

EFFECTO DE LA DESESTABILIZACIÓN DE LA CEMENTITA SOBRE EL DESARROLLO DE ALTOS NIVELES DE RESISTENCIA MECÁNICA EN ACEROS PERLÍTICOS

EFFECT OF CEMENTITE DESTABILIZATION ON THE DEVELOPMENT OF HIGH MECHANICAL STRENGTH LEVEL IN PEARLITIC STEELS

Mykhaylo Romanyuk¹, Elena Brandaleze¹

(1) Universidad Tecnológica Nacional - Facultad Regional San Nicolás, Departamento Metalurgia,
Colon 332, San Nicolás-Argentina
(e-mail: mromanyuk@frsn.utn.edu.ar)

Recibido: 16/12/2015 - Evaluado: 29/02/2016 - Aceptado: 01/04/2016

RESUMEN

Se estudió la deformación en aceros de alto contenido de carbono trefilados en frío, sobre el comportamiento mecánico y de fractura. La deformación promueve fenómenos de disolución de la cementita en la perlita, alcanzando alta resistencia y ductilidad, lo que permite aplicarlos en usos críticos como cables de grúas. Para estudiar el comportamiento mecánico y a la fractura, se estudian muestras de dos alambres sometidas a torsión hasta rotura. Estos presentan distinto comportamiento: uno sufrió fractura plana (normal) y otro fractura delaminada. Se efectúa un estudio estructural mediante microscopía óptica y electrónica de barrido. Los resultados obtenidos muestran la presencia del fenómeno de rizado (curling). Además, se realizan ensayos de análisis térmico diferencial y simulación termodinámica aplicando Fact Sage, para analizar la estabilidad de carburos. Se corroboró la precipitación de carburos épsilon que ocurre por difusión de carbono en la interfaz ferrita-perlita, justificando el incremento de la resistencia mecánica.

ABSTRACT

Deformation steels in high carbon cold drawn, on the mechanical behavior and fracture was studied. Deformation phenomena promote dissolution of cementite in pearlite, reaching high strength and ductility, enabling application in critical uses as crane cables. To study the mechanical behavior and fracture, samples of two wires twisted to break were studied. These have different behavior, one suffered fracture flat (normal) and another delaminated fracture. Microstructural aspects were analyzed through microscopy, both optical and electronic. Furthermore, differential thermal analysis tests and thermodynamic simulation using Fact Sage are carried out in order to study carbides stability. Results show the presence of a curling phenomenon. The precipitation of epsilon carbide, due to carbon diffusion in the ferrite-pearlite interface, was identified. This fact explains the increase in mechanical strength of the ferrite.

Palabras clave: aceros perlíticos, trefilado, envejecimiento dinámico, carburos épsilon
Keywords: pearlitic steel, cold drawing, dynamic strain aging, epsilon carbide

INTRODUCCIÓN

En la metalurgia ferrosa moderna existen grandes desarrollos orientados a producir alambres de ultra alta resistencia, en los cuales se busca lograr elevada formabilidad manteniendo importantes valores de resistencia mecánica (Kumar *et al.*, 2011; Zelin, 2002). Este tema de estudio, se halla en plena concordancia con los estudios sobre los fenómenos de plasticidad a escala sub-microscópica que cobran importancia cada vez más relevante en la ingeniería aplicada al diseño de procesos de conformado (Brown, 2012) y los fenómenos de superplasticidad que involucran dentro de los aceros, a los de alto carbono. Tal como describen Hu *et al.* (2015), la superplasticidad se considera como la habilidad de un material de soportar grandes deformaciones previo a que ocurra la falla y sin generar estricción (Farghalli, 2011). Dichos autores informan la presencia de superplasticidad en aceros de alto contenido de carbono durante el conformado a temperaturas $0,5 T_{\text{fusión}} - 0,65 T_{\text{fusión}}$. Sin embargo, aclaran que el fenómeno de superplasticidad es extensible a deformaciones a temperaturas menores, porque existe menor consumo de energía y menor probabilidad de provocar oxidación sobre los productos.

