

FACULTAT DE QUÍMICA

Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

Programa de doctorat: Tecnologia de Materials

Bienni: 2003-2005

ESTRUCTURES BAINÍTIQUES EN ACERS HSLA DE BAIX CONTINGUT EN CARBONI: INFLUÈNCIA DEL CONTINGUT EN MICROALEANTS I DEL TRACTAMENT TÈRMIC SOBRE L'ESTRUCTURA I PROPIETATS

Memòria presentada per **Silvia Illescas Fernández** per a optar al grau de Doctor per la Universitat de Barcelona sota la direcció del Professor Josep M^a Guilemany Casadamon i del Professor Javier Fernández González.

Barcelona, Maig 2007

III. RESULTATS I DISCUSSIÓ

- III.1. Caracterització del Material de Partida
- III.2. Estudi del Creixement de Gra
- III.3. Diagrames CCT
- III.4. Caracterització d'Estructures Bainítiques
- III.5. Propietats Mecàniques de les Estructures Bainita- Ferrita Acicular
- III.6. Nanoindentació

El conocimiento del hombre no puede llegar más allá de su experiencia Jonh Locke

III.1. CARACTERITZACIÓ DEL MATERIAL DE PARTIDA

S'han estudiat dos acers microaleats de composicions molt paregudes a excepció del contingut en elements microaleants per a prosseguir a l'estudi de l'efecte d'aquests sobre les diferents estructures i propietats mecàniques observades.

El material de partida és una planxa laminada en calent d'espessor 11 mm, obtinguda pel procés de laminació controlada.

III.1.1. ANÀLISI COMPOSICIONAL

L'anàlisi composicional dels acers laminats dels que partim es mostra en la Taula 1.

	С	Mn	Si	Cr	Ni	Мо	V	Nb	Al	Ti	Cu	Р	S	Ν
16MnNi4 (V-Nb)	0,165	1,11	0,23	0,02	0,34	0,001	0,026	0,0135	0,0244	0,0014	0,184	0,015	0,0022	0,0059
16Mn4 (V)	0,166	1,24	0,16	0,02	0,02	0,001	0,051	-	0,0309	-	0,186	0,015	0,0151	0,0027
Taula 1. Composició nominal (% pes) dels acers 16MnNi4 i 16Mn4 estudiats														

La Taula 2 mostra el Carboni equivalent (Ceq) per a cada un dels acers.

	C eq(1)	C eq(2)
16MnNi4 (V-Nb)	0,394	0,247
16Mn4 (V)	0,389	0,240

Taula 2. Carboni Equivalent (% pes) dels acers

16MnNi4 i 16Mn4 estudiats

Entre les expressions existents per al càlcul del Carboni Equivalent (Ceq), s'han utilitzat:

• (1) Equació recomanada per l'Institut Internacional de Soldadura:

$$CE = CE_{IIW} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr + Mo + V}{5} + \frac{Ni + Cu}{15}$$

• (²) Equació Ito i Bensson [1], més utilitzada per a acers d'alta resistència amb baix contingut en Carboni:

$$CE = P_{CM} = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn + Cu + Cr}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5B$$

S'ha realitzat el càlcul amb ambdós expressions, observant-se una diferència major del 0,1% de C entre ambdues, diferència que és important des del punt de vista de la soldadura. Per als acers objecte d'aquest treball sembla que l'equació d'Ito i Bensson és la més apropiada.

III.1.2. DIFRACCIÓ DE RAIGS X

Per als dos acers, s'ha registrat el difractograma de Raigs X (Figura 1) en el que s'observa la presència de fase Ferrita (α -Fe). No s'observa presència de Cementita (Fe₃C) ja que es tracta d'acers de baix contingut en carboni.



