



## ESTUDIO DE LA DINÁMICA DE CAMBIOS MICROESTRUCTURALES EN ACEROS REVENIDOS A BAJAS TEMPERATURAS MEDIANTE ESPECTROSCOPIA MECÁNICA

J. HOYOS<sup>1</sup>, A. GHILARDUCCI<sup>1</sup>, H. SALVA<sup>1</sup>, J. VÉLEZ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Tecnológicas  
Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica

Instituto Balseiro Universidad Nacional de Cuyo  
Av. Bustillo 9500, 8400 Bariloche RN, Argentina

<sup>2</sup>Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín  
Grupo de Ciencia y Tecnología de los Materiales  
Carrera 80 Número 65-223, Medellín, Colombia

*(Recibido 15 de agosto de 2011, para publicación 8 de octubre de 2011)*

**Resumen** – La espectroscopía mecánica es una técnica muy sensible a los cambios microestructurales, especialmente a las transformaciones de fase y el movimiento de dislocaciones. En este trabajo, se emplea la espectroscopía mecánica, para estudiar la precipitación del carburo épsilon y el comportamiento de las dislocaciones durante la transición del carburo épsilon a cementita de un acero templado y revenido. El acero con 0,71%, en peso de carbono, se temple calentando el acero a una temperatura de austenización de 1093K durante 5 minutos y enfriando en agua. Luego, se realizaron revenidos a 340, 380, 420 y 460K, con un tiempo de sostenimiento de 10 minutos. El efecto del tiempo de revenido se evaluó realizando revenidos adicionales a 380K, con tiempos de sostenimiento de 1 y 20 horas. 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: P1 a 350K, P2 a 380K, P3 a 420K y P4 a 480K. P1 sólo aparece en la muestra revenida a 380K durante 20 horas y se atribuye al efecto Snoek. P2 se relaciona a la precipitación del carburo épsilon. P3 y P4 se asocian a las interacciones de las dislocaciones con carburo épsilon y cementita, respectivamente.

**Palabras clave** – Acero revenido, espectroscopía mecánica, fricción interna.

### 1. INTRODUCCIÓN

En los aceros, la aplicación de tratamientos térmicos como el temple y el revenido permite obtener una amplia variedad de microestructuras y propiedades mecánicas [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 espectroscopía mecánica estudia la absorción de energía mecánica bajo la aplicación de esfuerzos mecánicos oscilatorios y se emplea para describir fenómenos inelásticos en sólidos como fricción interna, física acústica, absorción de ultrasonido, lazos de histéresis estáticos y dinámicos, disipación interna de energía y amortiguamiento de oscilaciones [3].

Esta técnica permite identificar transformaciones de fase, redistribución de defectos, formación y disolución de precipitados, cuantificando la fracción precipitada de algunas fases en particular, la movilidad de dislocaciones en metales puros deformados así como en metales de baja pureza o aleaciones diluidas con deformaciones leves, la relajación o resonancia de dislocaciones y el contenido de gases en aceros ferríticos desde 1 ppm en solución sólida [4].

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 | ----- |

En trabajos anteriores, se presentaron las medidas de fricción interna en función de la temperatura desde 100K hasta 480K de dos aceros templados y revenidos a 423K, 573K y 723K, con tiempos de sostenimiento de 10 y 60 minutos. Los aceros contenían 0.626 y 0.71%, en peso de carbono. La caracterización microestructural permitió identificar tres etapas durante el revenido: (I) precipitación del carburo epsilon, (II) descomposición de la austenita retenida y (III) precipitación de cementita [1, 5].

Se identificaron 5 picos de fricción interna: P1 a 215K, P2 a 235K, P3 a 260K, P4 a 380K y P5 a 420K, 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 epsilon y P5 al movimiento de dislocaciones [1, 5].

En este trabajo, se estudia la evolución de la microestructura durante la primera etapa de revenido mediante medidas de fricción interna en función de la temperatura, en el intervalo desde 300K hasta 600K. Las muestras presentan cuatro picos de fricción interna a 350K, 380K, 420K y 480K.

## 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.

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 290K hasta 750K, con velocidades 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  $\text{CuK}\alpha$ , con una longitud de onda  $\lambda = 1,542 \cdot 10^{-10}$  m.

La fricción interna se mide, en un péndulo de torsión invertido, en el modo de vibración forzada, desde 300K hasta 600K, con una frecuencia de 5 Hz, una amplitud de deformación de  $3 \times 10^{-6}$  y una velocidad de cambio de temperatura de 0,8 K/min. El análisis de los espectros de fricción interna se realiza utilizando funciones de Debye, lo cual permite identificar la temperatura, la energía de activación y la altura de cada pico.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Fig. 1 presenta las medidas de dureza, para los aceros templados y revenidos. En general, no se observan grandes diferencias entre las durezas de las muestras. En las muestras revenidas durante 10 minutos, se observa la tendencia de la disminución de la dureza cuando la temperatura de revenido es mayor.

