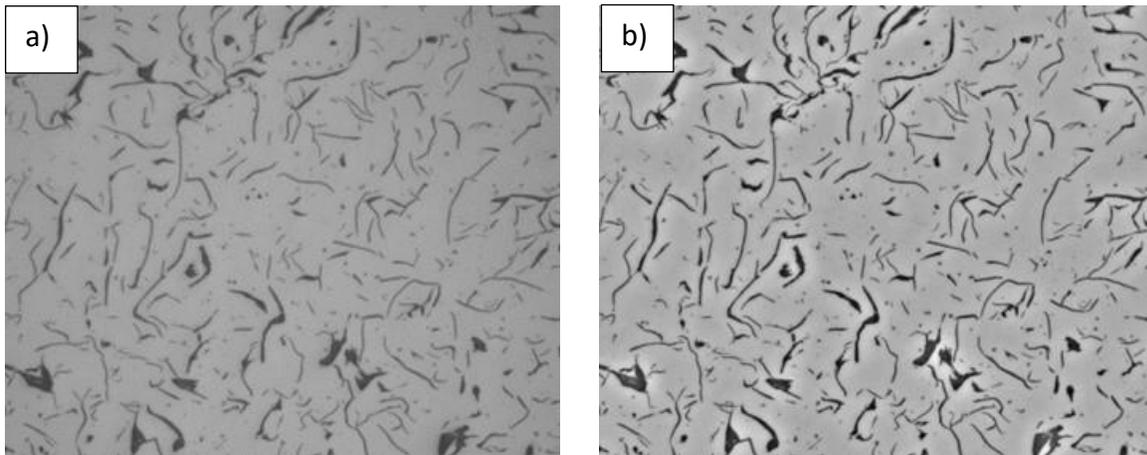


Figura 4-8 a) Metalografía 100x 8 bits b) Metalografía 100x con iluminación corregida.

La figura 4-8 b ilustra la muestra después del proceso de corrección de iluminación, a continuación, se presenta una comparación entre ambas metalografías para evidenciar el impacto positivo al realizar este procedimiento previo a la cuantificación de esqueletado y puede ser implementado para cualquier tipo de análisis metalográfico que requiera ajuste de umbral para la cuantificación de fases o microconstituyentes.

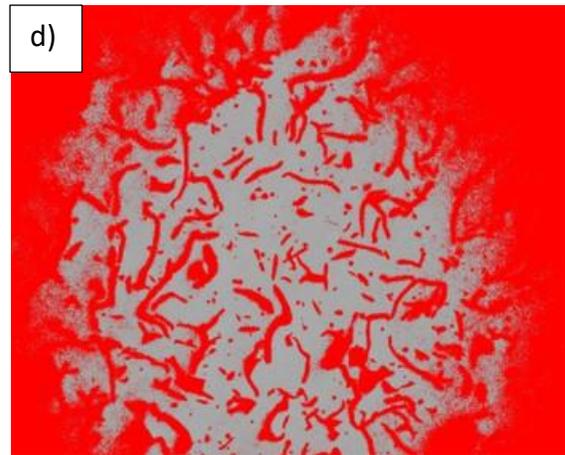
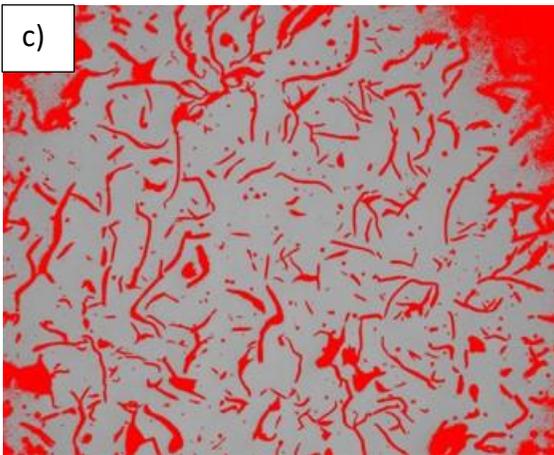
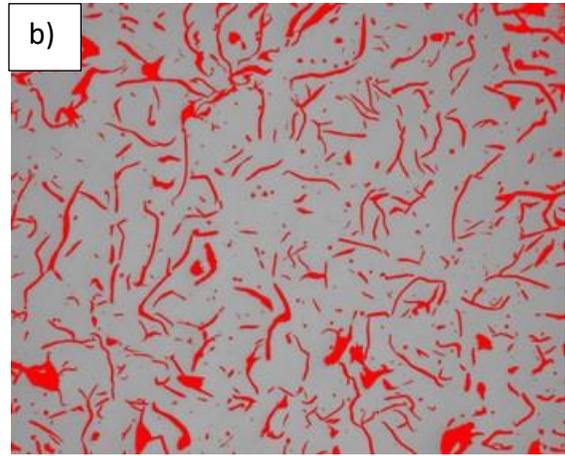
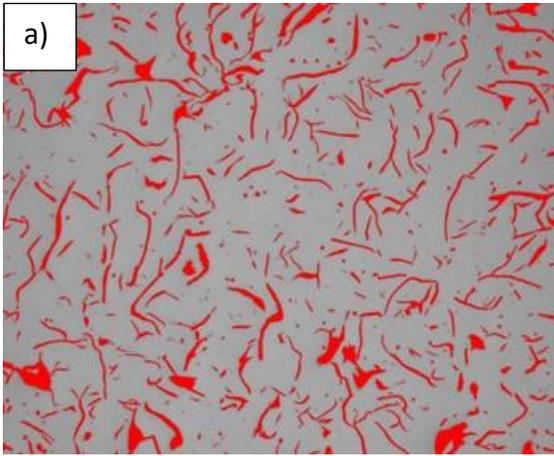
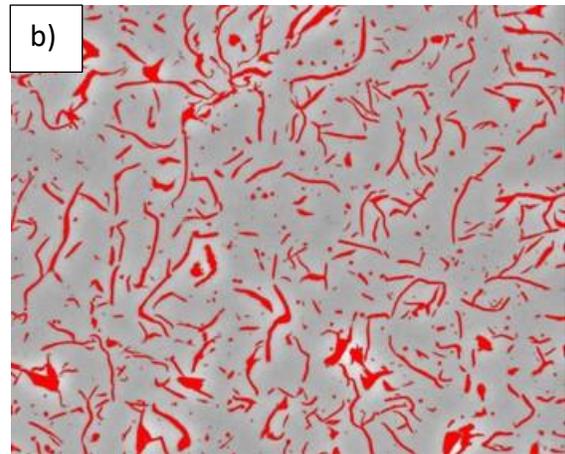
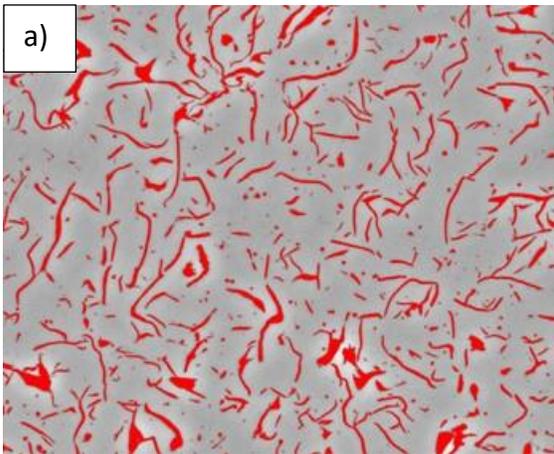


Figura 4-9 Ajuste de umbral de color de la muestra sin corrección a)130, b)140, c)150, d)160



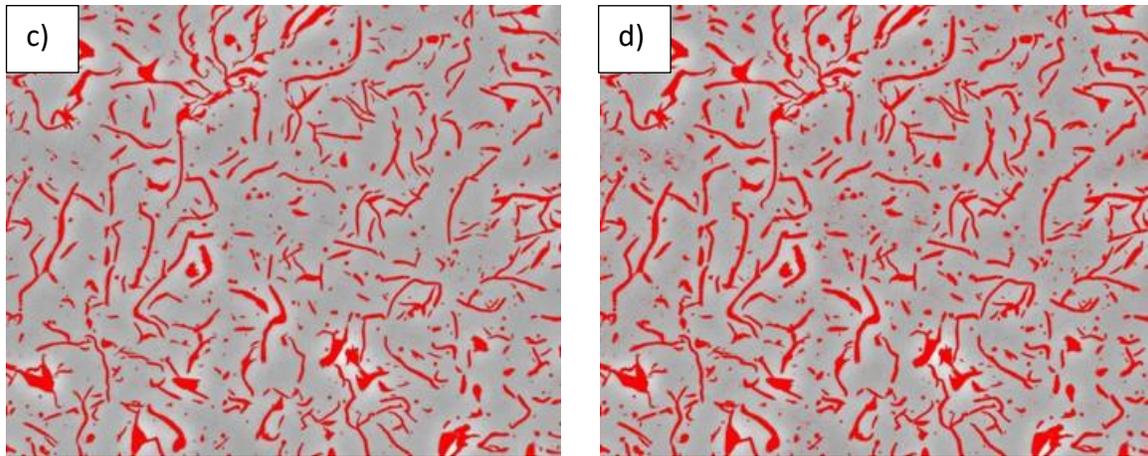


Figura 4-10 Ajuste de umbral de color de muestra corregida a)130, b)140, c)150, d)160.

En la figura 4-9 d se logra evidenciar que conforme se incrementa el valor de umbral el defecto de iluminación está fuertemente presente de manera proporcional y este puede provocar una variación en la identificación de fases, por otro lado, las metalografías de la figura 4-10 se mantienen separadas de la matriz incluso a valores elevados de umbral solo presentando un ensanchamiento en el área de selección correspondiente a las hojuelas de grafito.

Este defecto de iluminación, no solo afecta a valores elevados de umbral ya que en valores bajos, debido a que la matriz tiene diferentes valores de escala de grises se ve afectada la identificación de las fases existiendo el riesgo de engrosar de manera excesiva las hojuelas de grafito y para el caso específico de este estudio ensanchar las ramas pequeñas lo que provoca un efecto de coalición con la rama principal afectando negativamente la precisión en la medición del ramificado de las muestras.

Paso 2: Preparación de metalografía

Después de la corrección de iluminación se realiza la preparación de la metalografía en la cual se busca eliminar precipitados, partículas pequeñas (menores a $25\mu\text{m}$) y hojuelas incompletas que se encuentran en los bordes para lograr una operación más precisa de esqueletado mediante la cual se pueden determinar la ramificación que tienen las hojuelas de grafito.

Adicionalmente, para realizar el esqueletado es requerido partir de una imagen binaria partiendo de la metalografía con iluminación corregida.

- 1.- Seleccionar “*Proceso – binario – hacer binario*”
- 2.- Seleccionar “*Proceso – binario – abrir*”
- 3.- Seleccionar “*Proceso – binario – llenar huecos*”
- 4.- Seleccionar “*Analizar – analizar partículas*”

Tamaño 25 μm – infinito

Circularidad 0 – 0.7

Habilitar recuadros “*mostrar máscaras*”, “*mostrar resultados*” y “*excluir bordes*”.

