



II CAIM 2010
Segundo Congreso Argentino
de Ingeniería Mecánica

EVALUACIÓN DE DEFECTOS INTERNOS EN ACEROS AL CARBONO MEDIANTE FRICCIÓN INTERNA

J. Hoyos, A. Ghilarducci, H. Salva y J. Vélez ¹

Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, Instituto Balseiro Universidad Nacional de Cuyo, Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Tecnológicas, Av. Bustillo 9500, 8400 Bariloche RN, Argentina

Tel: +54-02944445155 - E-mail: quinteros@cab.cnea.gov.ar

¹ *Grupo de Ciencia y Tecnología de los Materiales, Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, Carrera 80 Número 65-223, Medellín, Colombia*

RESUMEN

La fricción interna es una técnica de ensayos no destructivos que permite obtener información, para el control de calidad y el análisis de la respuesta mecánica de los aceros. Este trabajo establece correlaciones entre la microestructura y la fricción interna de un acero templado y revenido, con 0,71 %, en peso de carbono. El acero fue templado en agua, con una temperatura de austenización de 1093 K. Se realizaron revenidos a 340, 380, 420 y 460 K, con un tiempo de sostenimiento de 10 minutos. El efecto del tiempo de revenido se evaluó realizando revenidos adicionales a 380 K, con tiempos de sostenimiento de 1 y 20 horas. La caracterización microestructural permite identificar la evolución de la martensita durante la primera etapa de revenido. El aumento de la intensidad de revenido reduce la tetragonalidad de la martensita y disminuye la densidad de dislocaciones. La deconvolución del espectro de fricción interna permite identificar tres picos a 380, 430 y 480 K. Estos picos se asocian a la precipitación del carburo épsilon y la interacción de las dislocaciones con defectos puntuales.

Palabras claves: acero, temple, revenido, fricción interna

1. INTRODUCCIÓN

En los aceros, la aplicación de tratamientos térmicos como el temple y el revenido permiten obtener una amplia variedad de microestructuras y propiedades mecánicas, las cuales han sido estudiadas mediante diversas técnicas [1].

Los mecanismos asociados al endurecimiento del acero por la formación de microestructuras martensíticas, incorpora efectos de la distorsión tetragonal, la movilidad del carbono, la densidad de dislocaciones y el endurecimiento por envejecimiento debido a la interacción entre los átomos de carbono y la subestructura de dislocaciones. El conocimiento de estas características es fundamental, para comprender los mecanismos de deformación y endurecimiento, y predecir la respuesta del material a sollicitaciones mecánicas [2].

La fricción interna permite identificar transformaciones de fase, redistribución de defectos, formación y disolución de precipitados, cuantificando la fracción precipitada de algunas fases en particular. Esta técnica también permite medir la capacidad de amortiguamiento, la movilidad de dislocaciones en metales puros deformados así como en metales de baja pureza o aleaciones diluidas con deformaciones leves, mostrando mecanismos distintos como la formación de pares de escalones (kink pairs), la relajación o resonancia de dislocaciones y el contenido de gases en aceros ferríticos desde 1ppm en solución sólida [3].

En trabajos anteriores, se presentaron las medidas de fricción interna de dos aceros templados y revenidos a 423 K, 573 K y 723 K, con tiempos de sostenimiento de 10 y 60 minutos. La caracterización microestructural permitió identificar tres etapas durante el revenido: (I) precipitación del carburo épsilon, (II) descomposición de la austenita retenida y (III) precipitación de cementita [1,4].

Se identificaron 5 picos de fricción interna: P1 a 215 K, P2 a 235 K, P3 a 260 K, P4 a 380 K y P5 a 420 K, para una frecuencia de medición de 3 Hz. P1 y P2 se atribuyeron a la interacción de dislocaciones con carbono y carburos, respectivamente. P3 se atribuyó la formación de pares de escalones, en las dislocaciones. P4 a la precipitación del carburo épsilon y P5 al movimiento de dislocaciones [1,4].

En este trabajo, se estudian los fenómenos involucrados durante la primera etapa del revenido. Se establecen correlaciones entre la microestructura y la fricción interna, comparando la sensibilidad de la técnica respecto a otras técnicas de caracterización, para la identificación de fenómenos cuando las variaciones en las condiciones del revenido son menores.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

El análisis de composición química se realiza mediante espectroscopía óptica. La tabla 1 presenta los elementos químicos analizados. No se observan porcentajes altos de los elementos aleantes. El acero se corta en láminas rectangulares de dimensiones 2.5 x 0.5 x 15 mm, para la caracterización microestructural y la medición de propiedades.

Tabla 1 Composición química del acero.

Elemento	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Mo	Cu	Fe
%, en peso	0,709	0,209	0,685	0,294	0,037	0,005	0,019	0,016	0,009	-----

La dureza se mide en un microdurómetro HV Mitutoyo, con una carga de 1 kilogramo y se registra el valor promedio de 5 mediciones, para cada muestra. La morfología de las muestras se analizó tomando micrografías en el modo topográfico (con electrones secundarios), con un microscopio electrónico de barrido. Las muestras se atacaron superficialmente, con una solución líquida de nital al 2%.