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

La Fig. 2 presenta la microestructura de la muestra templada (enfriada en agua luego de 5 minutos a 1093K). Se observa una microestructura homogénea compuesta de martensita en listones, con algunas placas.

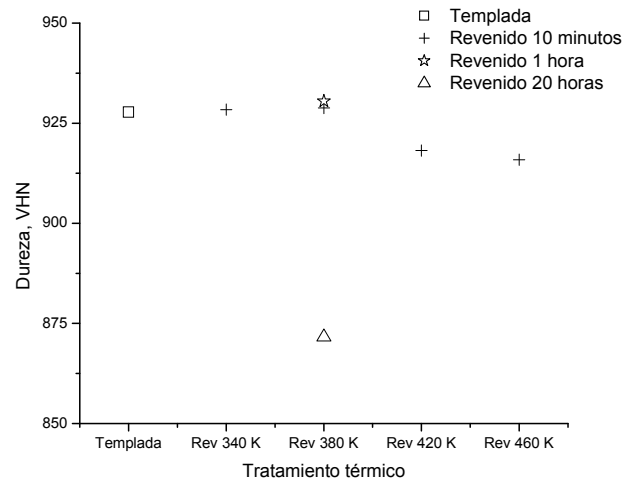


Fig. 1. Efecto del revenido en el acero templado.

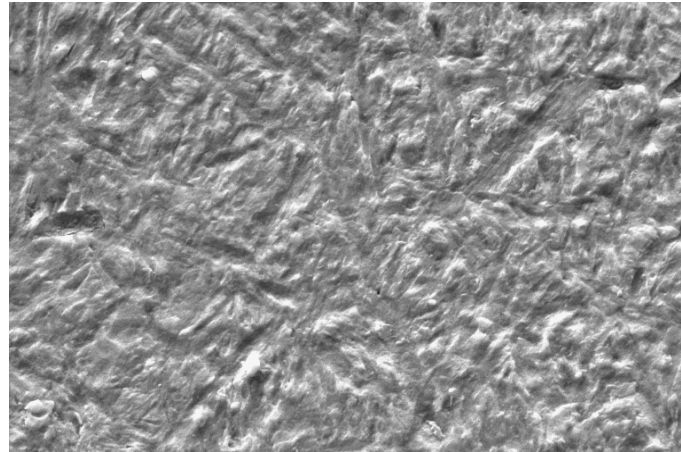


Fig. 2. Microestructura del acero templado.

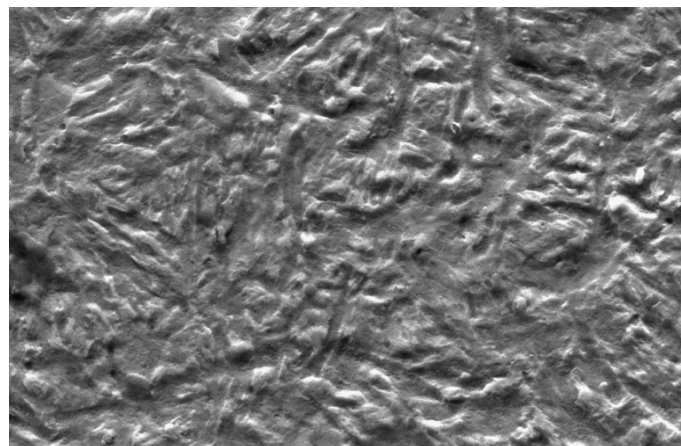


Fig. 3. Microestructura del acero revenido a 380 K durante 10 minutos.

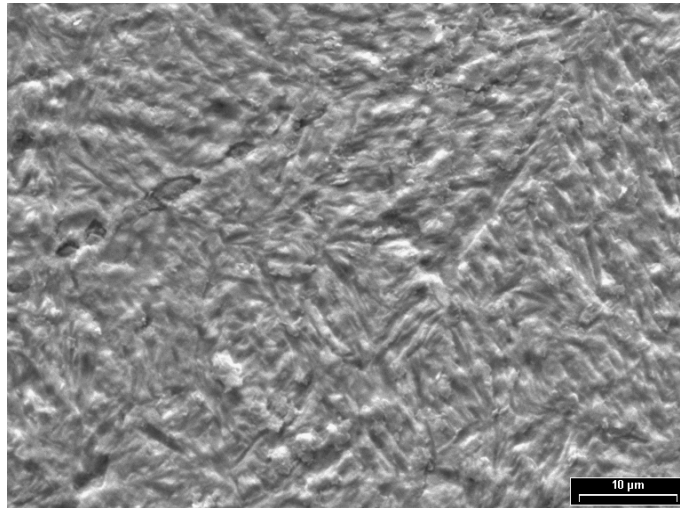


Fig. 4. Microestructura del acero revenido a 460 K durante 10 minutos.