Figura 1. Difractograma Raigs X per a: (a) Acer 16MnNi4, (b) Acer 16Mn4

III.1.3. MICROSCOPIA ÒPTICA

En la caracterització per mitjà de Microscopia Òptica s'han estudiat els plans de l'acer corresponents a les tres direccions dels eixos cartesians (Figura 2)





Per mitjà de l'observació microscòpica i per a ambdós acers s'observen els constituents ferrítico-perlíticos, amb diferent distribució en funció de cada un dels plans (Figura 3 per a l'acer 16MnNi4 i Figura 4 per a l'acer 16Mn4):

• Pla yz i xz: ambdós plans presenten morfologies molt semblants en les que les colònies ferríticos-perlíticas es veuen homogèniament orientades en la direcció de laminació.

• Pla xy: en aquest pla també s'observa una orientació preferencial però l'estructura és molt més heterogènia.



Figura 3. Acer 16MnNi4



Figura 4. Acer 16Mn4

Amb les micrografies registrades per a cada pla es pot fer una composició tridimensional en què és fàcil associar les orientacions a la direcció de laminació (Figura 5 per a l'acer 16MnNi4 i Figura 6 per a l'acer 16Mn4).



Figura 5. Composició 3D de l'estructura de l'Acer 16MnNi4 laminat en calent



Figura 6. Composició 3D de l'estructura de l'Acer 16Mn4 laminat en calent

En definitiva, ens trobem amb dos acers ferrítico-perlíticos texturitzats pel procés de laminació en calent, amb una distribució homogènia en els plans yz i xz, però heterogènia en al pla xy.

A partir d'aquestes micrografies obtingudes per microscopia òptica es pot dur a terme una quantificació de fases presents en l'estructura. En la Taula 3 es mostren els resultats obtinguts a partir de la determinació de percentatges de perlita en els diferents plans per a cada acer.

		% Perlita				
		Pla YZ	Pla XZ	Pla XY		
Acer	16MnNi4	27 ± 3	30 ± 5	38 ± 2		
	16Mn4	35 ± 6	33±8	39 ± 5		

Taula 3. Contingut en Perlita (%) quantificat per a cada un dels plans dels acers.

Cal destacar l'efecte del contingut en Niobi (Nb) sobre la grandària de gra de l'estructura final després del procés de laminació controlada. Com s'ha indicat els dos acers estudiats presenten una composició molt semblant a excepció del contingut en elements de microaleació. S'observa un fort efecte d'afinatge de gra a causa del Nb sobre l'estructura: la grandària de gra de l'estructura ferrítico-perlítica per a l'acer 16MnNi4 és menor que per a l'acer 16Mn4, ja que l'acer 16MnNi4 presenta Nb, mentre que l'altre acer no presenta aquest element de microaleació a pesar de presentar el doble contingut en Vanadi. Així queda corroborat el major efecte sobre l'afinatge de gra del Niobi que del Vanadi [2-3].

El bandejat perlític observat per a ambdós acers queda explicat pel procés de laminació controlada (Figura 7) en el que després d'una etapa inicial d'austenització del material i per refredament controlat del mateix, els elements d'aleació es reparteixen de diferent forma en el líquid que en el sòlid segons el valor dels seus coeficients de repartició. Així per exemple elements com ara l'Oxigen i el Sofre es reparteixen íntegrament en el líquid, el Fòsfor, Carboni i Nitrogen es reparteixen majoritàriament en el líquid, mentre que per al Coure i Silici la seva concentració en el líquid és doble que la present en el sòlid, i elements com el Níquel, Molibdè, Manganès i Crom apunten cap a líquids poc segregats.

Aquesta segregació dels diferents elements en el procés de solidificació acaba amb un estat final en l'acer en què hi ha una discontinuïtat en composició. Així s'obtenen dos fases austenítiques de diferent contingut en carboni.



Figura 7. Laminació Controlada

Durant el procés de laminació controlada quan es passa per la temperatura Ar3 (Figura 7) s'arriben a tenir bandes de segregació a partir de l'antic líquid residual i de les antigues dendrites. El caràcter alfàgen o gammàgen de les bandes vindrà determinat pels elements aleants presents a l'acer.