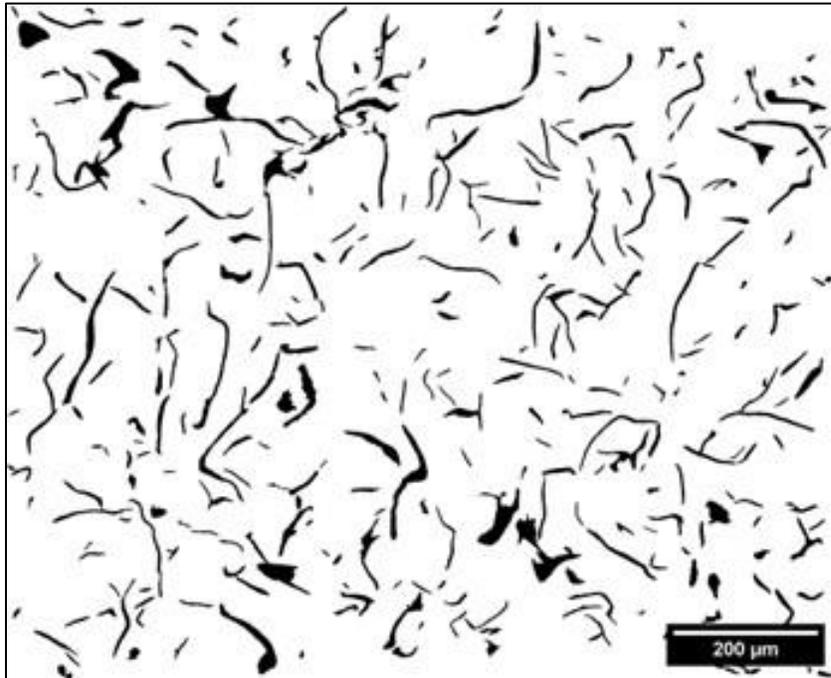


Figura 4-11 Metalografía binaria con corrección.

En la figura 4-11 se muestra la metalografía preparada para ejecutar el esqueletado, cabe resaltar que existen diferencias notables en la muestra con y sin corrección, siendo principal importancia la presencia de hojuelas más gruesas, condición que afecta en gran medida la medición del ramificado realizada con el método de este estudio.

4.2.3 Cuantificación de ramificado en FIJI

El procedimiento seguido para la cuantificación del ramificado de las muestras parte del estudio realizado en la tesis doctoral de F. de Santiago (De Santiago Méndez, 2022).

El esqueletado reduce las hojuelas de grafito en líneas de un pixel de grosor, de las cuales se puede cuantificar características como la longitud de la línea para tener una mejor estimación del tamaño de hojuela y la ramificación en hojuelas de grafito basados con los puntos de unión entre líneas.

A continuación, se indican los pasos aplicados a cada muestra:

1.- Seleccionar “*Proceso – binario - esqueletado*”



Figura 4-12 Esqueleto de hojuelas de grafito.

2.- Seleccionar “*Analizar – esqueleto – analizar esqueleto*”

Habilitar recuadros “*Calcular camino más largo y corto*” y “*Mostrar información detallada*”

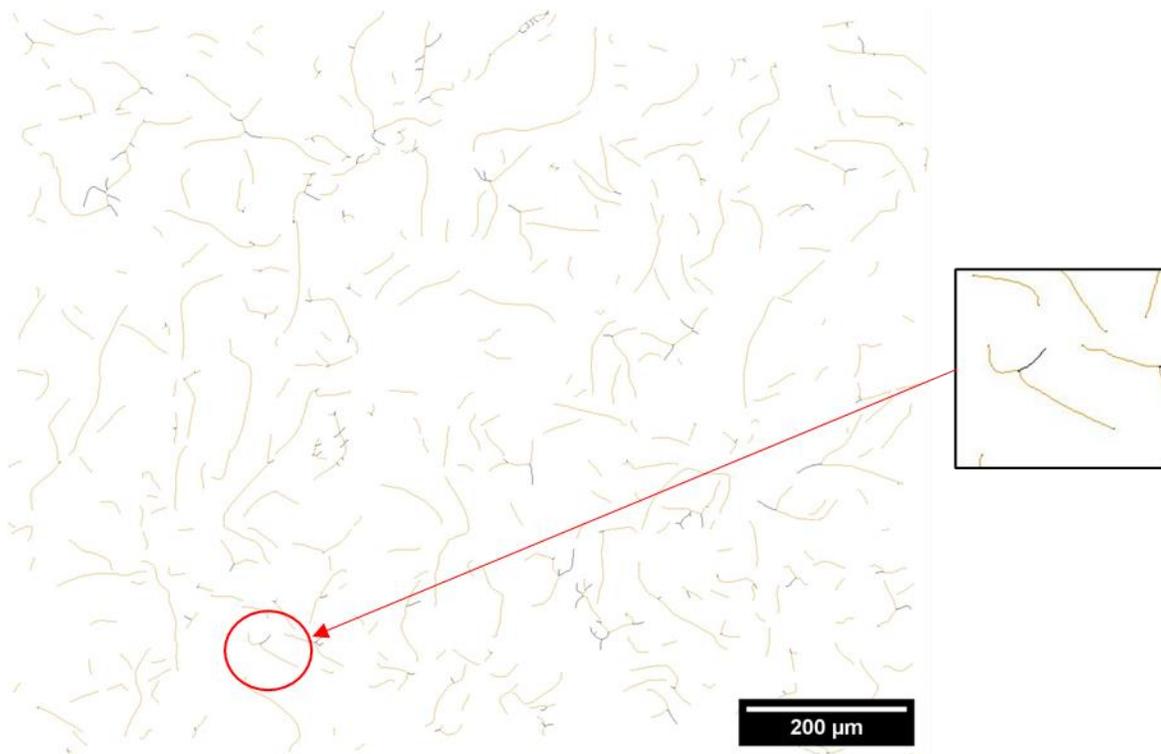


Figura 4-13 Esqueleto con ramificación de hojuelas de grafito.

En la figura 4-13 se muestra en color rojo la rama principal y en negro las ramas secundarias.

En la tabla de resultados generada las columnas de interés para este estudio son:

- Número de ramas: Indica cuales ramas tienen una hojuela. Hojuelas ramificadas = Numero de ramas > 1
- Camino más largo y corto: Indica la longitud total de la rama primaria, sin considerar ramificado secundario.
- Tamaño de rama promedio: Calcula el promedio del tamaño de ramas secundarias

Con esta información se puede realizar un análisis en función a la cantidad de hojuelas con y sin ninguna ramificación. Se ha utilizado un promedio ponderado considerando el camino más largo de las hojuelas. Se utiliza el cociente de la suma de las longitudes de la rama primaria en hojuelas sin ramificación entre la suma de las longitud de rama primaria en hojuelas con ramificación y este cociente se multiplica por cien, por lo que se presenta cómo porcentaje de ramificación.

4.3 Análisis térmico

Se realizó un análisis de las curvas de enfriamiento obtenidas de cada una de las coladas con la finalidad de evidenciar posibles cambios en la temperatura de mínima de la meseta de al inicio de la reacción eutéctica y temperatura de fin de reacción eutéctica. Para tener una estimación más precisa se empleó la primera derivada para determinar el inicio de la reacción tal como se detalla en trabajo de tesis de E. Estrada (Estrada Guzman, 2022) realizado en el laboratorio de solidificación del Cinvestav Unidad Saltillo. En el cual, se cotejan curvas de enfriamiento obtenidas mediante experimentación con curvas simuladas, demostrando la confiabilidad de este método.

Considerando lo anterior se obtiene un gráfico del tipo mostrado a continuación en la figura 4-14 para cada una de las coladas.

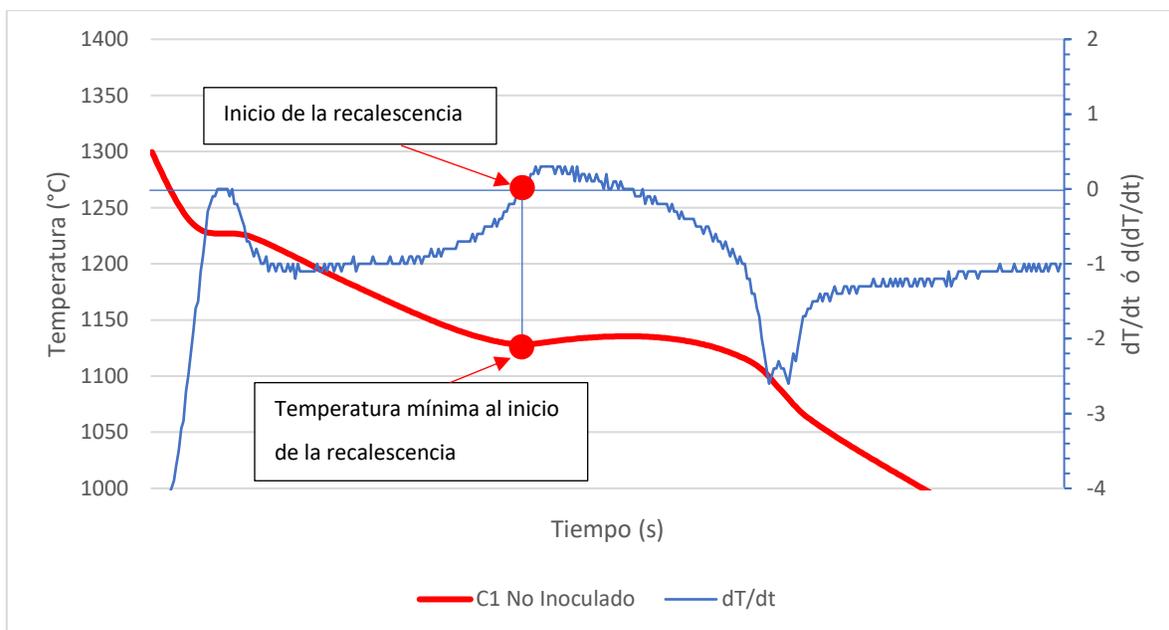


Figura 4-14 Determinación de temperatura de inicio de reacción eutéctica con el uso de la primera derivada.

Para la determinación de la temperatura mínima al inicio de la reacción eutéctica se considera el valor correspondiente cuando la primera derivada adquiere valores positivos, lo cual, en el proceso de solidificación se debe a la liberación de calor correspondiente a la reacción.

Por otro lado, para el caso del fin de reacción eutéctica se hizo uso de la segunda derivada siendo considerado el valor más negativo de la segunda derivada como se ilustra en la figura 4-15.