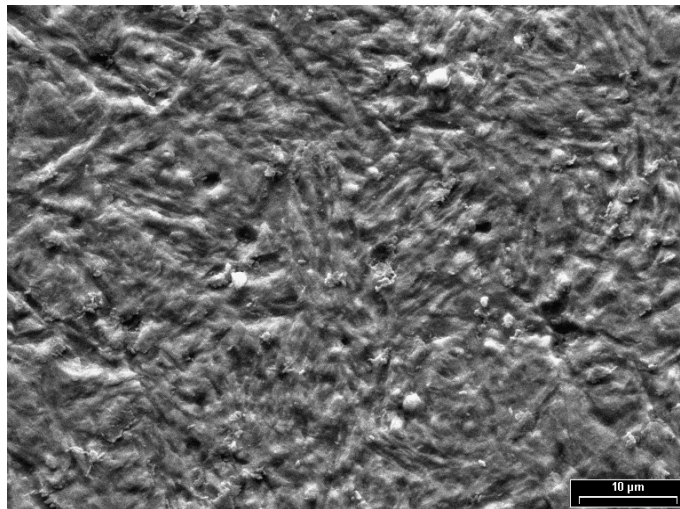


Fig. 5. Microestructura del acero revenido a 460 K durante 1 hora.

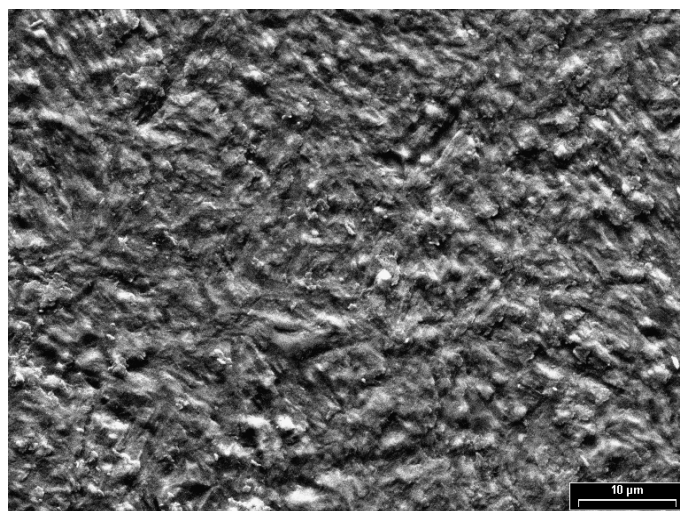


Fig. 6. Microestructura del acero revenido a 460 K durante 20 horas.

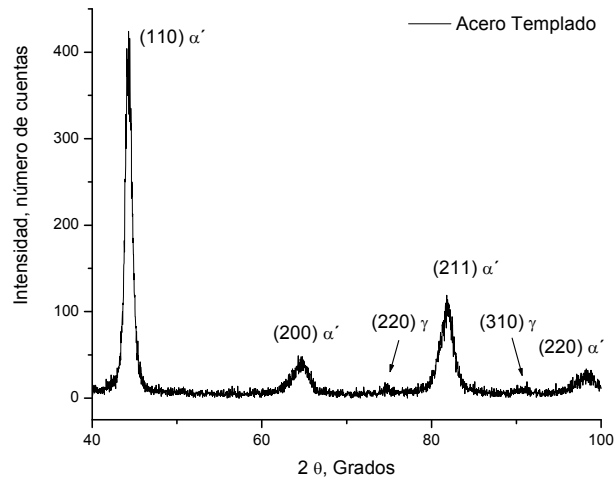


Fig. 7. Difractograma del acero en estado templado.

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

La Fig. 5 y la Fig. 6 presentan las microestructuras de las muestras revenidas a 380K durante 1 y 20 horas, respectivamente. 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 precipitados. La reducción del contenido de carbono en las zonas ferríticas provoca el contraste con la matriz martensítica debido a las diferencias en las tasas de ataque.

La Fig. 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.

La Fig. 8 y la Fig. 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.

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 muestras revenidas 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.

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

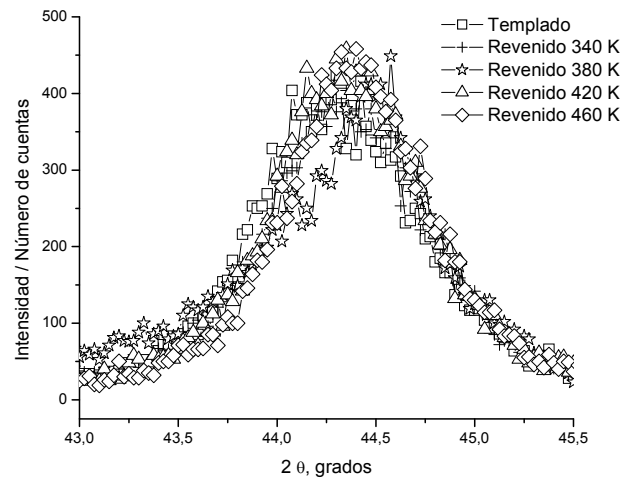


Fig. 8. Evolución del pico (110) de la martensita, en función de la temperatura de revenido.