En els acers estudiats amb un contingut en carboni de 0,16%, la presència de manganès i carboni en el líquid residual per segregació dendrítica, fa que presenti un caràcter gammàgen per tant que transformi a banda perlítica. Però a més per efecte de la segregació, la capa perifèrica de la dentrita presenta un contingut en carboni un ordre de magnitud superior al seu nucli, la qual cosa finalment ocasiona que el bandejat final observat sigui continu tal com es mostra en les micrografies de l'estructura inicial.

A més cal destacar que durant el procés de laminació controlada s'han efectuat etapes inhibidores de la formació d'inclusions i per això aquestes no han estat observades en la present caracterització estructural.

Finalment comentar que el fet que la texturització dels plans YZ i XZ sigui semblant es deu al fet que durant el procés de conformació, la planxa a laminar ha anat girant 90° a l'anar passant pels diferents corrons.

III.1.4. MICROSCOPIA ELECTRÒNICA DE SCANNING (SEM).

Els acers a estudiar presenten una estructura Ferrític-Perlítica i mitjançant SEM es pot observar més en detall l'estructura del constituent perlític que es presenta formant colònies orientades majoritàriament en la direcció de laminació (Figura 8 per a l'acer 16MnNi4 i Figura 9 per a l'acer 16Mn4).



Figura 8. Micrografies SEM per a l'Acer 16MnNi4



Figura 9. Micrografies SEM per a l'Acer 16MnNi4

A més, l'observació mitjançant SEM revela l'absència de cap altre tipus de precipitats o d'inclusions de sulfurs, en concordança amb lo comentat anteriorment sobre la inhibició de partícules de sulfur de manganès durant el procés de laminació controlada.

III.1.5. ELECTRON BACKSCATTERED DIFFRACTION (EBSD).

S'han observat mitjançant EBSD mostres per al pla transversal dels acers estudiats (Figura 10).





Figura 10. Registres EBSD per al Pla XZ de l'Acer 16MnNi4 mostrant la texturización fruit del procés de Laminació Controlada. (a) FeC₃, (b) Fe-α

Les figures de pol obtingudes per mitjà d'aquests registres d'EBSD mostren una forta texturització tant de la ferrita com del constituent perlític en el pla <100> normal a la superfície de la mostra, mentre que no hi ha texturització en el pla paral·lel. Això està en concordança amb la direcció de laminació de la mostra analitzada, de manera que aquest pla <100> és de laminació del material.

III.1.6. MICROSCOPIA ELECTRÒNICA DE TRANSMISSIÓ (TEM)

S'han preparat mostres dels acers a estudiar per a observar-les per mitjà de TEM amb l'objectiu de veure si l'estructura presenta gran densitat de dislocacions, algun precipitat, o algun tipus de defecte que per a ser detectat necessiti un alt poder de resolució.

Les imatges obtingudes permeten determinar l'espaiat entre làmines de cementita en el constituent perlític, presentant un valor inferior a 100 nm per a ambdós acers (Figura 11a i 12a).

S'han pogut observar les làmines de cementita més en detall apreciant-se que en realitat no són làmines llargues, sinó que el que en SEM semblava continu és en realitat una filera de fragments (Figura 11b, 11c, 12b i 12c).



Figura 11. Micrografies TEM per a l'Acer 16MnNi4: (a) Detall de les làmines de cementita amb un espaiat de menys de 100 nm, (b) i (c) Detall del constituent perlític observant-se la fragmentació de les làmines de cementita.



Figura 12. Micrografies TEM per a l'Acer 16Mn4: (a) Detall de les làmines de cementita amb un espaiat de menys de 100 nm, (b) i (c) Detall del constituent perlític observant-se la fragmentació de les làmines de cementita.

A més s'observa la presència de dislocacions en la ferrita, tant en la proeutectoide (Figura 13a), com en l'eutectoide (Figura 13b), la qual cosa implica l'existència de tensions dins del material originades en el procés de laminació a què ha estat sotmès l'acer. Aquesta presència de dislocacions és major per a l'acer 16MnNi4 que per a l'acer 16Mn4.