Las medidas de dilatometría se realizaron desde 290 a 720 K, con una velocidad de calentamiento de 0,8 K/min. Los difractogramas se realizaron a temperatura ambiente, variando el ángulo de incidencia desde 20° hasta 100°, con una corriente de 30 mA y un voltaje de 40 KV. Se empleó una radiación CuK α , con una longitud de onda $\lambda = 1,542 \times 10^{-10}$ m.

La fricción interna se mide, en un péndulo de torsión invertido, en el modo de vibración forzada, desde 300 hasta 600 K, con una frecuencia de 3 Hz, una amplitud de deformación de 3×10^{-6} y una velocidad de cambio de temperatura de 0,8 K / minuto. El análisis de los espectros de fricción interna se realiza mediante el programa Peak Fit, el cual utiliza funciones de Debye, identificando la temperatura, la energía de activación y la altura de cada pico.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1 presenta las medidas de dureza, para los aceros templados y revenidos. No se observan diferencias significativas, entre la muestra templada y las muestras revenidas a 340 y 380 K durante 10

minutos. Las muestras revenidas a 420 y 460 K tienen una dureza menor, respecto a la muestra templada, siguiendo la tendencia de la disminución de dureza cuando la temperatura de revenido es mayor.

El aumento del tiempo de sostenimiento desde 10 minutos a 1 hora no tiene un efecto significativo en la dureza de las muestras revenidas a 380 K. Sin embargo, cuando el tiempo de sostenimiento aumenta a 20 horas, la disminución de la dureza es notable. La muestra revenida a 380 K durante 20 horas tiene una dureza mucho menor que las muestras revenidas a 420 y 460K.

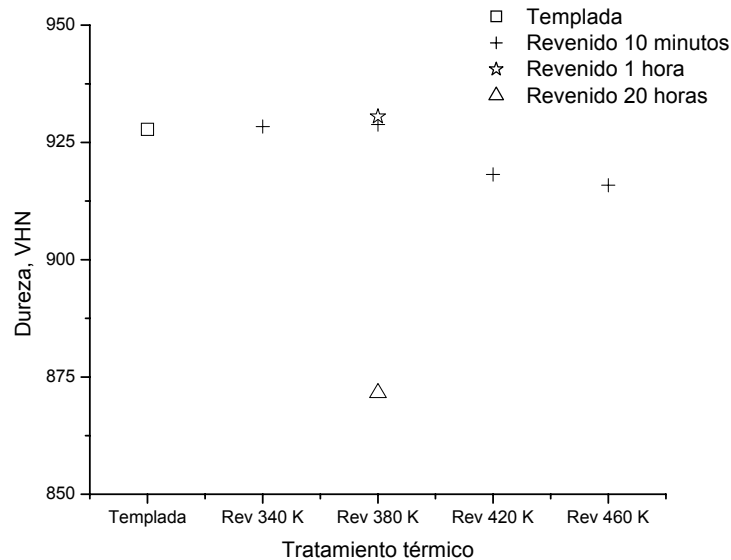


Figura 1 Efecto del revenido en el acero templado.

La figura 2 presenta la microestructura de la muestra templada. Se observa una microestructura homogénea compuesta de martensita en listones, con algunas placas.

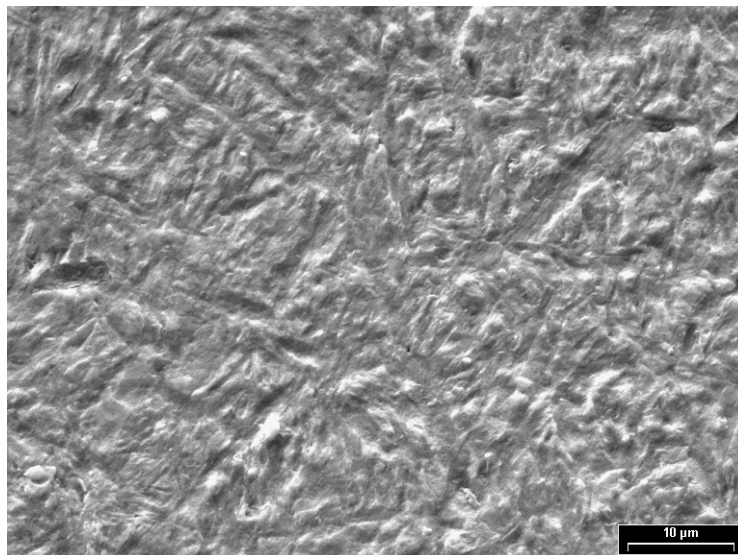


Figura 2 Microestructura del acero templado, ataque con nital al 2%.

Las figuras 3 y 4 presentan las microestructuras de las muestras revenidas a 380 K y 460 K durante 10 minutos. En ambas, se observa una matriz martensítica y no se encuentran diferencias significativas, respecto a la muestra templada.