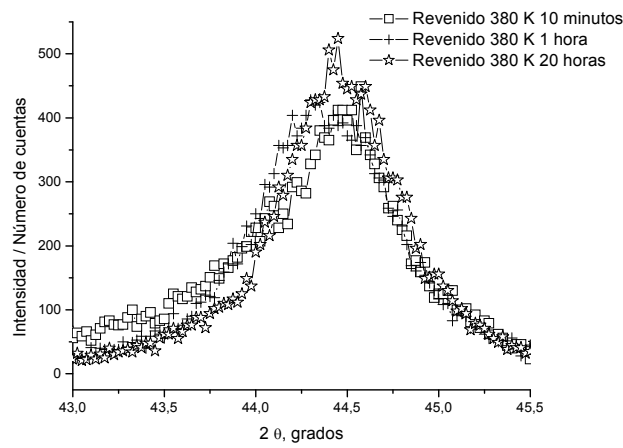


Fig. 9. Evolución del pico (110) de la martensita, en función del tiempo de sostenimiento.

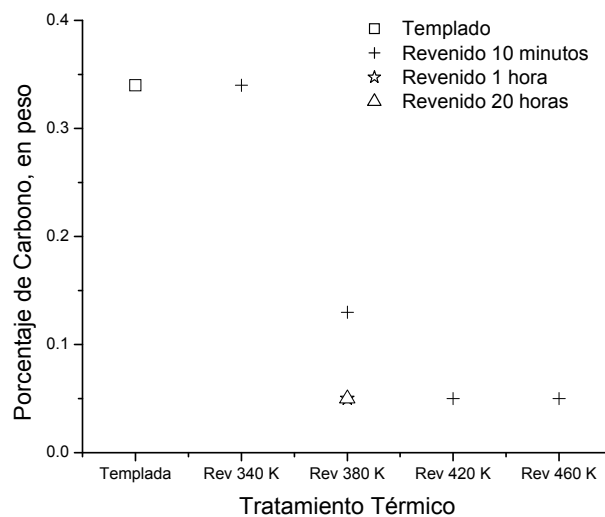


Fig. 10. Efecto de la temperatura de revenido y el tiempo de sostenimiento, en el contenido de carbono en solución de la martensita.

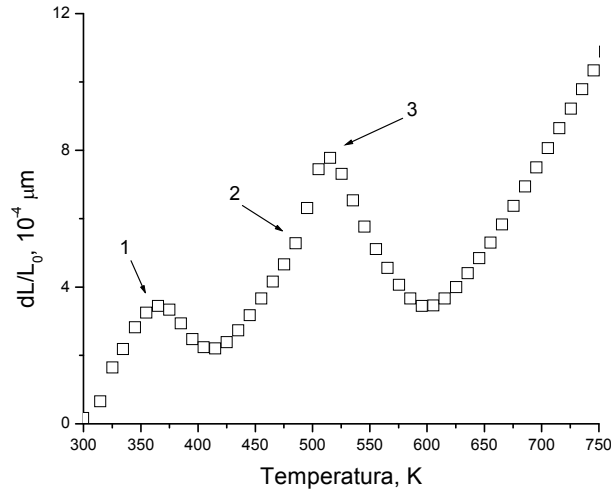


Fig. 11. Dilatometría de la muestra templada.

Los parámetros de red  $c$  y  $a$ , se calculan a partir de las ecuaciones (2) y (3), respectivamente, donde  $a_0$  es el parámetro de red del hierro, en la estructura cúbica centrada en el cuerpo ( $2.8663 \cdot 10^{-10}$  m) y  $x$  es el porcentaje de carbono, en peso [6].

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

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

La Fig. 10 presenta el contenido de carbono en solución sólida de la matriz martensítica, para las muestras templadas y revenidas. El mayor contenido de carbono se observa en la muestra templada y la muestra revenida a 340K. Estas dos muestras tienen el mismo contenido de carbono, indicando que el revenido a esta temperatura no produce efectos adicionales de segregación de carbono o precipitación de carburos.

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 380K, tiene un efecto similar, respectivamente, al aumento de la temperatura de revenido a 420K y 460K, con el mismo tiempo de sostenimiento de 10 minutos.

La Fig. 11 muestra los resultados de dilatometría, para la muestra templada. Se observan tres etapas del revenido: la precipitación del carburo  $\epsilon$  (etapa 1), la transformación de la austenita (etapa 2) y la precipitación de cementita (etapa 3).

La precipitación de carburos involucra un cambio dimensional más notorio debido a la contracción de la red martensítica, mientras el comienzo de la transformación de la austenita retenida modifica ligeramente la expansión de la muestra y se manifiesta como un cambio en la pendiente de la curva.

La Fig. 12 presenta un análisis más riguroso de los valores de dilatometría, con el fin de determinar los puntos de inflexión correspondientes a las tres etapas del revenido, con mayor confiabilidad. Inicialmente, se obtiene la desviación desde la expansión térmica ideal debido a los efectos del revenido y luego se calcula la primera derivada de esta función. Los tres puntos de inflexión para la muestra templada son 385K, 498K y 535K.