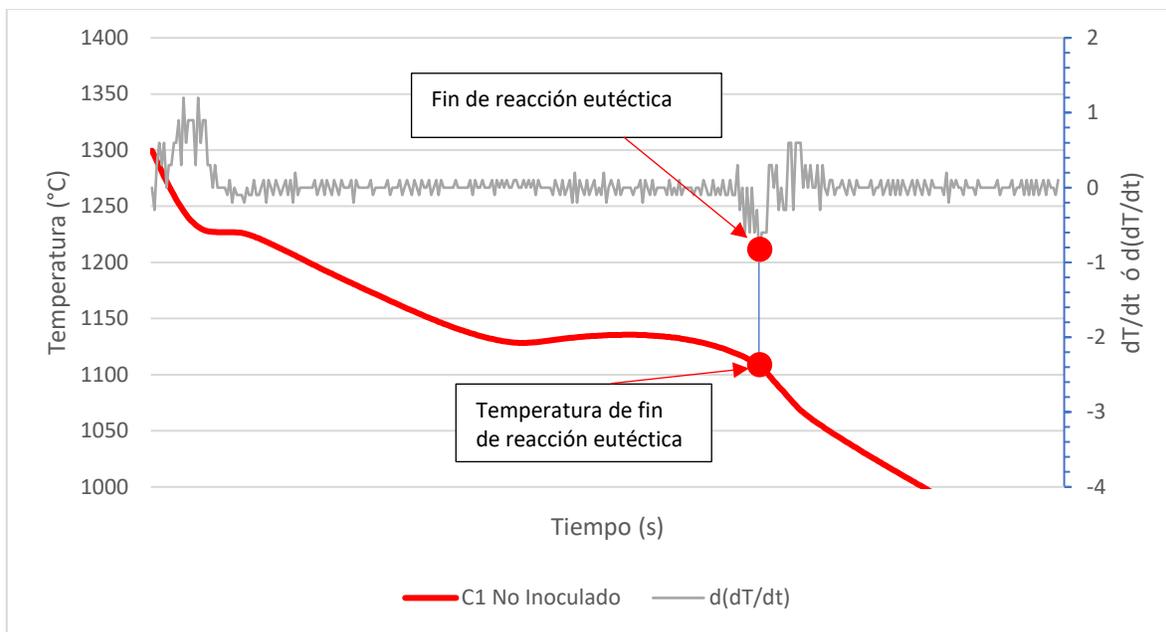


Figura 4-15 Determinación de temperatura del final de la reacción eutéctica con el uso de la segunda derivada.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Metalografía de muestras

En este apartado se presentan las metalografías obtenidas de cada iteración ejecutada, dónde se clasificará la morfología del grafito buscando una relación entre las diferentes morfologías y el porcentaje de ramificado en el grafito.

5.1.1 Metalografías de muestras sin contenido de niobio

De acuerdo al diseño de experimentos, las muestras obtenidas sin contenido de niobio son las de la colada 1 y colada 4 y se muestran a continuación.

Metalografías de Colada 1:

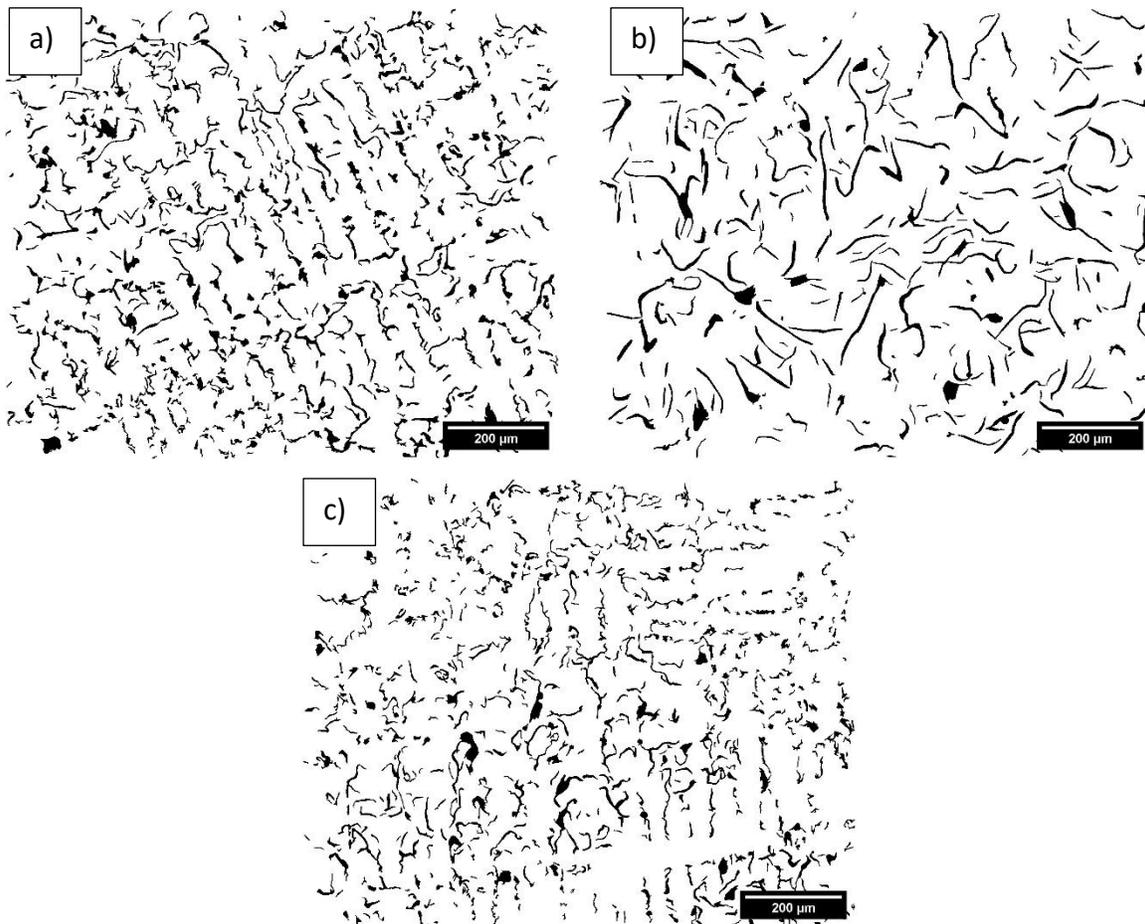


Figura 5-1 Metalografías de muestras coladas sin adición de Nb. a) Muestra copa 1 [R1C1] b) Muestra copa 2 [R1C2*] c) Muestra copa 3 [R1C3]. * Muestra inoculada.

Las metalografías mostradas en la figura 5-1 a y c se presenta un grafito de tipo “E” con alto ramificado, por otro lado, la muestra correspondiente a la figura 5-1 b presenta grafito tipo “A” con un ramificado menor, este cambio en la morfología del grafito se debe a que la muestra de la figura 5-1b fue sometida a un proceso de inoculación.

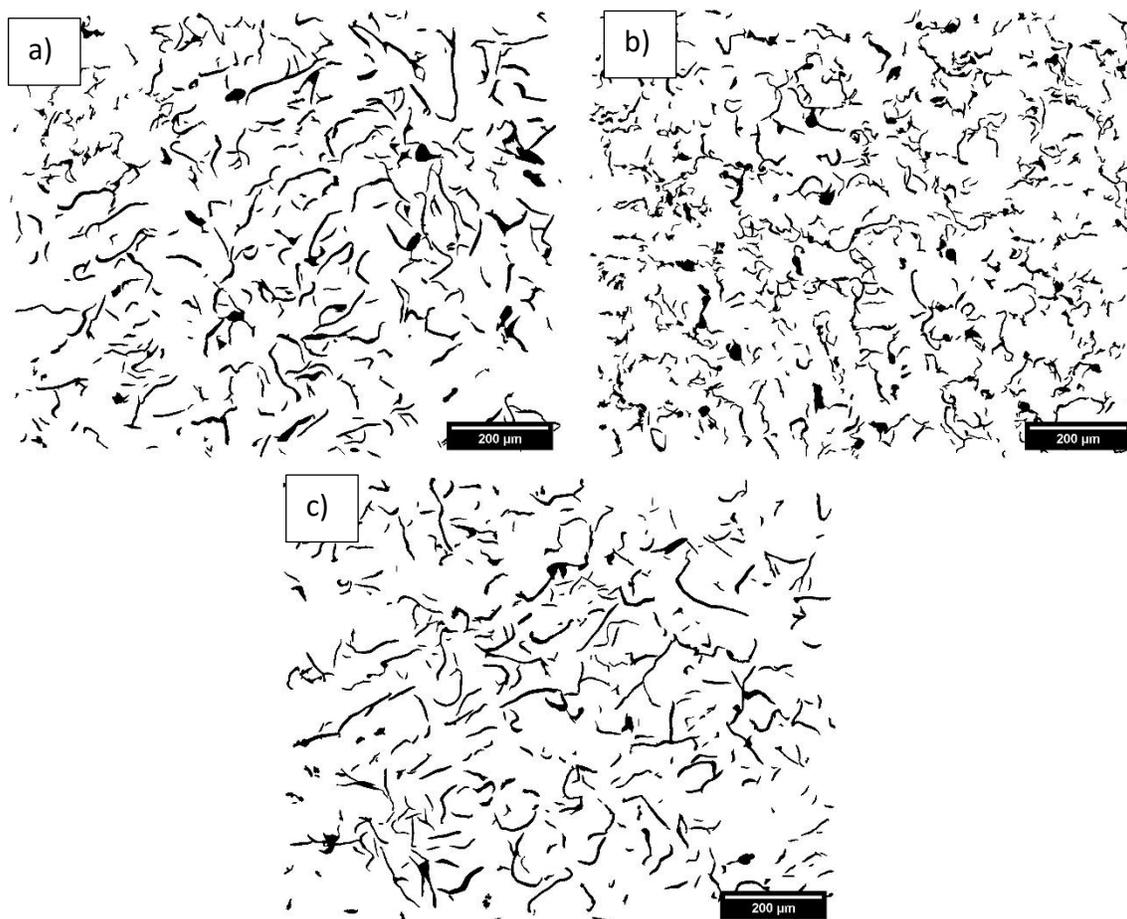


Figura 5-2 Metalografías de colada 4, sin adición de Nb. a) Muestra copa 1 [R4C1*] b) Muestra copa 2 [R4C2] c) Muestra copa 3 [R4C3*]. * Muestras inoculadas.

En las copas de la colada 4 se observa grafito tipo “A”, metalografías figura 5-2 a y c, y grafito tipo “E” en la figura 5-2b. Se puede observar al igual que en la colada 1 las copas sin adición de inoculante presentan una morfología de grafito similar y se aprecia un mayor ramificado que lo que se observa en las muestras inoculadas.

5.1.2 Metalografías de muestras con bajo contenido de niobio

A continuación, se presentan las metalografías de la colada 2 y 5, en las cuales se realizó una adición de niobio de 0.2% en peso.