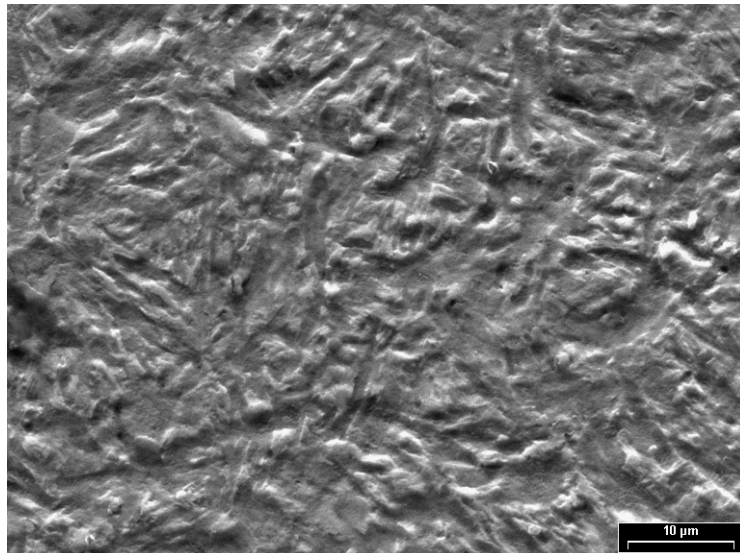


Figura 3 Microestructura del acero revenido a 380 K durante 10 minutos, ataque con nital al 2%.

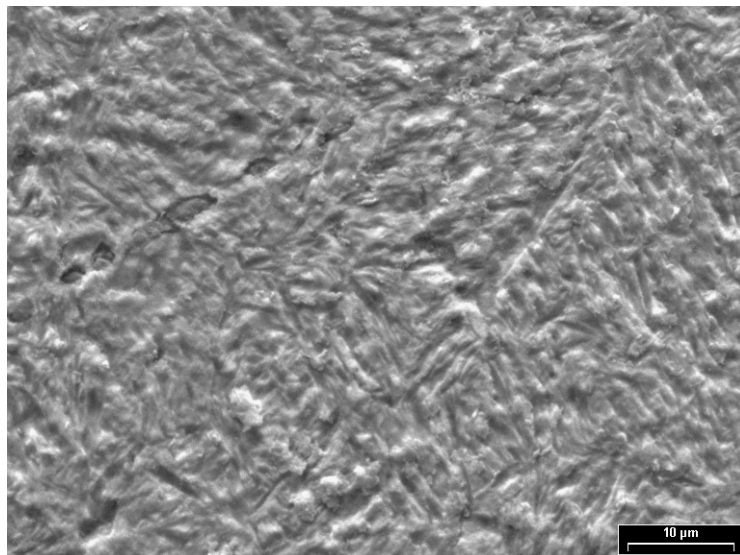


Figura 4 Microestructura del acero revenido a 460 K durante 10 minutos, ataque con nital al 2%.

Las figuras 5 y 6 presentan las microestructuras de las muestras revenidas a 380 K durante 1 y 20 horas. Se mantiene la matriz martensítica y aparecen zonas ferríticas. El aumento del tiempo de sostenimiento permite la difusión del carbono desde los sitios intersticiales hacia sitios de menor energía, para la formación de aglomerados atómicos (clusters) y precipitados. La reducción del contenido de carbono provoca el contraste debido a las diferencias en las tasas de ataque.

La figura 7 presenta el difractograma de rayos X, para la muestra templada. El análisis de los picos difractados permite identificar los planos (110), (200), (211) y (220) de la fase martensita, y los planos (220) y (311) de la fase austenita. El pico de mayor intensidad de la austenita corresponde al plano (111). Este pico no se observa porque su posición coincide con el pico (110) de la martensita.

Las figuras 8 y 9 muestran el comportamiento del pico (110) de la fase martensita cuando aumenta la temperatura de revenido y el tiempo de sostenimiento, respectivamente. El pico de las muestras revenidas está desplazado hacia la derecha, respecto a la muestra templada. Este cambio de posición está asociado a la variación de los parámetros de red, generada por la disminución de la tetragonalidad.