La Fig. 13 muestran los resultados de dilatometría, para los aceros revenidos durante 10 minutos. Se observan las mismas tres etapas durante el revenido: la primera se presenta alrededor de 380K y consiste en la precipitación del carburo  $\epsilon$ , la segunda comienza a partir de 480K y consiste en la transformación de la austenita retenida, la tercera se genera desde 520K hasta 610K y consiste en la precipitación de cementita.

El incremento de la temperatura de revenido tiene un efecto significativo en la precipitación del carburo  $\epsilon$ . Al aumentar la temperatura de revenido la cantidad de carburo que precipita es mayor y esto se

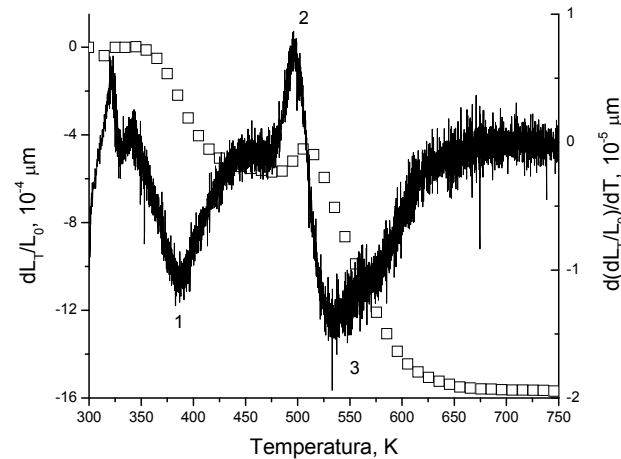


Fig. 12. Análisis del cambio de la derivada de la longitud de la muestra templada, en función de la temperatura.

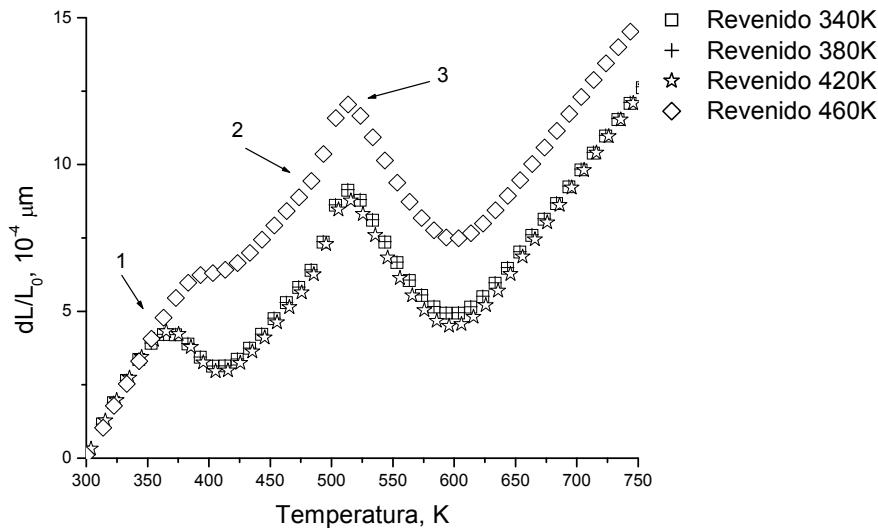


Fig. 13. Dilatometría de los aceros revenidos, en función de la temperatura.

manifiesta en los resultados de dilatación como el desvanecimiento de la primera etapa de revenido y un incremento de la temperatura de inflexión, lo cual se puede asociar a una mayor energía de activación requerida para la precipitación durante las medidas de dilatación. Los parámetros de la transformación de la austenita retenida y la precipitación de cementita son similares en todas las muestras.

La Fig. 14 muestra los resultados de dilatación, para los aceros revenidos a 380K. Se observan las tres etapas: precipitación del carburo  $\epsilon$  (etapa 1), transformación de la austenita retenida (etapa 2) y precipitación de cementita (etapa 3). La intensidad del revenido es mayor cuando aumenta el tiempo de sostenimiento, aumentando la cantidad de carburos precipitados. Esto se manifiesta con el desvanecimiento de la primera etapa del revenido y el aumento de la correspondiente temperatura de inflexión cuando el tiempo de sostenimiento incrementa.

La Fig. 15 presenta el espectro de fricción interna de la muestra templada. La deconvolución del espectro permite identificar la presencia de tres picos de fricción interna P2, P3 y P4, respectivamente a 380, 443 y 482 K.

P2 se asocia a la precipitación del carburo  $\epsilon$ . Este pico aparece reportado en otros trabajos y es característico de las estructuras martensíticas durante la primera etapa de revenido [1, 4].