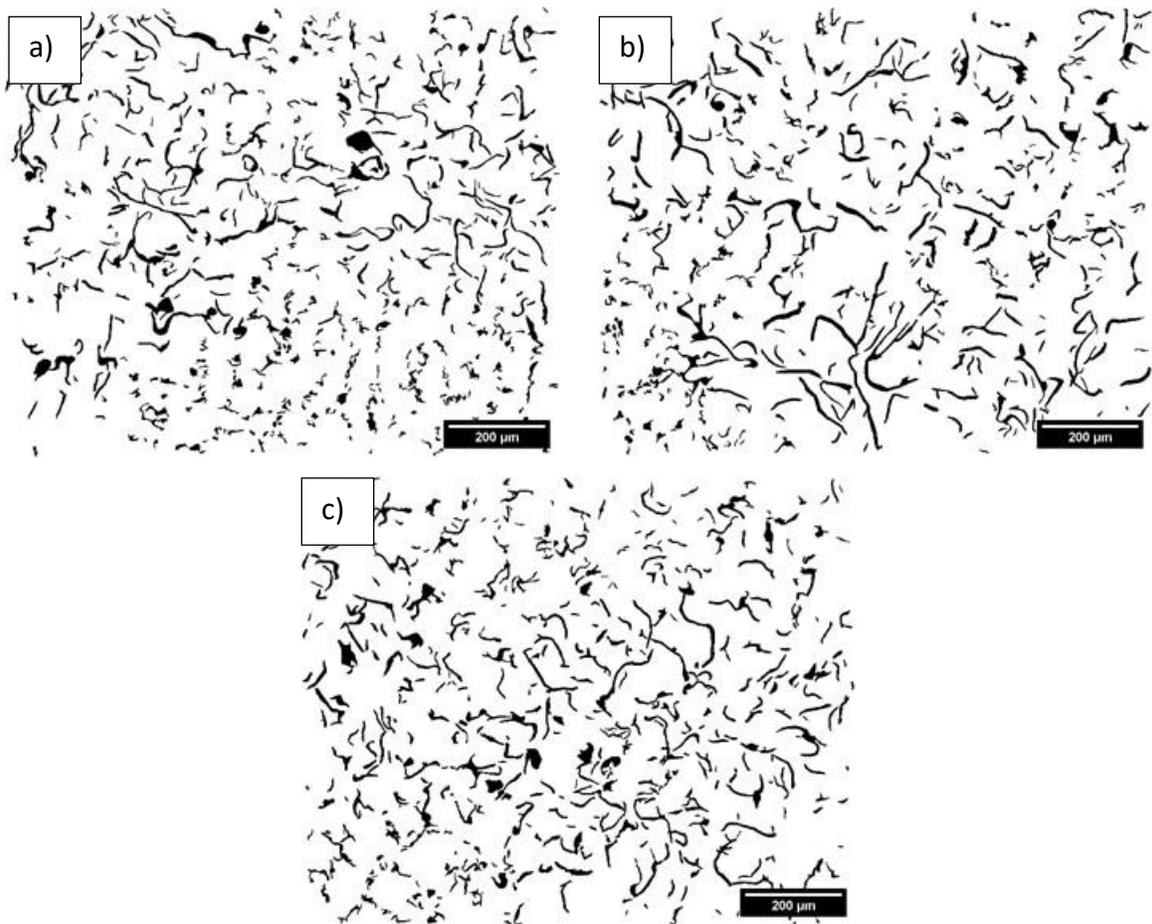


Figura 5-3 Metalografías de colada 2, con Nb al 0.2%. a) Muestra copa 1 [R2C1] b) Muestra copa 2 [R2C2*] c) Muestra copa 3 [R2C3*]. * Muestras inoculadas.

En la figura 5-3 a se presenta una combinación de grafito tipo “E” con presencia de grafito tipo “A”, en el caso de la figura 5-3 b predomina el grafito tipo “A” mientras que en la figura 5-3 c se observa un grafito tipo “A” con cierta presencia del tipo “E”.

La muestra R2C2 mostrada en la figura 5-3 a muestra presencia de laminillas de grafito con ramificación de mayor longitud, sugiriendo que el niobio tiene un efecto inoculante, dentro del alcance de este trabajo se presenta un análisis estadístico que pretende evidenciar si este cambio en la morfología del grafito se puede atribuir a la presencia del niobio.

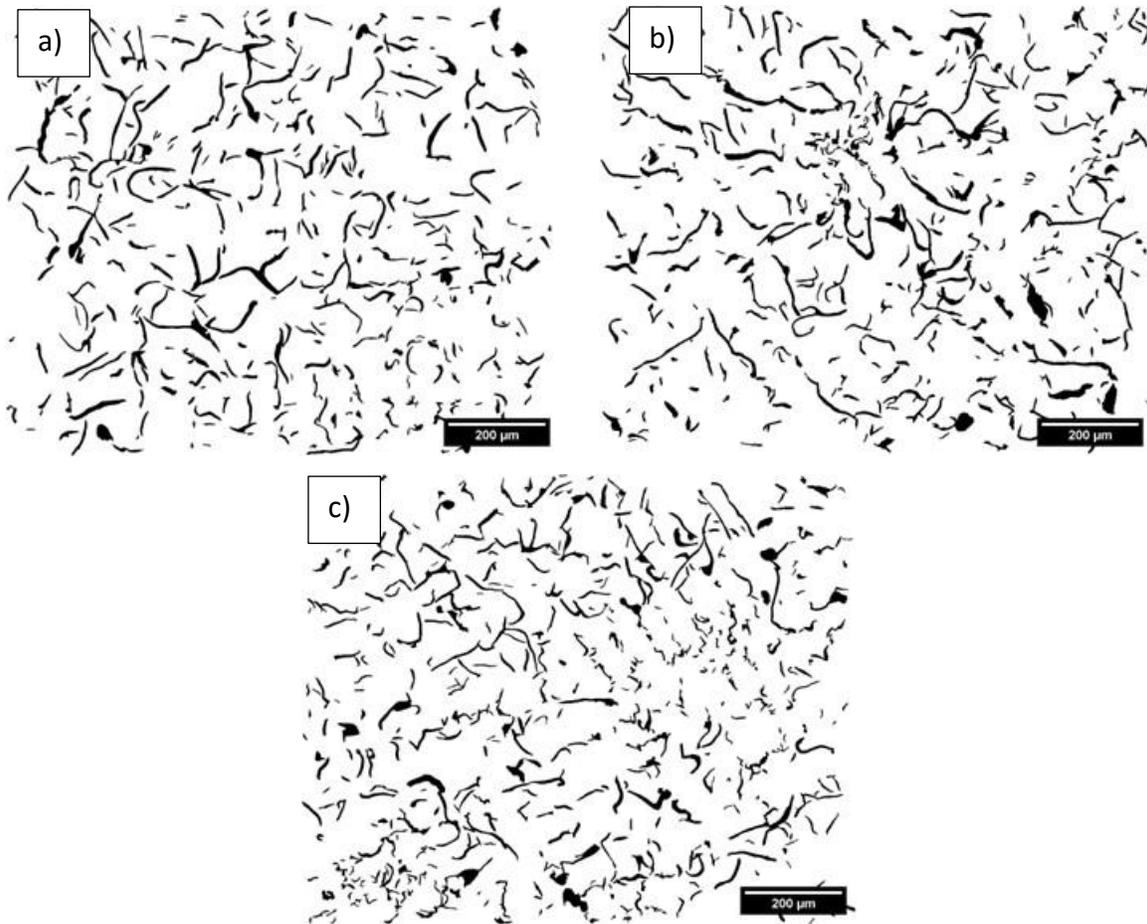


Figura 5-4 Metalografías de colada 5 con 0.2% Nb. a) Muestra copa 1 [R5C1*] b) Muestra copa 2 [R5C2] c) Muestra copa 3 [R5C3]. * Muestra inoculada.

En todas las metalografías de la colada 5 mostradas en la figura anterior se presenta grafito de tipo “A”, en el caso de la figura 5-4 c se observa un poca presencia de grafito tipo “E”. Los resultados metalográficos en la colada 2 sugieren un cierto efecto benéfico parte del niobio promoviendo la formación de grafito tipo “A” aún en muestras no inoculadas. En contraste en las colada 1 y 4 sin adición de niobio, las muestras sin inoculante presentan únicamente grafito de tipo “E”.

5.1.3 Metalografías de muestras con alto contenido de niobio

Finalmente, se presentan las metalografías de las coladas 3 y 6 producidas con una adición de niobio de 0.4% en peso.

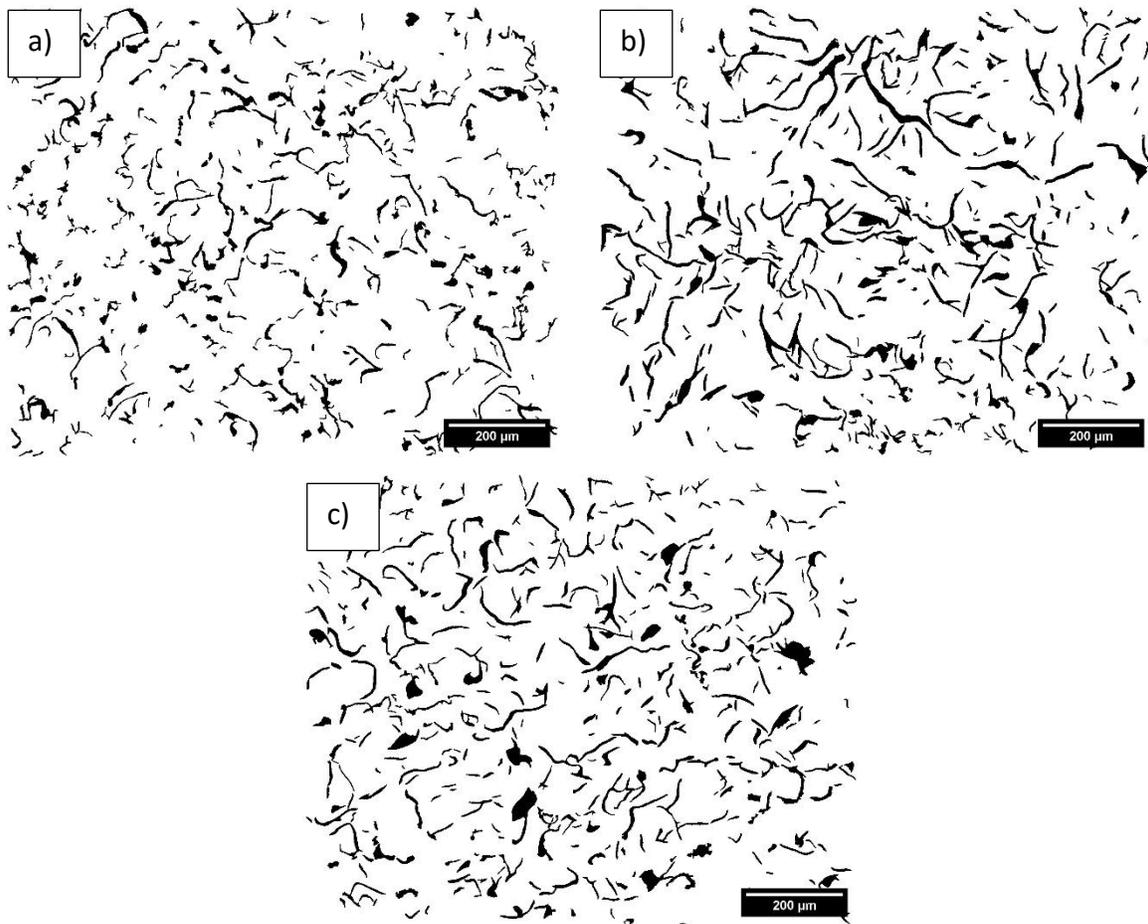


Figura 5-5 Metalografías de colada 3 con 0.4% Nb. a) Muestra copa 1 [R3C1] b) Muestra copa 2 [R3C2*] c) Muestra copa 3 [R3C3*]. * Muestras inoculadas.