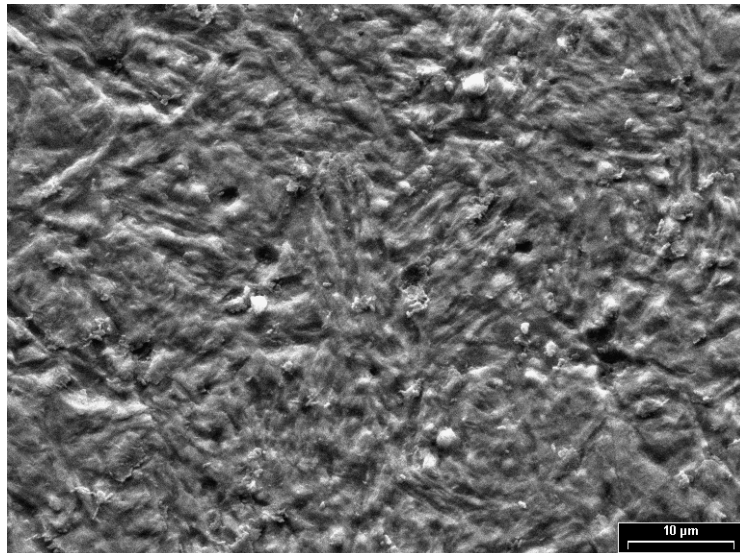


Figura 5 Microestructura del acero revenido a 460 K durante 1 hora, ataque con nital al 2%.

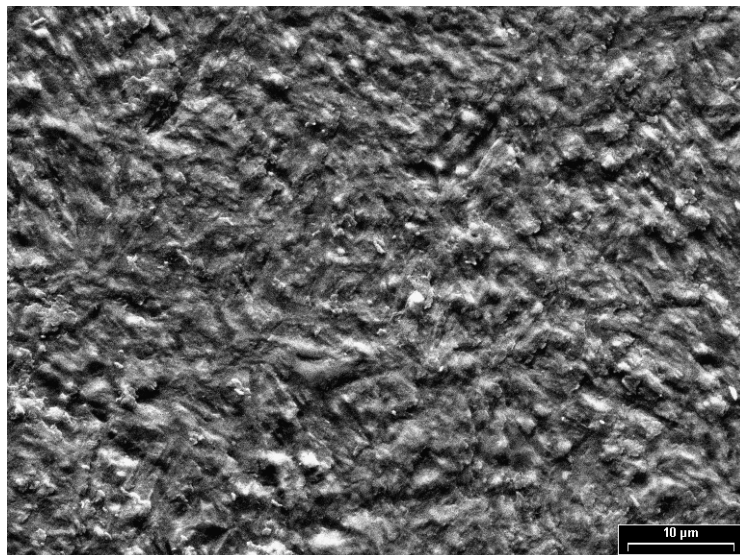


Figura 6 Microestructura del acero revenido a 460 K durante 20 horas, ataque con nital al 2%.

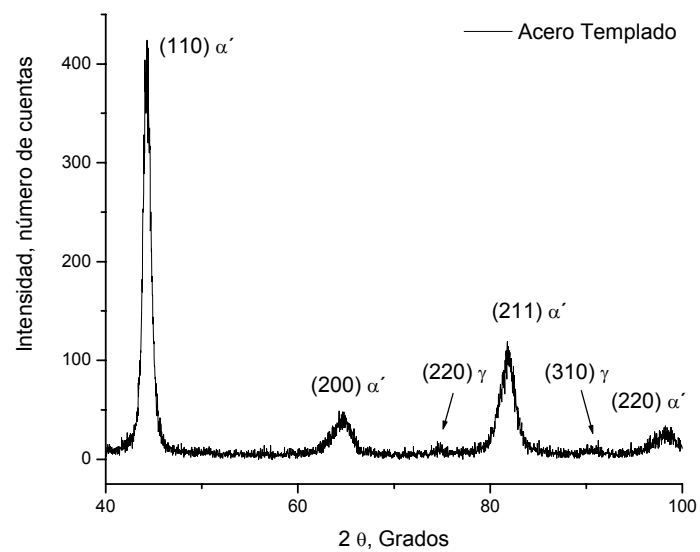


Figura 7 Difractograma del acero en estado templado.

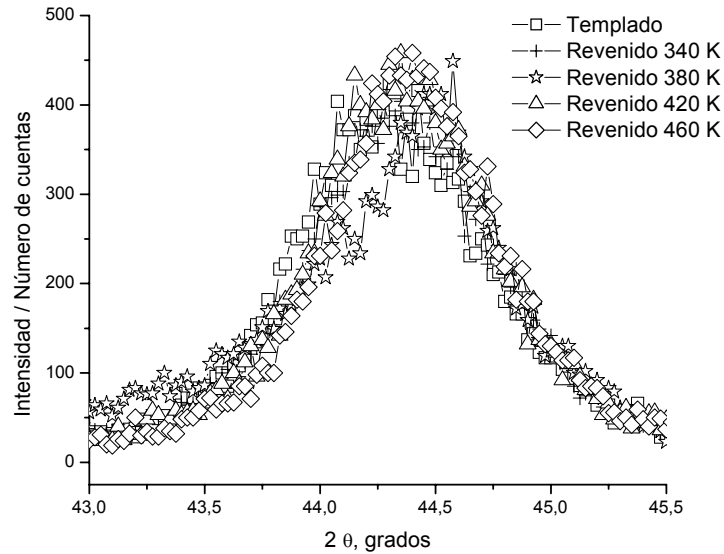


Figura 8 Evolución del pico (110) de la martensita, en función de la temperatura de revenido.