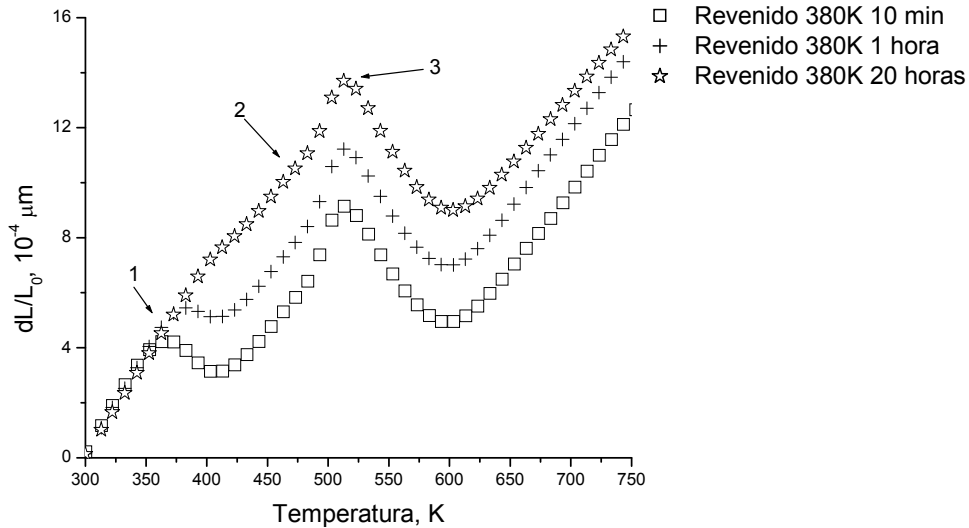


Fig. 14. Dilatometría de las muestras revenidas a 380K.

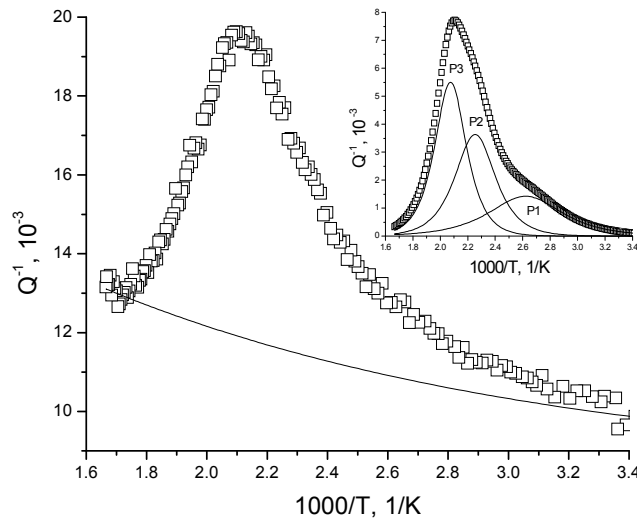


Fig. 15. Espectro de fricción interna de la muestra templada.

P3 y P4 aparecen reportados en la literatura como mecanismos activados térmicamente debido a la interacción de las dislocaciones de tornillo con obstáculos a su movimiento [6]. I. Tkalcec, *et al.* consideran P3 como un pico de Snoek-Köster asociado al dragado de átomos de carbono por la formación de pares de escalones, en las dislocaciones de tornillo, e identifican a P3 como una distorsión del pico P4 por las dislocaciones [6].

En este trabajo, P3 y P4 se atribuyen a la activación térmica de las dislocaciones. Inicialmente, las dislocaciones interactúan con los carburos  $\epsilon$ , formando el pico P3. Sin embargo, cuando la temperatura aumenta ocurre la transición del carburo  $\epsilon$  a cementita y las dislocaciones interactúan con la cementita.

La Fig. 16 muestran el espectro de fricción interna de los aceros revenidos durante 10 minutos. Se observa un ligero desplazamiento del espectro hacia la derecha a medida que aumenta la temperatura de revenido. La deconvolución permite identificar la presencia de los picos P2, P3 y P4, en todas las muestras. La diferencia de temperaturas entre los picos P3 y P4 tiende a aumentar cuando la temperatura de

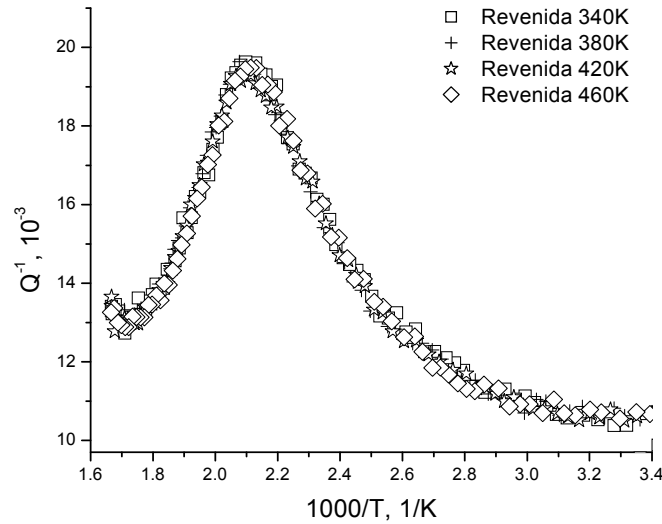


Fig. 16. Espectro de fricción interna de las muestras revenidas durante 10 minutos.