En artículos sobre aceros de ultra alta resistencia (Nam *et al.*, 2000), dentro de los que se contempla a los aceros perlíticos, se informa acerca del fenómeno de disolución de la cementita causada por altos porcentajes de deformación plástica. En la literatura asociada, se informa que el espesor interlaminar de la perlita disminuye proporcionalmente con el aumento de resistencia del acero. Se ha demostrado que en dichos aceros, a menor espaciado entre las láminas de cementita (Fe_3C) y ferrita, resulta menor la estabilidad de la Fe_3C si se halla bajo el efecto de una deformación plástica elevada (Kumar *et al.*, 2011; Zelin, 2002; Gavriljuk, 2001). Las propiedades mecánicas finales que se logran en los aceros perlíticos deformados en frío por trefilado, consisten en una combinación de alta ductilidad manteniendo muy elevados niveles de resistencia mecánica lo que les permite ser utilizados en aplicaciones críticas como cables de sostén de puentes colgantes, cables de grúas, entre otras (Krauss, 2005).

Se debe contemplar que en los productos de aceros perlíticos trefilados en frío, también existe una influencia sobre las propiedades mecánicas del producto como consecuencia del fenómeno de elongación de los granos de perlita que se genera ante las elevadas deformaciones que se producen durante el proceso de conformado. La presencia de una textura con fibra $\langle 110 \rangle$ característica de los productos trefilados, en este caso promueve la reorientación (rotación) de las láminas de cementita alrededor del eje del alambre que coincide con la dirección de deformación. Esto genera el fenómeno de "curling" o rizado (Kumar *et al.*, 2011). Dicho fenómeno también fue reportado en aceros similares por (Polyakova *et al.*, 2013) dado que han estudiado la rotación gradual de las colonias de perlita acompañada por un adelgazamiento de las láminas de cementita en alambres de medio y alto carbono, detectando el fenómeno en la zona central del producto. Asociado al fenómeno de rizado también se genera una disminución del tamaño de grano de la matriz ferrítica por la compresión ocasionada por las láminas de cementita, sobre todo en zona central del alambre, teniendo presente que esto ocurre a altas velocidades de deformación, tal como informa (Shuai & Wu, 2012).

A lo largo de los años, se han realizado numerosos experimentos e investigaciones teóricas para determinar los mecanismos que promueven la extraordinaria resistencia de los aceros de alto carbono trefilados, sin embargo todavía no se conocen completamente. Esta limitación también la confirma (Nematollahi *et al.*, 2013) que realiza un estudio donde efectúa la correlación entre las propiedades microestructurales del material y comportamiento mecánico. Es importante, considerar que en gran parte las respuestas mecánicas son controladas también por la precipitación de carburos como consecuencia de la sobresaturación de carbono en la ferrita.

Este trabajo se enfoca al estudio de aceros de muy alto contenido de carbono (ultra alta resistencia) sometidos a elevada deformación por trefilado. La aplicación de los mismos es la producción de cables de acero. A tal fin, se seleccionan muestras de acero procesados bajo las mismas condiciones, que han presentado un comportamiento normal y delaminación (respuesta anormal) al ser sometidos a ensayo de torsión a rotura. Cabe aclarar que dicho ensayo se aplica sobre este tipo de productos para realizar el control de calidad. Se propone estudiar la estabilidad de diferentes carburos de hierro en relación a las condiciones de deformación, su impacto

en la estructura y las respuestas mecánicas del producto. A tal fin, se realizan ensayos de análisis térmico diferencial (DTA TG) y calorimetría de barrido diferencial (DSC). Además, se efectúan simulaciones mediante el uso de software de simulación termodinámica Fact Sage de los carburos de Fe contemplando las condiciones asociadas al proceso de conformado. Se desarrolla además, una caracterización estructural mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM), de los alambres para correlacionar con las respuestas mecánicas resultantes frente a altas deformaciones impuestas al material y así evaluar el impacto de la presencia de los diferentes carburos de hierro sobre las propiedades mecánicas del producto.