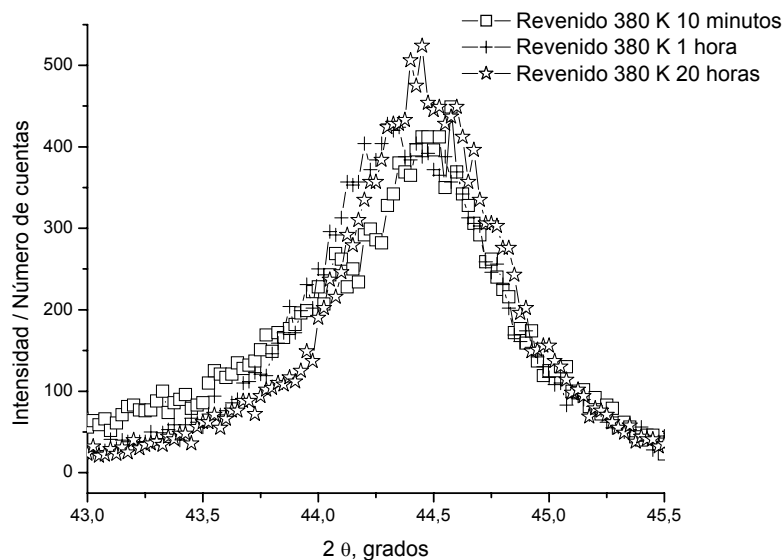


Figura 9 Evolución del pico (110) de la martensita, en función del tiempo de sostenimiento.

La disminución de la tetragonalidad de la martensita por la evolución del pico es evidente cuando la intensidad del revenido es mayor. Sin embargo, cuando se comparan las posiciones de los picos de revenidos a temperaturas similares no se observan diferencias significativas. Esto se debe a la complejidad de la microestructura martensítica, la presencia de elementos aleantes y la distorsión de la red.

La concentración de carbono en solución sólida se puede estimar a partir de la deconvolución de cualquiera de los cuatro picos. Se elige el pico (200) para estimar la concentración de carbono en solución sólida a partir de la Ecuación (1). Este pico no tiene la mayor intensidad, pero sí la mejor relación intensidad / ancho. Por tanto, facilita la diferenciación de las posiciones de los picos (200) y (002), lo cual permite obtener mejores resultados.

$$\Delta(2\theta) = 2 * \left[\begin{array}{l} \text{sen}^{-1} \left(\sqrt{\frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h_1^2 + k_1^2}{a^2} + \frac{l_1^2}{c^2} \right)} \right) - \\ \text{sen}^{-1} \left(\sqrt{\frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h_2^2 + k_2^2}{a^2} + \frac{l_2^2}{c^2} \right)} \right) \end{array} \right] \quad (1)$$

Los parámetros de red c y a , se calculan a partir de la Ecuación (2) y Ecuación (3), respectivamente, donde a_0 es el parámetro de red del hierro, en la estructura cúbica centrada en el cuerpo ($2.8663 * 10^{-10}$ m) y x es el porcentaje de carbono, en peso [5].

$$c = a_0 + 0.116x \quad (2)$$

$$a = a_0 - 0.013x \quad (3)$$

La figura 10 presenta el contenido de carbono en solución sólida de la matriz martensítica, para las muestras templadas y revenidas.

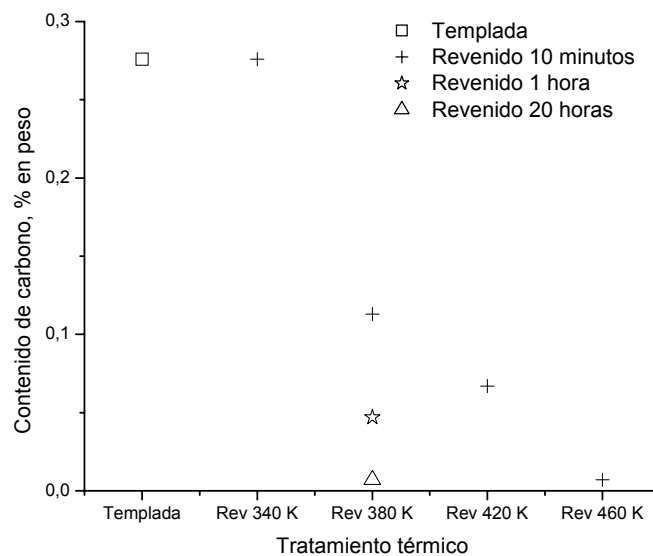


Figura 10 Efecto de la temperatura de revenido y el tiempo de sostenimiento, en el contenido de carbono en solución de la martensita.

El mayor contenido de carbono se observa en la muestra templada. El contenido de carbono en solución disminuye cuando aumentan la temperatura del revenido y el tiempo de sostenimiento. El aumento del tiempo de sostenimiento a 1 y 20 horas durante el revenido a 380 K, tiene un efecto similar, respectivamente, al aumento de la temperatura de revenido a 420 y 460 K, con el mismo tiempo de sostenimiento de 10 minutos.