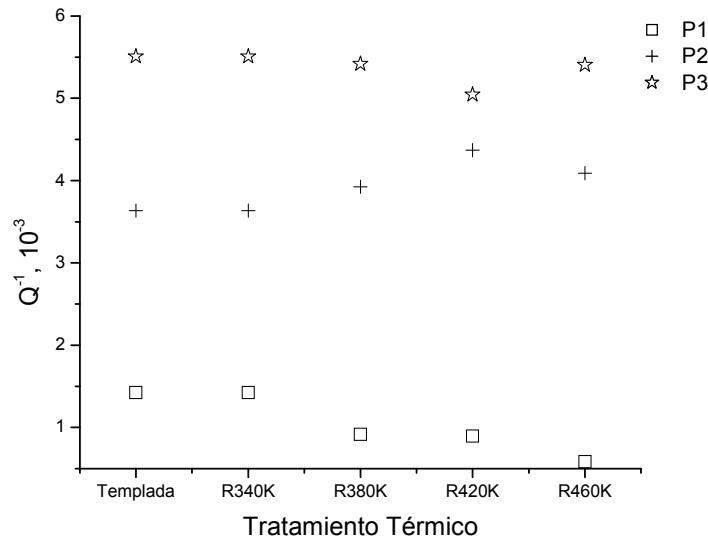


Fig. 17. Altura de los picos P2, P3 y P4, para las muestras templadas y revenidas durante 10 minutos.

revenido es mayor, sugiriendo que la transición del carburo  $\epsilon$  a cementita es más fácil cuando la temperatura de revenido es menor.

La Fig. 17 muestra la altura de los tres picos de fricción interna, para las muestras revenidas durante 10 minutos. La altura del pico P2 disminuye cuando la temperatura de revenido aumenta, esto puede atribuirse a la menor cantidad de carburo que precipita durante el calentamiento. El contenido de carbono intersticial disminuye cuando la temperatura de revenido de las muestras es mayor debido a la precipitación de carburos. Por tanto, la precipitación asociada al calentamiento realizada en las medidas de fricción interna es menor cuando la muestra tiene una mayor temperatura de revenido. Esto indica que la altura de la fricción interna se puede emplear para determinar la cantidad de carburo que precipita. Sin embargo, la altura de este pico es afectada por el comportamiento de los picos P3 y P4 que tienen una magnitud mayor, lo cual impide realizar una estimación cuantitativa de la cantidad de carburo que precipita.

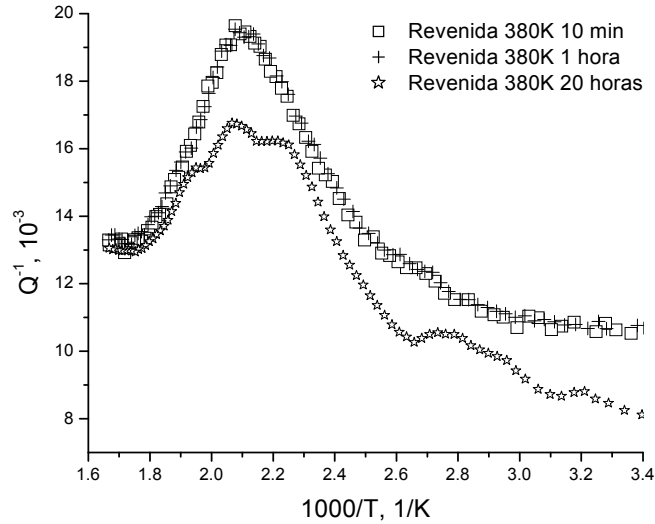


Fig. 18. Espectro de fricción interna de las muestras revenidas a 380K durante 10 minutos, 1 y 20 horas.

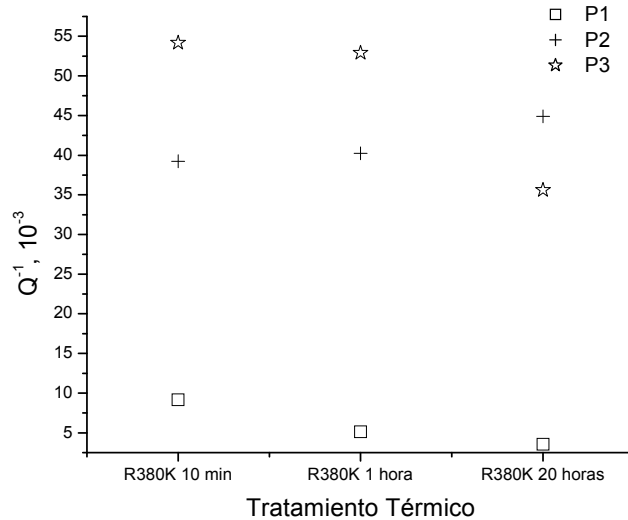


Fig. 19. Altura de los picos P2, P3 y P4, para las muestras templadas y revenidas.