Figura 13. Detall de les dislocacions existents (a) dins de la ferrita i (b) entre les làmines de cementita per a l'Acer 16MnNi4.

III.1.7. DURESES

S'han realitzat assajos de microduresa Vickers a 300 gf, així com també assajos de macroduresa Vickers a 10 Kgf, a partir dels quals es determina la duresa Rockwel B.

Els valors obtinguts per a cada acer es mostren en la Taula 4.

		HVN _{300gf}	HVN _{10Kgf}	HRb
	Pla XY	175 ± 6	180 ± 9	87 ± 3
Acer 16MnNi4	Pla YZ	195 ± 14	191 ± 11	90 ± 5
	Pla XZ	198 ± 5	199 ± 11	91 ± 3
Acer 16Mn4	Pla XY	168 ± 14	174 ± 10	86 ± 3
	Pla YZ	180 ± 14	181 ± 12	87 ± 6
	Pla XZ	184 ± 10	187 ± 14	89 ± 4

Taula 4. Dureses de cada pla de l'estructura inicial dels Acers 16MnNi4 i 16Mn4

S'observa com, per a un mateix acer, els valors de duresa entre els diferents plans són semblants, encara que s'aprecia com el pla xy és el més diferent dels tres. Aquesta diferència en duresa del pla xy respecte als altres dos, està en concordança amb l'observació per microscopia òptica en què s'observava com aquest pla era el més heterogeni, mentre que els altres dos presentaven la mateixa texturització homogènia en la direcció de laminació.

A més, els valors de duresa entre els diferents acers són semblants, encara que l'acer amb un tamany de gra major i que no conté Niobi com a element de microaleació, presenta una menor duresa d'acord amb la relació de Hall-Petch.

Els valors obtinguts en tots els casos, es corresponen amb una estructura tova en què no s'observa la presència de cap constituent dur procedent de la transformació bainítica o martensítica (tal com es mostrava en les tècniques microscòpiques utilitzades).

III.1.8. CONCLUSIONS PARCIALS

A partir dels resultats obtinguts per a la caracterització inicial, s'han obtingut les següents conclusions parcials:

1. Els acers de partida presenten una estructura ferritic-perlítica, com a conseqüència d'un procés de laminació controlada que genera una estructura amb travessat de segregació

2. No s'han observat inclusions ja que en el procés de laminació controlada s'ha inhibit la seva formació per ser danyines per al material.

3. El Niobi presenta un fort efecte sobre l'afinatge de gra durant la laminació controlada. Aquest efecte és major que el generat pel Vanadi.

4. S'han caracteritzat estructures amb aproximadament un 32% i 35% de perlita, per a l'acer 16MnNi4 i 16Mn4 respectivament.

5. Per als dos acers estudiats l'espaiat entre plaques de cementita en la perlita formada és menor de 100nm.

6. S'observa la presència de dislocacions en la ferrita, tant en la proeutectoide, com en l'eutectoide, la qual cosa implica l'existència de tensions dins del material originades en el procés de laminació a què ha estat sotmès l'acer.

7. L'acer amb un major tamany de gra i que no conté Niobi com a element de microaleació presenta una menor duresa, encara que els valors de duresa entre els diferents acers són semblants. Així s'han obtingut valors de HVN_{300gf} d'aproximadament 195 per a l'acer 16MnNi4, i de 180 per a l'acer 16Mn4. Els valors de duresa obtinguts es corresponen amb una estructura tova en què no s'observa la presència de cap constituent dur procedent de la transformació bainítica o martensítica.

Referències

[1] ITO, I. and BESSYO, K., "Weldability Formula of High Strength Steels", *Book* 284, The Metals Society, London, 1982, 111

[2] MINTZ, B. and ABUSHOSHA, R., Mat Science Forum, Vol 284-286 (1998) 461-468

[3] KNEISSL, A.C., GARCIA, C.I. and DEARDO, A.J., HSLA Steels: Processing, Properties and Applications, TMS, Warrendale (PA), 1992, 99-105