MATERIALES Y METODOS

Preparación de muestras

Se seleccionaron para este trabajo alambres de acero de muy alto contenido de carbono (SAE 1080), trefilados a 3.25 mm de diámetro. Dichos alambres trefilados, si bien corresponden al mismo grado de acero y fueron procesados bajo las mismas condiciones, son de distinta procedencia. Posterior al proceso de trefilado, se someten a ensayo de torsión a rotura, para poder realizar el control de calidad del producto. Estos alambres presentan diferente comportamiento durante el ensayo de torsión: uno sufrió una fractura plana o normal (alambre A) y otro fractura delaminada (alambre B); estos se pueden observar en las Figuras 1 y 2.

Para el estudio estructural, se efectuaron cortes transversales y longitudinales de cada alambre de acero con y sin problemas de delaminación. Posteriormente, las muestras se embutieron en resina epoxi y se pulieron con papeles abrasivos de SiC hasta granulometría 1200 μm , empleando agua como refrigerante. El pulido final se hace con pastas de diamante hasta 1 μm y se completa con alúmina 0,3 μm (en suspensión acuosa). Se finaliza con una etapa de limpieza con lavadora ultrasónica para remover restos de polvillo, partículas en la superficie y grasa.



Fig. 1: Superficie de fractura del alambre A



Fig. 2: Superficie de fractura del alambre B

Caracterización microestructural y ensayos de comportamiento térmico diferencial

El estudio microestructural efectuado sobre ambos tipos de alambres comprende las observaciones realizadas mediante microscopía óptica utilizando un microscopio Olympus GX51 que cuenta con analizador de imágenes Leco IA32. Además, se completa con la observación mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM) FEI Quanta 200. Se realizan ensayos de análisis térmico diferencial (DTA-TG) y DSC hasta 550°C empleando un equipo Shimadzu DTA60 sobre muestras de alambres con comportamiento normal y anormal. Los ensayos se realizaron con dos atmósferas: aire y nitrógeno.

Simulación Fact Sage

En este trabajo la estabilidad de la cementita Fe_3C y de los carburos con otras relaciones Fe:C se simuló sobre la base de la composición química de los aceros en estudio, contemplando condiciones aproximadas a las de procesos de trefilado a nivel industrial (temperaturas $\leq 300^\circ\text{C}$).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Estudio estructural

En primer lugar, se observa la estructura de los alambres A y B pudiendo comprobar que ambos poseen estructura perlítica, con un porcentaje menor al 10 % de granos gruesos de perlita, cumpliendo los requerimientos de calidad para este tipo de materiales. Cabe mencionar que dicha exigencia sobre estos productos se debe a que los granos gruesos de perlita, poseen una mayor separación interlaminar y en consecuencia afectan el comportamiento mecánico del producto. En los cortes longitudinales de las muestras A y B se pudo notar una estructura heterogénea en la zona central del alambre con respecto de la periferia del mismo. La orientación particular (manteniendo una inclinación visible) en los granos de la zona central de ambos alambres coincide con la formación de fibras [110] que mantiene la misma dirección de la deformación por trefilado (TD), (Figuras 3 y 4).