La altura de P3 tiende a aumentar cuando la temperatura de revenido es mayor, mientras la altura de P4 tiende a disminuir. Esto sugiere que al aumentar la temperatura de revenido las dislocaciones tienen mayor movilidad cuando interactúan con el carburo  $\epsilon$  y menor movilidad cuando interactúan con cementita. Inicialmente, el carburo  $\epsilon$  que precipita ejerce una fuerza de oposición al movimiento de las dislocaciones, pero luego del reordenamiento de las dislocaciones y de los carburos la fuerza de oposición es menor.

P4 aparece alrededor de 480K, por tanto la disminución de su altura puede estar asociada a la disminución de la densidad de las dislocaciones cuando la temperatura de revenido es mayor. El comportamiento de los picos P3 y P4 está asociado a la interacción de las dislocaciones cuando ocurre la transición del carburo  $\epsilon$  a cementita. Se requiere un estudio más detallado para determinar las energías de activación de estos picos y entender el comportamiento de los picos.

La Fig. 18 muestran el espectro de fricción interna de los aceros revenidos a 380K. Los resultados son similares a los obtenidos en función de la temperatura. Sin embargo, en la muestra revenida durante 20 horas aparece un pico P1 alrededor de 350K, el cual se atribuye al efecto Snoek.

Este pico suele estar presente en aceros ferríticos (estructura cúbica centrada en el cuerpo) y su presencia puede estar asociada a la disminución de la tetragonalidad y la distorsión de la martensita.

La Fig. 19 muestra la variación de la altura de P2, P3 y P4, para las muestras revenidas a 380K. El aumento del tiempo de sostenimiento incrementa la diferencia de temperaturas entre los picos P3 y P4, aumenta la altura de P3 y disminuyen las alturas de P2 y P4. La disminución de la altura de P2 concuerda con la menor cantidad de carburo que precipita.

#### 4. CONCLUSIONES

El espectro de fricción interna permite identificar la presencia de cuatro picos P1, P2, P3 y P4 alrededor de 350, 380, 440 y 480K. P1 sólo aparece en la muestra revenida a 380K durante 20 horas y se atribuye al efecto Snoek. Este pico aparece debido a la disminución de la tetragonalidad y la distorsión de la martensita. P2 se atribuye a la precipitación de carburos, P3 y P4 se atribuyen a la interacción de las dislocaciones con carburos épsilon y cementita, respectivamente. La altura de P2 disminuye cuando la cantidad de carburos que precipita es menor. P3 y P4 proporcionan información sobre la transición del carburo épsilon a cementita y el comportamiento 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.

#### REFERENCIAS

- [1] Hoyos, J., Ghilarducci, A., Salva, H., Chaves, C., Vélez, J., "Internal friction in martensitic steel", *Materials science and engineering*, A 521-522, 347 – 350 (2009)
- [2] Speer, J., Matlock, D., "Recent developments in low – carbon sheet steels", *JOM*, **54**(7), 19 – 24 (2002)
- [3] Golovin, S., "Methods of mechanical spectroscopy in physical metallurgy", *Metal science and heat treatment*, **44**(5–6), 227-231 (2002)
- [4] Schaller, R., Fantozzi, G., Gremaud, G., "Mechanical Spectroscopy Q-1 2001", *Trans. Tech Publications*, Suiza, 437 – 450 (2001)
- [5] Hoyos, J., Ghilarducci, A., Salva, H., Chaves, C., Vélez, J., "Effects of tempering on Internal friction of carbon steels", *Materials science and engineering*, A 528, 3385 – 3389 (2011)
- [6] Garg, A., Mcnelley, T., "Estimation of martensite carbon content in as – quenched AISI 52100 steel by X – ray diffraction", *Mater. Lett.*, **4**(4), 214 – 218 (1986)
- [7] Tkalcec, I., Mari, D., "Tempering effects on a martensitic high carbon steel", *Materials Science and Engineering*, A 370, 213 – 217 (2004)

#### STUDY OF MICROSTRUCTURAL DYNAMICAL CHANGES IN TEMPERED STEELS AT LOW TEMPERATURES BY MECHANICAL SPECTROSCOPY

**Abstract** – The mechanical spectroscopy is a technique of characterization with high sensibility to the microstructural changes, especially to the phase transformations and the movement of dislocations. This work studies the precipitation of epsilon carbide and the behavior of the dislocations during the transition from epsilon carbide to cementite of a steel quenched and tempered by mechanical spectroscopy. The steel containing 0.71wt% was heated at 1093K for 5 minutes and cooled into water. Then, the quenched samples were tempered for 10 minutes at 340, 380, 420 and 460K. Additionally, other samples were tempered at 380K for 1 and 20 hours. The increase of the intensity of tempering reduces the tetragonality of martensite and the dislocation density. Internal friction spectrum is decomposed into four peaks: P1 at 350K, P2 at 380K, P3 at 430K and P4 at 480K. P1 is attributed to the Snoek effect and this peak only appears in the sample tempered at 380K for 20 hours. P2 is re-

lated to the precipitation of epsilon carbide. P3 and P4 are related to the interactions of dislocations with epsilon carbide and cementite, respectively.

**Keywords** – Steel, Tempering, Mechanical spectroscopy, Internal friction.