Las figuras 11 y 12 muestran los resultados de dilatometría, para los aceros revenidos, en función de la temperatura y el tiempo de sostenimiento, respectivamente.

Se observan tres fenómenos durante el revenido: el primero se presenta alrededor de 380 K y consiste en la precipitación del carburo épsilon, el segundo comienza a partir de 480 K y consiste en la transformación de la austenita retenida, el tercero se genera desde 520 K hasta 610 K y consiste en la precipitación de cementita.

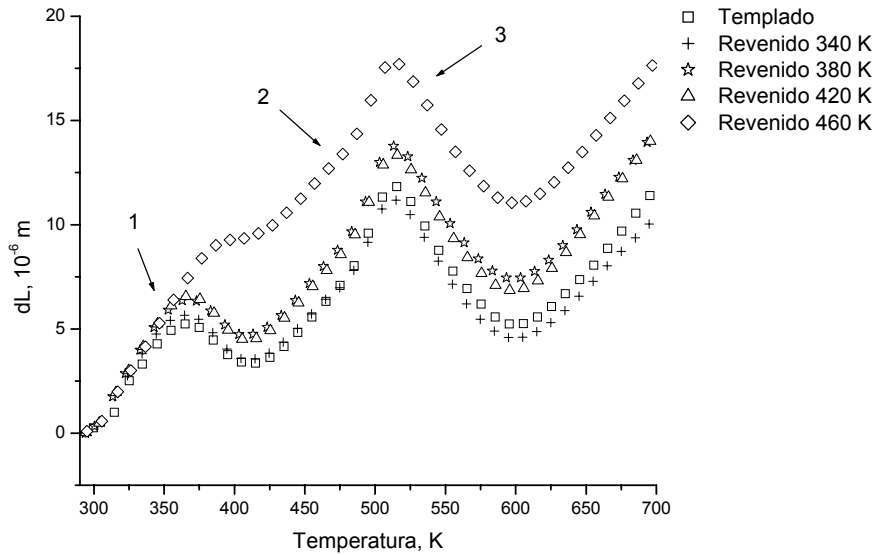


Figura 11 Dilatometría de los aceros revenidos, en función de la temperatura.

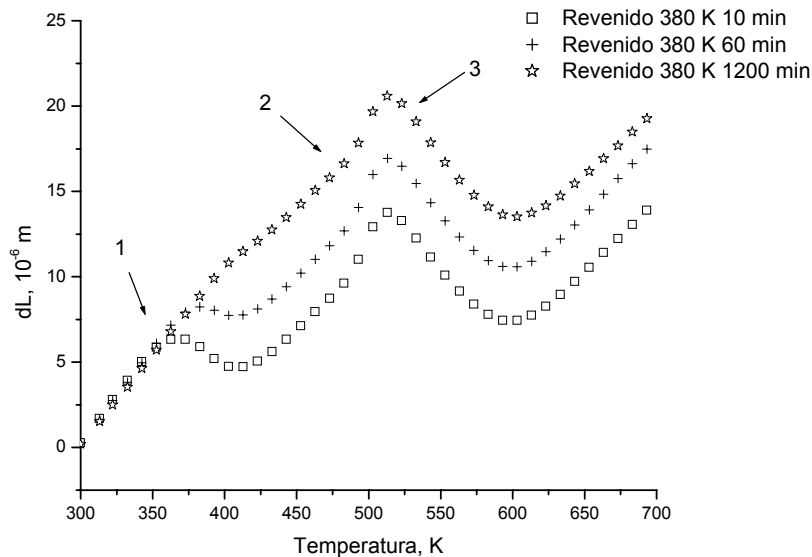


Figura 12 Dilatometría de las muestras revenidas a 380 K.

La figura 13 presenta el espectro de fricción interna del acero templado durante dos calentamientos. En el primer calentamiento, la deconvolución del espectro permite identificar la presencia de tres picos de fricción interna P1, P2 y P3, respectivamente a 380, 430 y 480 K. En el segundo calentamiento, sólo se observa el pico P3.

P1 se asocia a la precipitación de carburos, por tanto desaparece después del primer calentamiento. P2 y P3 aparecen reportados en la literatura como mecanismos activados térmicamente debido a la interacción de las dislocaciones de tornillo con obstáculos a su movimiento. P3 es un pico de Snoek-Köster asociado al dragado de átomos de carbono por la formación de pares de escalones, en las dislocaciones de tornillo y también fue encontrado en estructuras bainíticas y deformadas en frío. El pico P2 fue identificado como una distorsión del pico P3 por las dislocaciones [6].