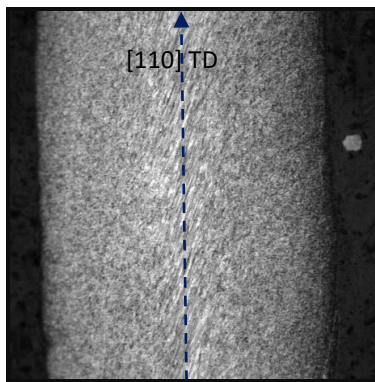


Fig. 3: Heterogeneidad estructural del alambre A

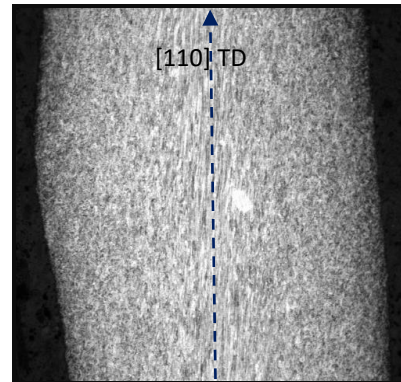


Fig. 2: Heterogeneidad estructural del alambre B

A pesar de diferentes comportamientos a la fractura generados frente al ensayo de torsión a rotura, a las magnificaciones de la microscopía óptica no se evidencian diferencias estructurales apreciables que justifiquen la diferencia de comportamiento del alambre B (delaminado) respecto al alambre A. Se continúa el estudio con la observación microestructural mediante la microscopía SEM. Se trabaja tanto sobre los cortes transversales como longitudinales de ambos alambres. En las Figuras 5 y 6 se presentan los cortes longitudinales. En los mismos se identifican láminas de la cementita (C) alineadas en la dirección de la deformación. Se puede observar que la perlita ha desarrollado la formación de fibras (F), con una mayor cantidad de las mismas en el material con corte normal, demostrando ser más dúctil. En el material delaminado las láminas de Fe_3C se observan más entrecortadas (FE) indicando mayor fragilidad en las mismas.

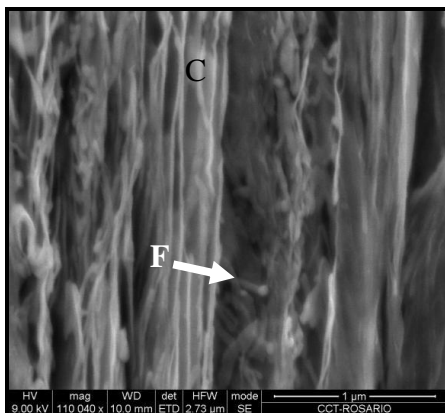


Fig. 5: Láminas de Fe_3C con fibras (F) (alambre A)

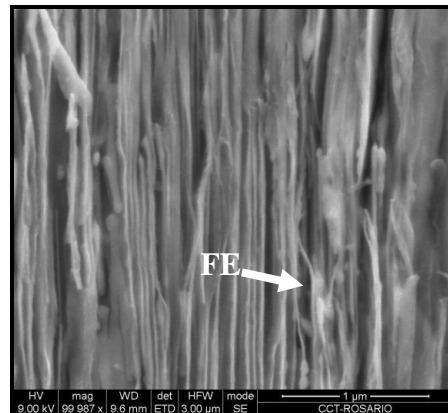


Fig. 6: Láminas de Fe_3C con fibras (alambre B)

Observando los cortes transversales de las muestras, se pudo notar la presencia del fenómeno de rizado o "curling". Según Brandaleze *et al.* (2012), este efecto está relacionado con el mecanismo de deslizamiento de las dislocaciones, esfuerzos de corte y rotación de láminas de perlita en torno al eje del alambre. La información también resulta consistente con lo informado por Kumar *et al.* (2011) y Polyakova *et al.* (2013). En la Figura 7, se observa una imagen obtenida sobre el alambre A donde se aprecia el fenómeno en la zona central del alambre.

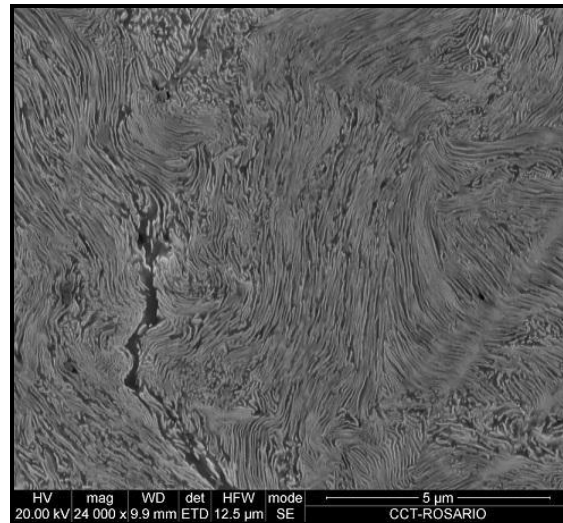


Fig. 7: Fenómeno de rizado "curling" observado en la zona central del alambre A

El fenómeno de rizado, identificado en ambas muestras, es más acentuado en la muestra de alambre A. En este caso se identificaron zonas localizadas en las que las láminas de cementita que se habían alterado considerablemente (incluso mostrando globulizado) indicando claramente la desestabilización y verificando junto a la presencia de fibras, descrita previamente, la mayor plasticidad del material A. El alambre B por su parte presenta menor afinamiento de las láminas de cementita y menor número de formación de fibras. Además, se nota una considerable fragmentación de las láminas de cementita mostrando esto una mayor resistencia a la deformación plástica. Los resultados de mediciones de espesor de láminas de Fe₃C realizados mediante SEM confirman lo mencionado (Figura 8).