En la figura 5-5 a correspondiente a la muestra R3C1 no inoculada, se presenta una morfología predominante de grafito tipo “E” con reducidas zonas de grafito tipo “A”. En el caso de las metalografías de las muestras inoculadas mostradas en la figura 5-5 b y c, se presenta grafito tipo “A”.

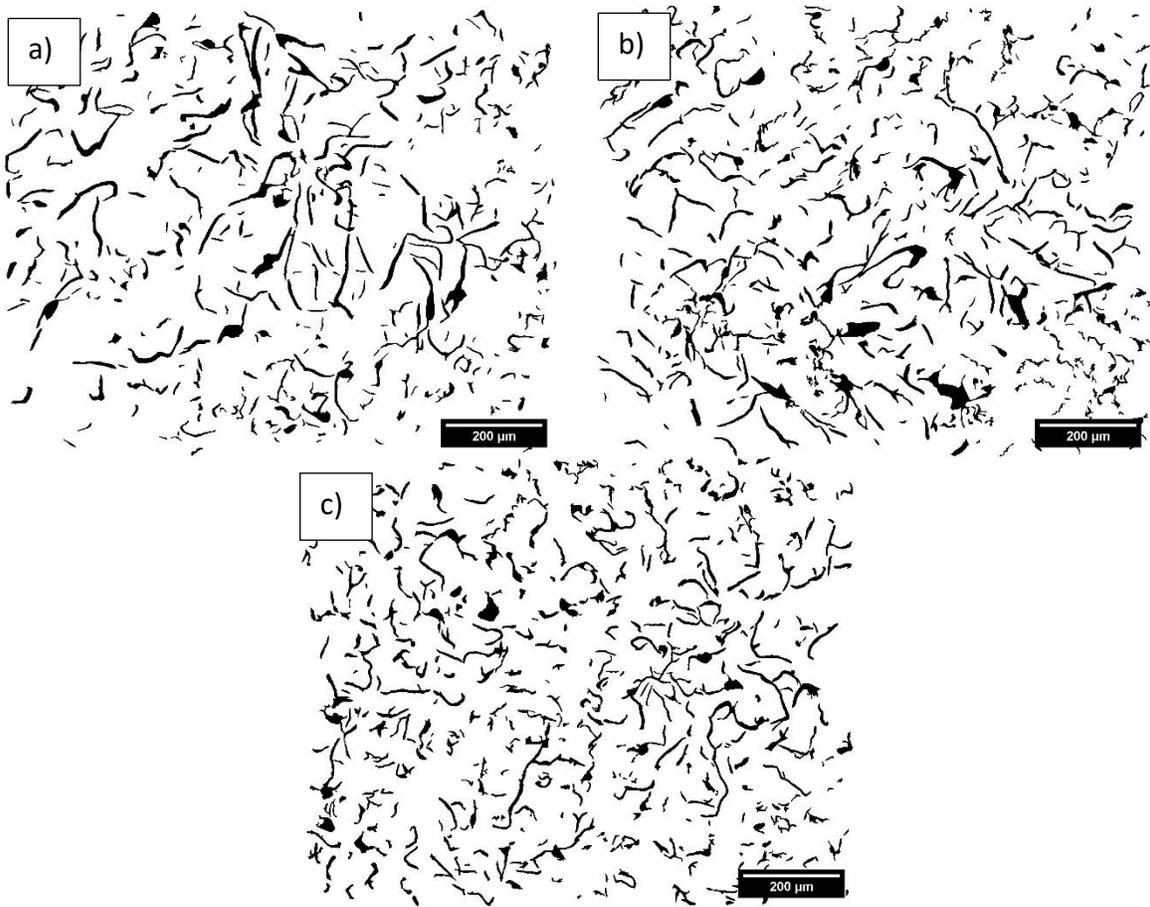


Figura 5-6 Metalografías de colada 6 con 0.4% Nb. a) Muestra copa 1 [R6C1*] b) Muestra copa 2 [R6C2] c) Muestra copa 3 [R6C3]. * Muestra inoculada.

En el caso de las metalografías ilustradas en la figura 5-6 b y c, se presenta una mezcla de dos tipos de grafito “A” y “E”. Los resultados son coherentes con la colada 3 y al igual que en las coladas 2 y 5 con adición de niobio al 0.2%, se observa que la presencia de niobio favorece la formación de hojuelas de grafito tipo “A” y posiblemente actúa como inoculante en este tipo de fundiciones de hierro.

5.1.4 Diferencias estadísticas

Para determinar si el porcentaje de ramificado variaba significativamente entre cada muestra se realizó un análisis de diferencias estadísticas de los grupos de datos obtenidos de las distintas metalografías tomadas.

Comparación de colada 1 y 4 (sin adición de niobio)

Tabla 5-1 Copas no inoculadas sin niobio.

Muestra 1	Muestra 2	Distribución T (Valor P)	Resultado
R1C1	R1C3	0.279	=
R1C1	R4C2	0.326	=
R1C3	R4C2	0.914	=

En la tabla 5-1 que compara las muestras no inoculadas se puede observar que el ramificado es consistente para ambas coladas, concluyendo que se tiene el mismo tipo de grafito, así como el mismo porcentaje de ramificado.

Tabla 5-2 Copas inoculadas sin niobio.

Muestra 1	Muestra 2	Distribución T (Valor P)	Resultado
R1C2	R4C1	0	≠
R1C2	R4C3	0.19	=
R4C1	R4C3	0.003	≠

En el caso de las copas inoculadas no existe una consistencia en el ramificado de las metalografías analizadas, se puede notar que la muestra R4C1 es estadísticamente diferente a R1C2 y R4C3.

Tabla 5-3 Copas no inoculadas con 0.2% de adición de niobio.

Muestra 1	Muestra 2	Distribución T (Valor P)	Resultado
R2C2	R2C3	0.39	=
R2C2	R5C1	0.006	≠
R2C3	R5C1	0.002	≠

Para las muestras con adición de 0.2% de niobio sin inocular existe una diferencia entre la muestra R5C1 y las muestras R2C2 y R2C3.

Tabla 5-4 Copas inoculadas con 0.2% de adición de niobio.

Muestra 1	Muestra 2	Distribución T (Valor P)	Resultado
R2C1	R5C2	0.66	=
R2C1	R5C3	0.026	≠
R5C2	R5C3	0.1	=

La tabla 5-4 señala que las copas R2C1 y R5C3 son estadísticamente diferentes entre sí, sin embargo, existe similitud entre los pares de muestras de las copas R2C1-R5C2 y R5C2-R5C3, lo cual indica que la copa R5C2 se encuentra en un rango intermedio de ramificado en contraste con las otras dos.

Tabla 5-5 Copas no inoculadas con 0.4% de adición de niobio.

Muestra 1	Muestra 2	Distribución T (Valor P)	Resultado
R3C2	R6C1	0.14	=
R3C3	R6C1	0.55	=
R3C2	R3C3	0.26	=

Las copas no inoculadas indicadas en la tabla 5-5 presentan similitud en su ramificado todas las muestras entre sí.

Tabla 5-6 Copas inoculadas con 0.4% de adición de niobio.

Muestra 1	Muestra 2	Distribución T (Valor P)	Resultado
R6C2	R3C1	0.31	=
R6C3	R3C1	0.4	=
R6C2	R6C3	0.13	=

Finalmente, las copas inoculadas y con adición de 0.4% de niobio son todas iguales.

5.2 Efecto de la adición del niobio en el ramificado de las hojuelas de grafito

5.2.1 Ramificado de muestras sin adición de niobio

En este apartado se comparan las muestras de las coladas que no contienen adición de niobio.

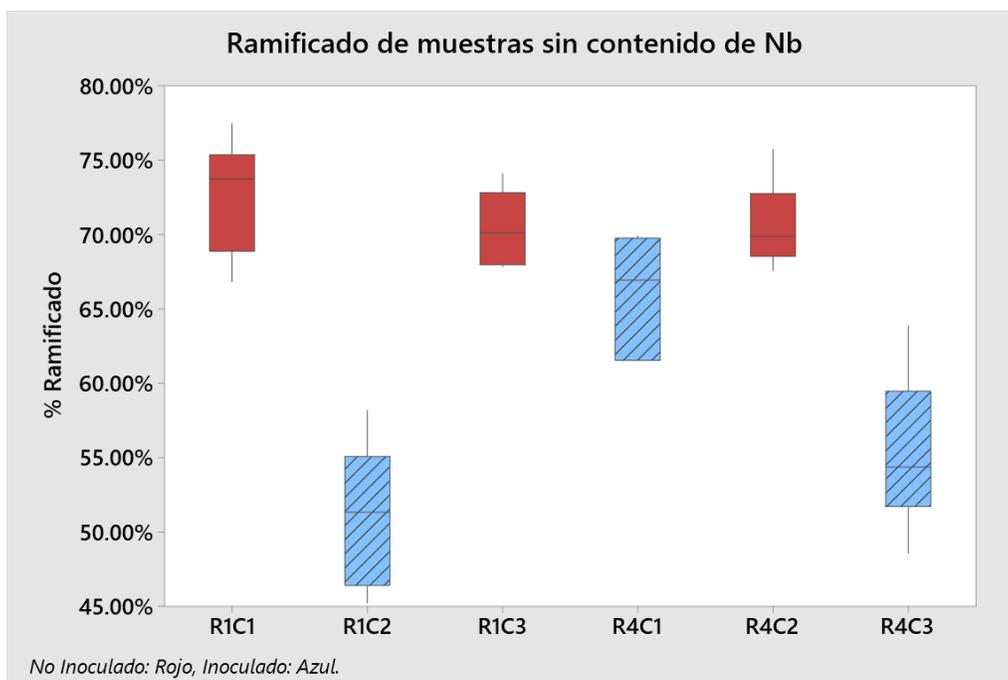


Figura 5-7 Gráfico de barras de muestras sin contenido de niobio (colada 1 y 4).