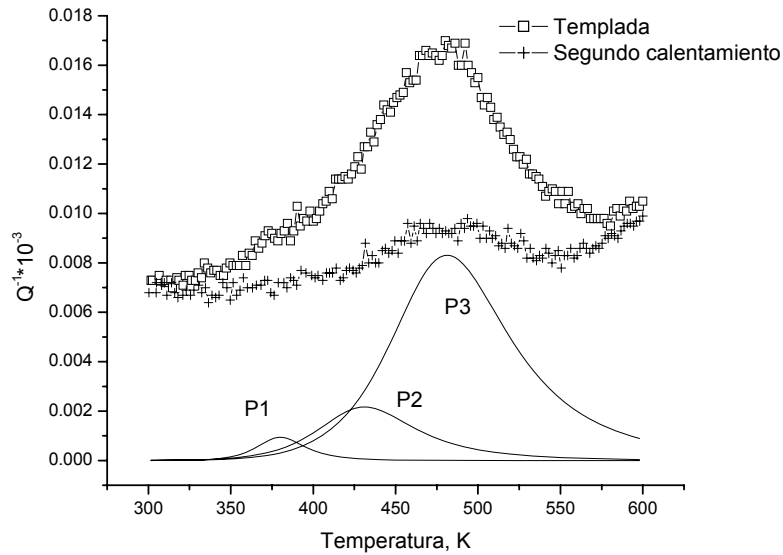


Figura 13 Espectro de fricción interna de la muestra templada.

Las figuras 14 y 15 muestran el espectro de fricción interna de los aceros revenidos a diferentes temperaturas y tiempos de sostenimiento, respectivamente. Se observa un ligero desplazamiento del espectro hacia la derecha a medida que aumentan la temperatura y el tiempo de sostenimiento. La deconvolución permite identificar la presencia de los picos P1, P2 y P3, en todas las muestras. La diferencia de temperatura de P2 y P3 indica una variación de la energía de activación del movimiento de dislocaciones, lo cual concuerda con la identificación de P2 como una distorsión de P3.

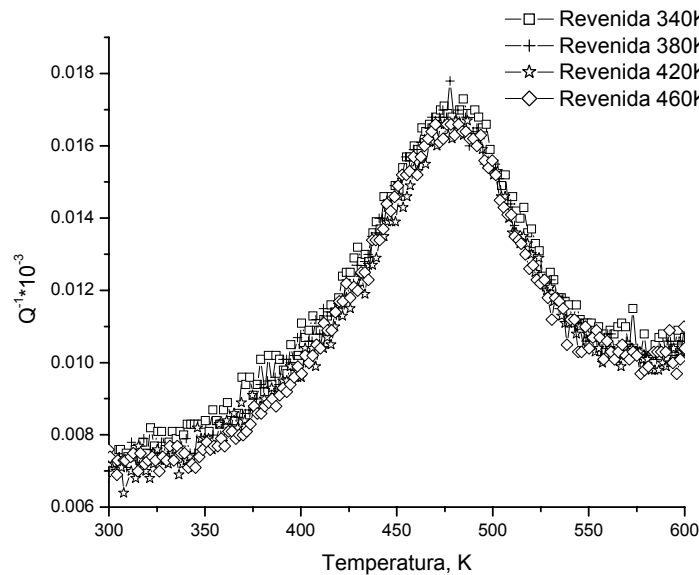


Figura 14 Espectro de fricción interna de las muestras revenidas a 340, 380, 420y 460 K.

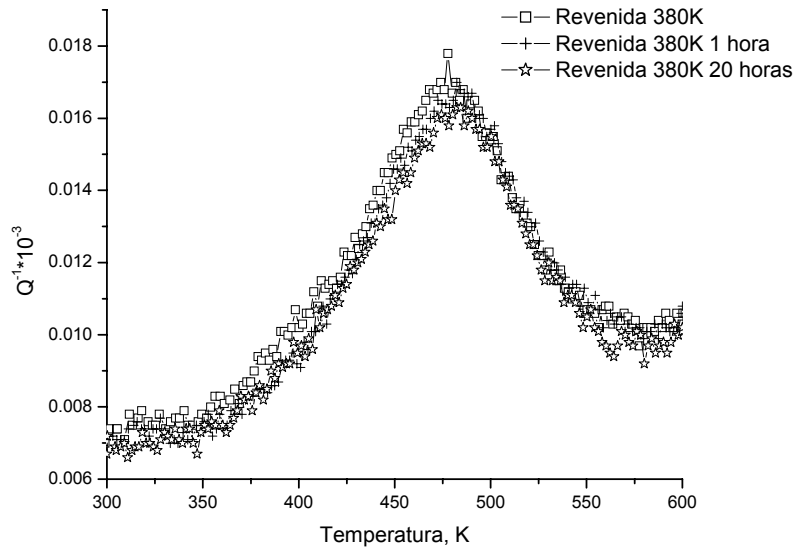


Figura 15 Espectro de fricción interna de las muestras revenidas a 380 K durante 10 minutos, 1 y 20 horas.

La figura 16 permite observar el efecto del revenido, en la variación de la altura de los tres picos. P1 se atribuye a la precipitación del carburo épsilon, la tendencia general es la disminución del pico cuando la intensidad del revenido es mayor, lo cual concuerda con la disminución de la cantidad de carburo que precipita durante las medidas de fricción interna.