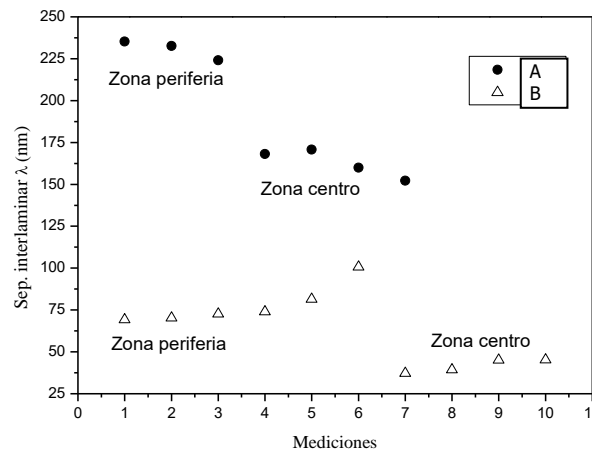


Fig. 8: Separación interlaminar λ - de las láminas de la perlita sobre las muestras transversales de ambos alambres A y B en la zona central y periférica del alambre

Análisis térmico diferencial (DTA-TG)

Se efectúan los ensayos DTA y TG a bajas temperaturas, hasta 550°C en aire y N₂, debido a que durante el proceso de trefilado o "*cold drawing*" las temperaturas que se desarrollan no superan los 350°C. Por simplicidad se representa sólo la curva ensayada al aire para ambas muestras (Figura 9).

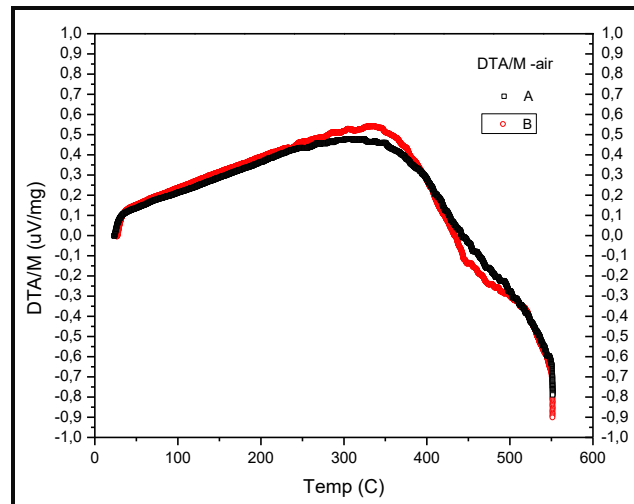


Fig. 9: Curva DTA de ambos alambres ensayados hasta 550°C en aire

Analizando las curvas obtenidas para ambos alambres se verifica un comportamiento similar, como es de esperar. Sin embargo, en el material B se evidencia a temperaturas <400°C una levemente mayor liberación de energía durante el calentamiento. Este comportamiento del material B (delaminado) se observa en ambas atmósferas. Las ligeras transformaciones exotérmicas, en coincidencia con lo expresado por Sha & Guo (2009), indican la presencia de un proceso de precipitación. Los pequeños picos identificados a partir de los 235°C que se extienden hasta los 330°C pueden ser justificados a través de los desplazamientos internos de las vacancias y otros procesos difusivos presentes en el material como consecuencia de las perturbaciones termomecánicas que se presentan durante el proceso de trefilado. Además, en coincidencia con lo expresado por Zelin (2002), en el rango de temperaturas cercanas a 150°C – 175°C puede ocurrir la posible precipitación de los carburos épsilon (ϵ) por sobresaturación de C en la ferrita. Este hecho se fundamenta en que por desestabilización de las láminas de cementita (hecho comprobado mediante la observación con SEM y la determinación de separación interlaminar λ (nm) determinada por microscopía electrónica) se puede generar el fenómeno de difusión de C hacia las interfases cementita-ferrita. El carbono, difunde luego hacia sitios con defectos (vacancias o dislocaciones) en la ferrita. Cuando mayor es la fracción volumétrica de defectos, mayor proporción de C se acumulará promoviendo mayor posibilidad de formación de (ϵ). Esto se traduce en un mayor envejecimiento dinámico en el material.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Con el objetivo de corroborar la existencia del posible fenómeno de migración de átomos de carbono por desestabilización de la cementita, se realizan ensayos de DSC hasta los 600°C en atmósfera de aire para corroborar lo expresado por Zelin (2002).