Como se logra apreciar en el gráfico 5.7, las muestras no inoculadas presentan mayor consistencia en los datos, presentando un porcentaje de ramificado en un rango del 70-75%, aunque provienen de dos coladas diferentes. Por otro lado, las muestras inoculadas presentan un mayor grado de variación siendo iguales únicamente R1C2 y R4C3, esta diferencia se puede atribuir a la eficiencia del método de adición del inoculante. La muestra R4C1 inoculada presenta un porcentaje de ramificado mayor al 60% que es más cercano a las muestras sin adición de inoculante que sin él.

5.2.2 Ramificado de muestras con bajo contenido de niobio

A continuación, se muestran los datos de las coladas con adición de 0.2% de niobio, con ambas condiciones de inoculación.

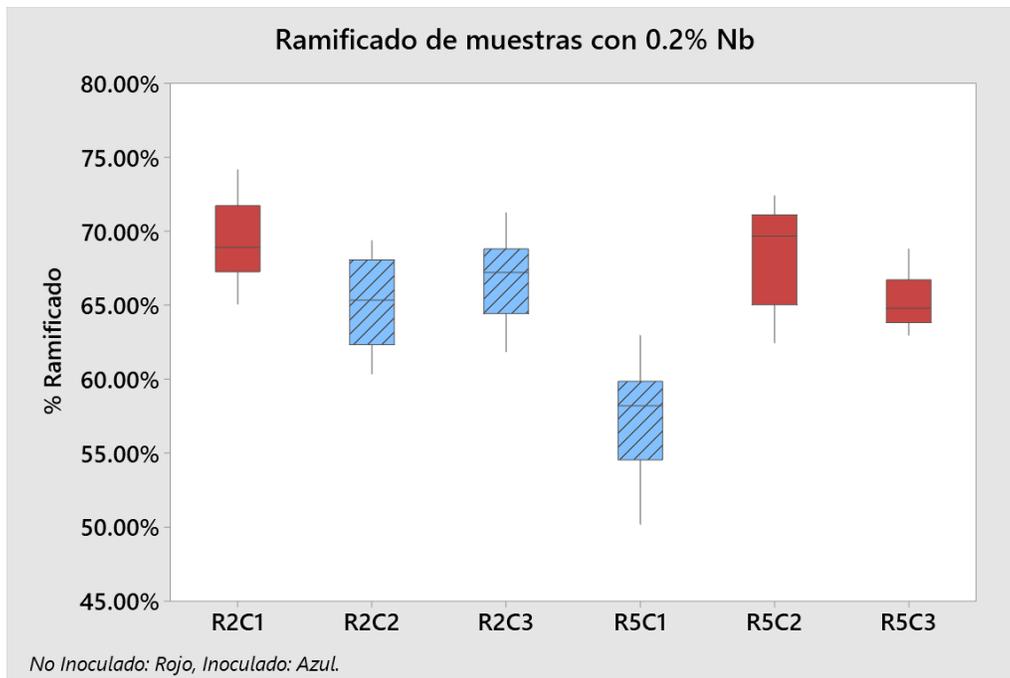


Figura 5-8 Gráfico de barras de muestras con 0.2% en contenido de niobio (colada 2 y 5).

En contraste con la figura 5-8 las muestras en la figura 5-6 manifiestan que la diferencia entre las muestras inoculadas y no inoculadas tiende a reducirse. El porcentaje de ramificado en muestras no inoculadas presenta un ligero decremento con respecto a las muestras sin Nb y no inoculadas. Con 0.2% de Nb la mayoría de la población de porcentaje de ramificado en muestras sin inoculación se mantiene en un rango de 65-70%. Las muestras inoculadas presentan valores ligeramente inferiores a los que se observan en las muestras no inoculadas con esta concentración de 0.2% Nb. Con respecto a las muestras sin Nb, estas muestras tienen un aumento en el porcentaje de ramificado encontrándose la mayoría de la población en un rango del 65% a excepción de la muestra R5C1 que se localiza en porcentajes de ramificados menores al 60%. De igual manera, como en el caso de muestras sin Nb, los datos de las muestras inoculadas presentan una mayor variación en los porcentajes de ramificado, lo que sugiere que la inoculación tiene una influencia no despreciable en el ramificado de las hojuelas de grafito.

5.2.3 Ramificado de muestras con alto contenido de niobio

Finalmente, se presentan los datos obtenidos de las muestras con 0.4% de adición de niobio. Siendo este caso en el que existe mayor consistencia entre los datos condiciones de procesamiento con y sin inoculación.

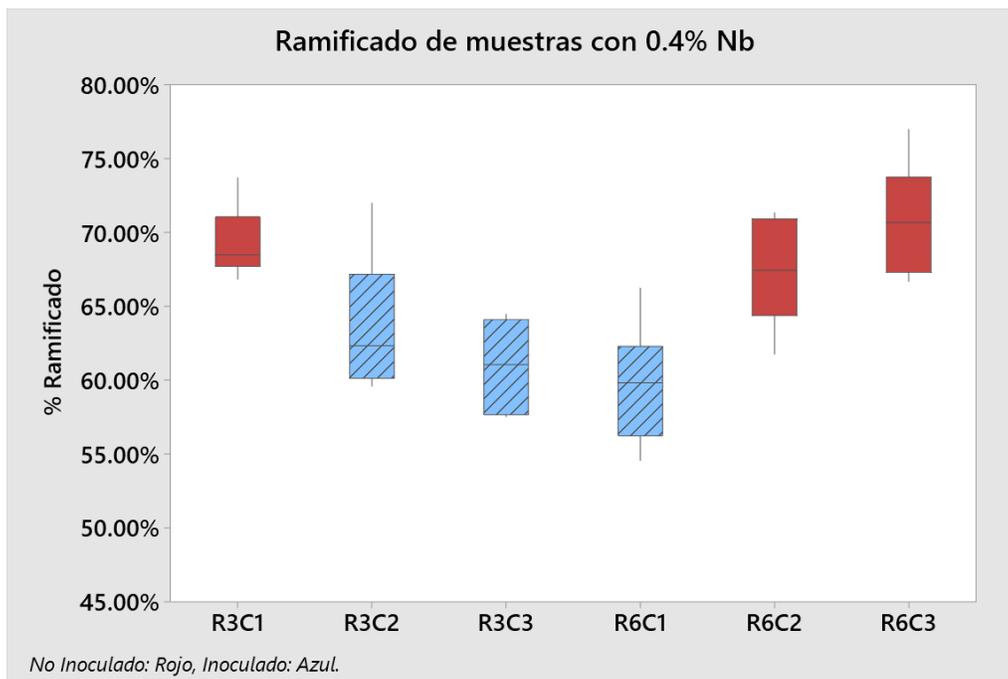


Figura 5-9 Gráfico de barras de muestras con 0.4% en contenido de niobio (colada 3 y 6).

En la figura 5-9 se observa que el promedio, línea horizontal dentro de la caja, de la población de las muestras no inoculadas oscila entre 65-70% mientras que en las muestras inoculadas tal promedio se sitúa por debajo del 65%.

por lo que se puede concluir que la presencia de niobio deja de ser favorecedora a valores mayores a 0.2%, se requiere la realización de más experimentos para determinar el porcentaje de adición de niobio que presente mayor beneficio reduciendo el porcentaje de ramificado en muestras de hierro gris con la composición presentada en este estudio.

En el caso de las muestras inoculadas presentan una mayor correlación entre ellas encontrándose en un rango de 55-65% presentando una disminución del 5% de ramificado con respecto a las demás condiciones.

5.2.4 Análisis comparativo del efecto de adición de niobio

En los gráficos mostrados a continuación se tomó la población completa de las coladas en cada condición de adición de niobio separadas por muestras inoculadas y no inoculadas.

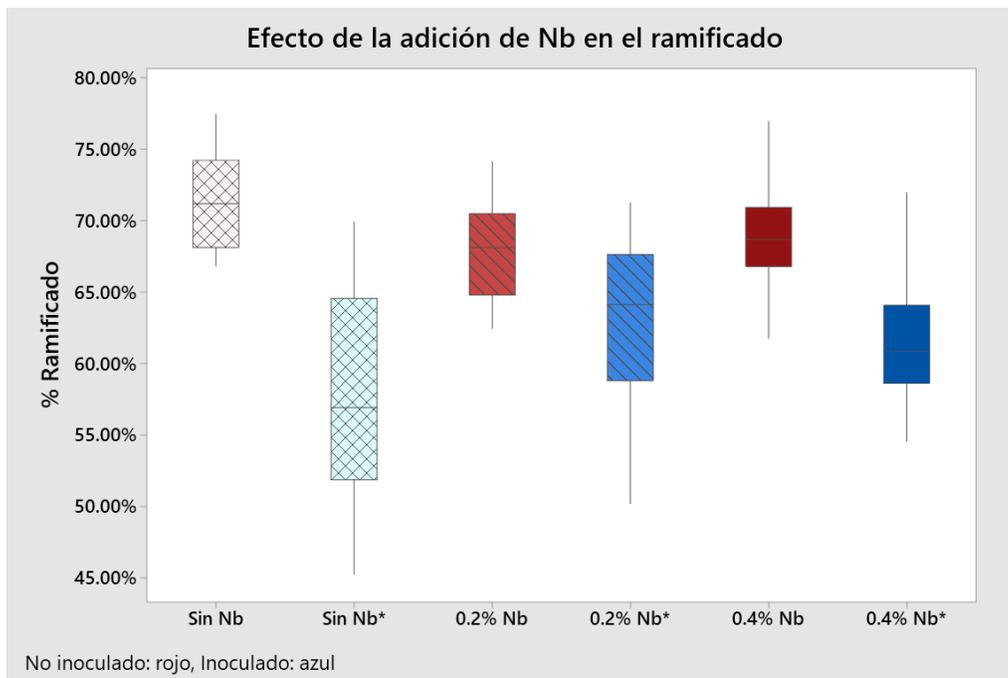


Figura 5-10 Efecto de la adición de niobio y la inoculación en el porcentaje de ramificado

Evaluando de manera conjunta, se observa que, en todos los contenidos de Nb, las muestras inoculadas tienden a presentar un menor porcentaje de ramificado que las muestras no inoculadas. Tal diferencia es mayor en el caso de las muestras sin Nb que en los otros casos. Cuando se inocula, el porcentaje de ramificado en el grafito desciende hasta un 15%, lo que sugiere que la variable de mayor impacto en el ramificado en este estudio es la adición de inoculante. Sin embargo, como se mencionó anteriormente es importante controlar la eficiencia del proceso de inoculación ya que presenta gran variación entre las muestras tomadas inoculadas con cada contenido de Nb, como se constata en las figuras de caja.

En los datos obtenidos de las muestras no inoculadas se observa que la de mayor ramificado son las muestras sin adición de Nb, y que las muestras sin Nb, pero inoculadas tienen una tendencia a un menor porcentaje de ramificación que el observado en otros contenidos de Nb. Este resultado sugiere que el Nb tiene un efecto de disminución del porcentaje de ramificado, y que estos metales reaccionan menos favorablemente a la inoculación. Esto

señala que se requerirían más estudios para una eventual optimización de los inoculantes en el caso de hierros grises presentando contenidos altos de ramificado en el grafito cuando se realiza el proceso de inoculación descendiendo considerablemente.