La altura de este pico es afectada por el comportamiento de los picos P4 y P5 que tienen una magnitud mayor, lo cual impide realizar una estimación cuantitativa de la cantidad de carburo que precipita.

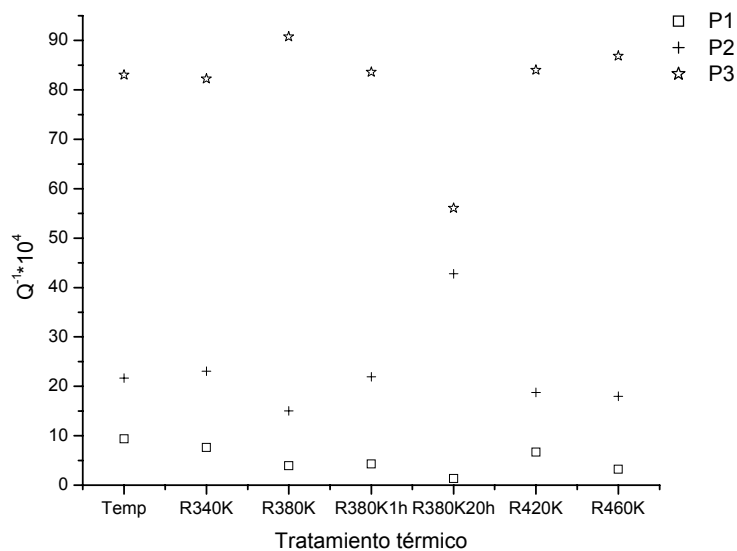


Figura 16 Altura de los picos P1, P2 y P3, para las muestras templadas y revenidas.

La suma de las alturas de P2 y P3 se mantiene prácticamente constante, para todas las muestras. Sin embargo, en la muestra revenida a 380K durante 20 horas, se observa la menor diferencia entre los valores de las alturas. Esto también concuerda con la diferencia de temperatura de P2 y P3. En esta muestra, P2 aparecía alrededor de 448K mientras en las demás aparecía alrededor de 430K. Esto indica que al aumentar el tiempo de sostenimiento disminuye la asimetría del pico.

En este trabajo, P3 se atribuye al movimiento de las dislocaciones cuando se desanclan de la cementita, mientras P2 se atribuye al movimiento de dislocaciones cuando se desanclan de obstáculos de menor energía, como átomos de carbono y carburo épsilon. Las muestras revenidas a bajas temperaturas se caracterizan por la precipitación del carburo épsilon mientras la formación de cementita se produce entre 473 y 623K. El incremento del tiempo de sostenimiento favorece la difusión del carbono en solución, para la formación de clusters y precipitados más estables (transición del carburo épsilon a cementita).

4. CONCLUSIONES

El espectro de fricción interna permite identificar la presencia de tres picos P1, P2 y P3 a 380, 430 y 480 K. P1 se atribuye a la precipitación de carburos, P2 y P3 se atribuyen a la interacción de las dislocaciones con carburos épsilon y cementita, respectivamente. La diferencia de temperatura de P2 y P3 indica diferentes energías de activación, para el movimiento de las dislocaciones.

La fricción interna es una técnica con alta sensibilidad a los cambios microestructurales que puede ayudar a explicar las diferencias en el comportamiento mecánico de los aceros templados y revenidos. Sin embargo, la complejidad de la microestructura martensítica genera una superposición de fenómenos que dificultan el análisis y la estimación cuantitativa de los defectos. En un trabajo futuro, la medición de la fricción interna a frecuencias y amplitudes diferentes permitirá determinar la energía de activación de los picos y proporcionará mayores elementos sobre la naturaleza de éstos.

5. REFERENCIAS

- [1] J. Hoyos, *Tesis de Maestría en Ingeniería, Fricción interna en aceros revenidos*, Universidad nacional de Colombia, Colombia, 2008.
- [2] J. Speer, D. Matlock, Recent developments in low – carbon sheet steels, *JOM*, **Vol. 54** – Número 7, pp. 19 – 24, 2002.
- [3] R. Schaller, G. Fantozzi, G. Gremaud, *Mechanical Spectroscopy Q-1 2001*, Trans Tech Publications, Suiza, pp. 437 – 450, 2001.
- [4] J. Hoyos. A. Ghilarducci. H. Salva. C. Chaves. J. Vélez, Internal friction in martensitic steel, *Mater. Sci. Eng. A*, Número 521–522, pp. 347 – 350, 2009.
- [5] A. Garg, T. Mcnelley, Estimation of martensite carbon content in as – quenched AISI 52100 steel by X – ray diffraction, *Mater. Lett.*, **Vol. 4** – Número 4, pp. 214 – 218, 1986.
- [6] I. Tkalcec, *Tesis postdoctoral no. 3089 EPFL, Mechanical properties and microstructure of a high carbon steel*, Laussanne, 2004.