5.3 Análisis térmico

Se realizó un análisis de las curvas de enfriamiento, las cuales fueron obtenidas durante la solidificación de cada una de las muestras. La finalidad es observar la relación entre temperaturas de inicio/fin de transformación y temperaturas características su relación con el ramificado de las hojuelas de grafito.

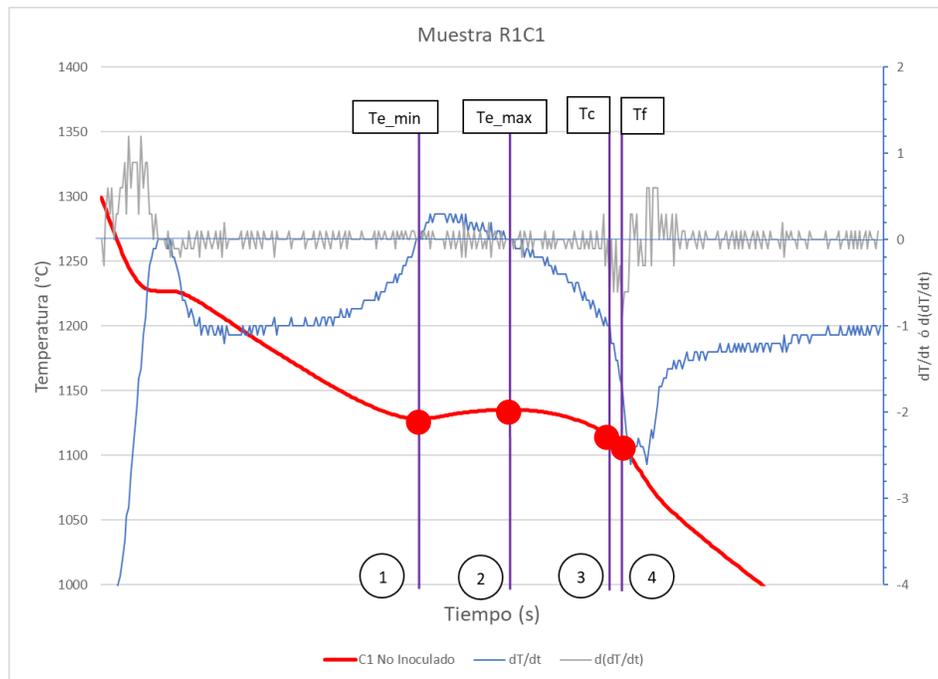


Figura 5-11 Perfil térmico y temperaturas de interés de muestras de hierro gris.

En la figura 5-11 se muestran 4 temperaturas de interés las cuales corresponden a:

1.- Temperatura mínima en la meseta del eutéctico antes de la recalcancia (T_{min})

Determinada por la primera derivada cuando presenta valores > 0 lo cual representa un aumento en la temperatura debido a la liberación de calor latente de transformación.

2. Temperatura máxima del eutéctico (T_{max})

Es el valor máximo de temperatura presente durante la transformación eutéctica, debido a la liberación de calor por recalcancia, cuando la derivada vuelve a presentar valores negativos.

3. Temperatura característica (Tc)

Es la temperatura a partir de la cual, se incrementa la velocidad de enfriamiento en la etapa final de la reacción eutéctica, de acuerdo a la segunda derivada.

4. Temperatura de final del eutéctico (Tf)

Es determinada por la segunda derivada, dada por el punto más negativo de la curva durante la formación del eutéctico.

A continuación, en la tabla 5-7 se muestra un resumen de las temperaturas mencionadas, así como las condiciones de cada una de las muestras analizadas en este trabajo de tesis.

Tabla 5-7 Efecto de niobio y adición de inoculante en porcentaje de ramificado y temperaturas de interés.

Inoculación	%Nb	T_min (°C)	Tf (°C)	T_max (°C)	Tc (°C)	Ramificado (%)
SI	0	1137.2	1102.5	1145.5	1129.4	66.1
SI	0	1140.8	1114.5	1149.3	1136	51.2
SI	0	1139.1	1113.8	1147.3	1127.4	55.3
SI	0.2	1140.3	1101.2	1147.8	1134.5	57.4
SI	0.2	1135.4	1110.4	1143.9	1123.7	65.2
SI	0.2	1133.1	1102.8	1141.9	1122	69.3
SI	0.4	1135.7	1102.2	1145.1	1140.2	55.3
SI	0.4	1133.3	1115.1	1144.6	1137.3	63.7
SI	0.4	1135.9	1100.1	1141.8	1130.4	61
NO	0	1128.3	1107.7	1135.5	1125.5	72.7
NO	0	1130.6	1103.1	1139.6	1123.6	70.6
NO	0	1127.4	1102.8	1134.3	1121.8	70.4
NO	0.2	1130.2	1092.8	1140.5	1129.3	66.8
NO	0.2	1132.2	1095	1141.9	1133.5	68.4
NO	0.2	1133.6	1091.4	1139.6	1138.5	65.2
NO	0.4	1126.9	1094.2	1137.2	1133.5	69.3
NO	0.4	1127	1096.9	1140	1136.6	67.3
NO	0.4	1125.4	1092.6	1138.4	1136.2	70.8

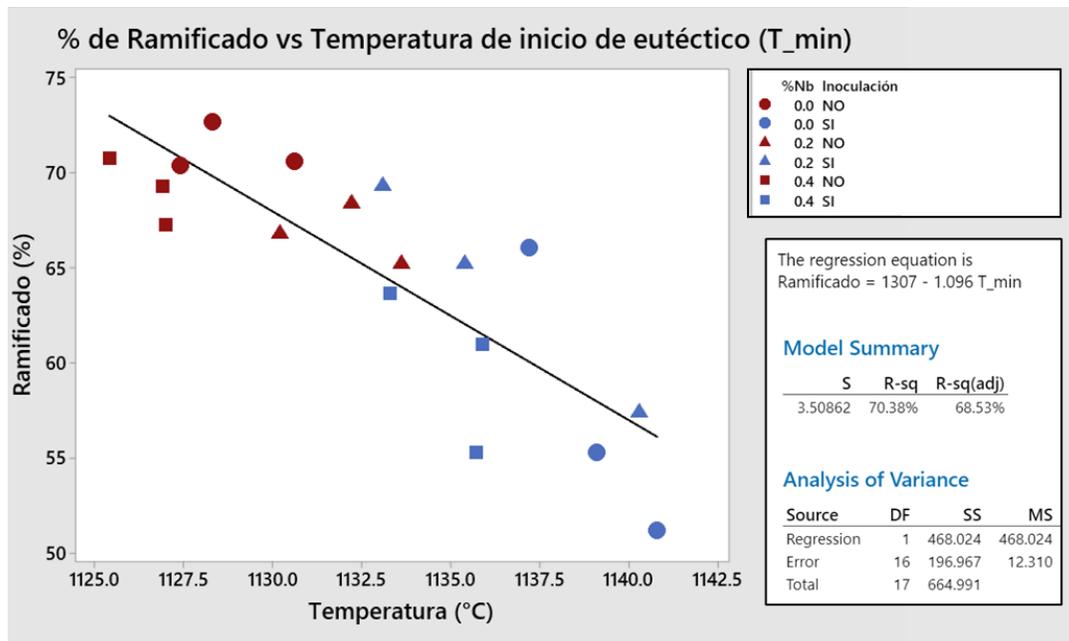


Figura 5-12 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de inicio del eutéctico (T_min).

La Figura 5-12 muestra que el ramificado tiende a aumentar a medida que la temperatura T_min decrece. Este resultado muestra la relación entre el ramificado, inoculación o no y los contenidos de Nb. En general se considera que un valor alto de T_min es mejor para obtener un tipo de grafito del tipo A, y esto se asocia a una menor propensión a la formación de carburos.

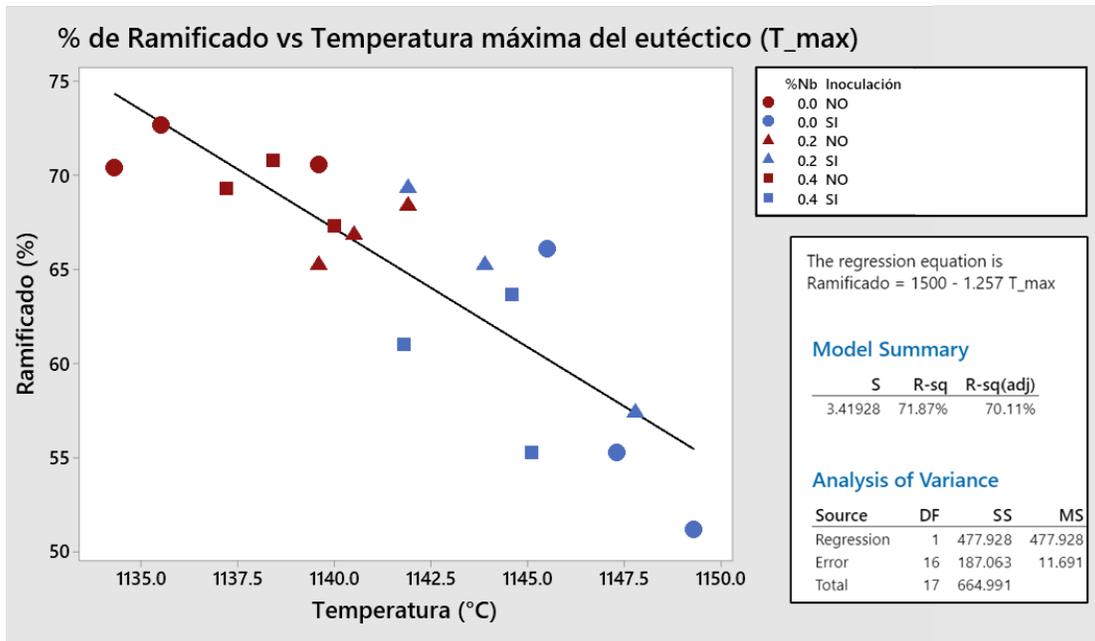


Figura 5-13 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de máxima del eutéctico (T_{max}).

En la Figura 5-13 se muestra la relación entre T_{max} y el grado de ramificado, se observa una tendencia similar al caso de la Figura 5-12.

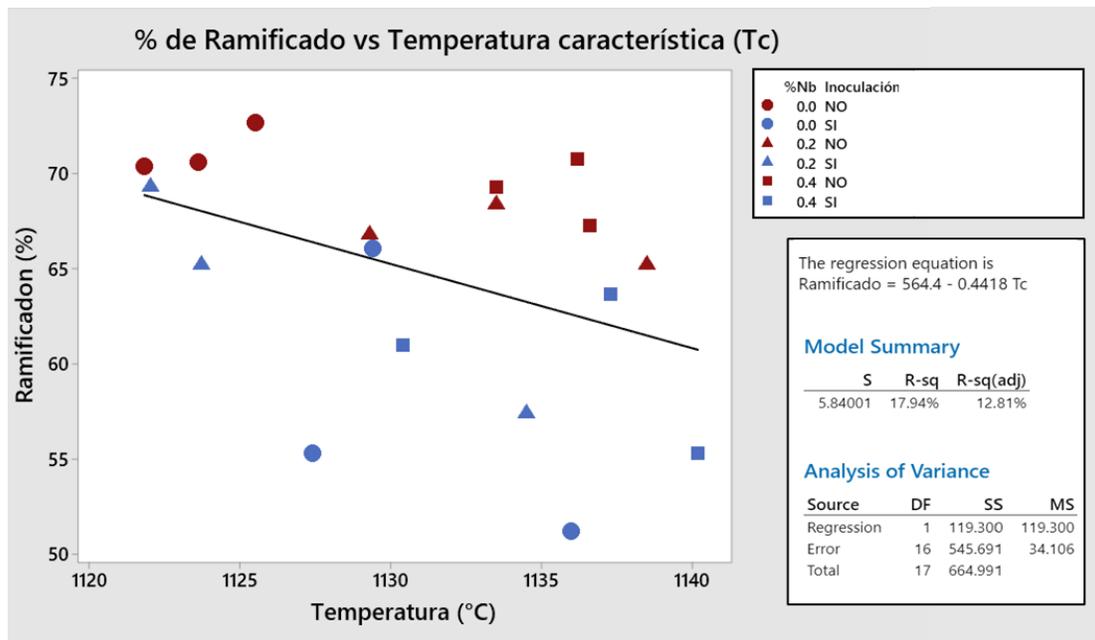


Figura 5-14 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de característica del eutéctico (T_c).

En los datos presentados en la Figura 5-14 no muestran una tendencia clara entre T_c y el porcentaje de ramificado, lo cual sugiere que tales parámetros no están correlacionados.

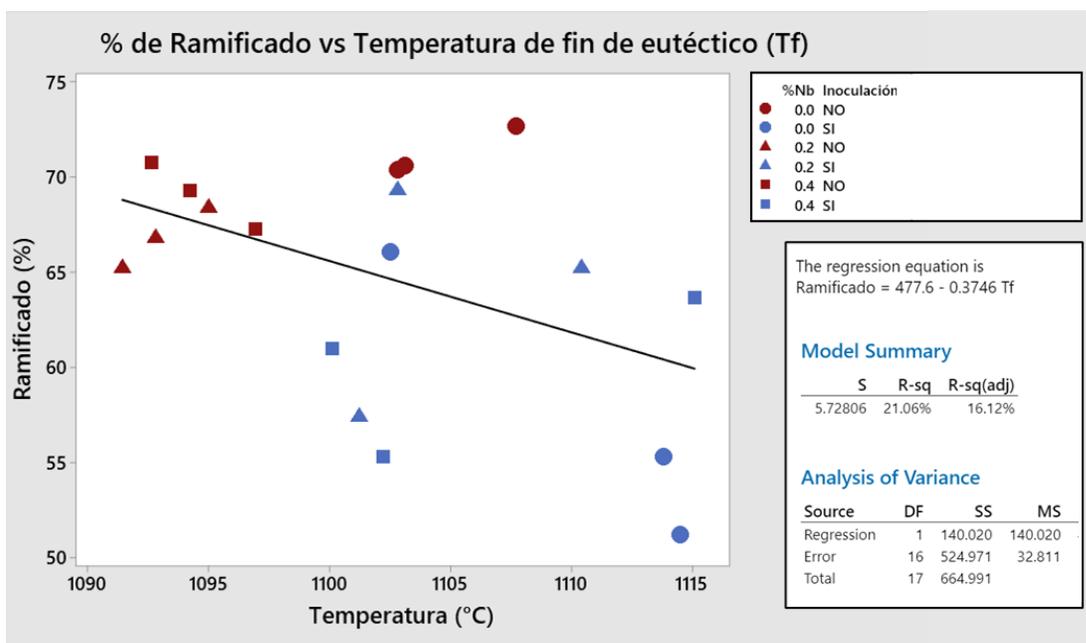


Figura 5-15 Comparación del porcentaje de ramificado con la temperatura de fin del eutéctico (T_f).

La figura 5-15 en comparación con la Figura 5-14, no presenta una correlación clara entre T_f y el porcentaje de ramificado.

6. CONCLUSIONES

Mediante el uso de ImageJ, en esta tesis se implementó una técnica para la corrección de defectos de iluminación (viñetado) de micrografías provenientes de microscopio óptico. La eliminación de este viñetado se comprobó por medio de un incremento gradual en el umbral de detección. Esta corrección permite una mejor separación de las hojuelas de grafito de la matriz, evitando un ensanchamiento excesivo de las láminas de grafito en algunas zonas de la micrografía, se observó que en algunos casos ese ensanchamiento provoca la unión de ramas de grafito pequeñas con la rama principal lo que induce un error en la medición del ramificado.

De acuerdo a las mediciones realizadas en muestras donde se varió el contenido de niobio de 0%, 0.2% y 0.4% en peso y la tasa de inoculación de 0% o 0.1% en peso. La variable de mayor influencia en el ramificado de las hojuelas de grafito es la adición de inoculante.

En las muestras con el mismo contenido de niobio, las de mayor ramificado son aquellas sin inocular. Por otro lado, en las muestras inoculadas la que en promedio tiene un menor porcentaje de ramificado es la muestra sin contenido de niobio lo que sugiere que la presencia de este elemento podría incrementar el porcentaje de ramificado.

Por medio del análisis térmico de las curvas de enfriamiento se encontró que tanto T_{min} como T_{max} presentan una correlación razonable, con los valores del porcentaje de ramificado, mientras que con T_f y T_c no se observa tal correlación con el porcentaje de ramificado. Es conocido que la inoculación incrementa tanto T_{min} como T_{max} y de acuerdo a los resultados presentados en este trabajo, el incremento de estas temperaturas va también relacionado con la disminución del porcentaje de ramificado.

7. REFERENCIAS

- Alonso, G., Larranaga, P., Sertucha, J., Suarez, R., & Stefanescu, D. M. (2012). Gray Cast Iron with High Austenite-to-Eutectic Ratio Part I: Calculation and Experimental Evaluation of the Fraction of Primary Austenite in Cast Iron. *Transactions of the American Foundry Society*, 329-335.
- Arab, N. (2017). Competitive Nucleation in Grey Cast Irons. *Archives of Foundry Engineering*, 17(4), 185-189. <https://doi.org/10.1515/afe-2017-0155>
- ASM International, H. C. (1996). *ASM Specialty Handbook: Cast Irons* (J.R Davis, Ed.). ASM International. https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=NbgtnLo7jhwC&oi=fnd&pg=PP11&dq=cast+irons+&ots=ImQbKbcKYK&sig=oCJK_huzzMQt8tQFbqT3-ptnK_Y&redir_esc=y#v=onepage&q=cast%20irons&f=false
- ASTM A247 – 16a. (2016). *Standard test method for evaluating the microstructure of graphite in iron castings*.
- Borse, S. C., & Mangulkar, Y. E. (s. f.). *Review on Grey Cast Iron Inoculation*. 3(4).
- Chen, I., & Stefanescu, D. (1984). Computer-aided differential thermal analysis of spheroidal and compacted graphite cast irons. *American Foundrymen's Society Transactions*.
- Chisamera, M., Riposan, I., Stan, S., White, D., & Grasmó, G. (2008). Graphite nucleation control in grey cast iron. *International Journal of Cast Metals Research*, 21(1-4), 39-44. <https://doi.org/10.1179/136404608X361639>
- De Santiago Méndez, L. F. (2022). *Estudio del efecto de la velocidad de enfriamiento y de la relación en peso inicial de Mn-S durante la solidificación de hierros grises* (Avance de doctorado Tercero; pp. 1-48). Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.P.N. Unidad Saltillo.
- Del Campo, R. (2022). *Estudio del efecto del C, Si, S y Mn en la cinética de la solidificación de las fundiciones de hierro con grafito laminar*. (Avance de doctorado Cuarto; pp. 1-49). Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN Unidad Saltillo.
- Devecili, A. O., & Yakut, R. (2014). The Effect of Nb Supplement on Material Characteristics of Iron with Lamellar Graphite. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, 1-5. <https://doi.org/10.1155/2014/465947>
- Dorula, J., Kopyciński, D., Guzik, E., Szcześny, A., & Gurgul, D. (2021). The Influence of Undercooling ΔT on the Structure and Tensile Strength of Grey Cast Iron. *Materials*, 14(21), 6682. <https://doi.org/10.3390/ma14216682>
- Elmqvist, L., Salera, S., & Diószegi, A. (2010). Inoculation and its effect on primary solidification structure of hypoeutectic grey cast iron. *International Journal of Cast Metals Research*, 23(2), 124-129. <https://doi.org/10.1179/136404609X12490478029317>
- Estrada Guzman, E. (2022). *Evaluación de la Fiabilidad en la Estimación de la Cantidad de Austenita Proeutéctica en Hierros Grises Mediante Diferentes Técnicas de Análisis Térmico* [Tesis Maestría]. Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.P.N. Unidad Saltillo.
- Facundo Flores, D. E. (2024). *Efecto del contenido de niobio en la inoculación de austenita y grafito de hierros laminares* [Tesis de Maestría]. Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.P.N. Unidad Saltillo.
- Goetsch, D. D., & Dantzig, J. A. (1994). *Modeling Microstructure Development in Gray Cast Irons*. 17.

- Gundlach, R., Meyer, M., & Winardi, L. (2015). Influence of Mn and S on the Properties of Cast Iron Part III—Testing and Analysis. *International Journal of Metalcasting*, 9(2), 69-82.
- Lacaze, J., Sertucha, J., & Castro-Román, M. J. (2022). *From atom scale to casting: A contemporary monograph on silicon cast irons microstructure*. <https://oatao.univ-toulouse.fr/26869/>
- Mendoza Sánchez, I. (2023). *Equilibrio termodinámico inclusión-hierro líquido Fe-C-Si-Mn-Al-O-S* [Tesis de Maestría, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.P.N. Unidad Saltillo]. <https://repositorio.cinvestav.mx/handle/cinvestav/4810>
- Serrano, J. L., Frías, E., & Bustos, A. (1990). *Fundiciones de Hierro* (Primera Edición). Instituto Latinoamericano del Fierro y e Acero.
- Weiss, E., Fedorko, G., Futáš, P., Pribulová, A., & Vasková, I. (2009). Dependence of quality properties for grey iron on used raw materials. *Metalurgija*, 48(1), 43-45.
- Zhang, J. T., & Ren, F. Z. (2013). Study on the Influences on Microstructure and Properties of High-Strength Grey Cast Iron in Addition to Alloying Elements Nb. *Advanced Materials Research*, 800, 221-224. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.800.221>