En la Figura 10, se verifica que el material delaminado presenta mayor liberación de energía en forma de calor en el rango de temperaturas evaluado (125°C - 300°C).

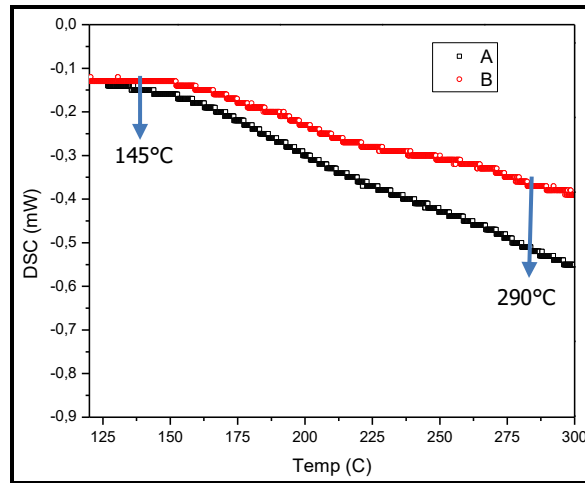


Fig. 10: Curva DSC en el rango de temperaturas 125°C a 300°C

Los autores Zelin (2002), Krauss (2005), Min *et al.* (2010) e Ivanisenko *et al.* (2003), coinciden en que este comportamiento térmico podría corresponder a la formación de carburos épsilon, generada por la migración de C hacia las dislocaciones presentes en la fase ferrítica y posterior precipitación del mencionado carburo. Este mecanismo se verifica que es más acentuado en el material B, posiblemente debido a una mayor fracción volumétrica de defectos y precipitados en la red ferrítica, promoviendo la disminución de ductilidad que justifica la delaminación durante el ensayo de torsión.

Simulación con el software Fact Sage

Con el objetivo de corroborar la posible desestabilización de la cementita a bajas temperaturas (< 400°C), se realiza un análisis termodinámico de estabilidad de carburos de hierro contemplando ($\text{Fe}_{2,5}\text{C}$ (carburo épsilon) y Fe_3C). Una comparación de los resultados (ver Figura 11) verifica leves diferencias entálpicas (ΔH , en J/mol) entre carburos a partir de 150 °C. Esto hace pensar que por una perturbación debida a una alta deformación a temperaturas >150°C se podría generar precipitación de carburo épsilon ($\text{Fe}_{2,5}\text{C}$). Este proceso se puede acentuar con el incremento de temperatura.

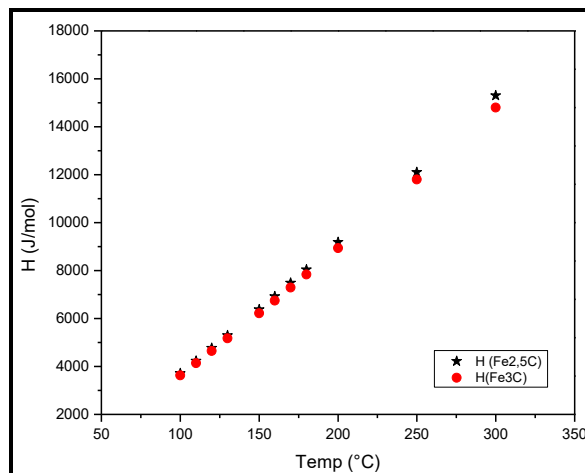


Fig. 11: Comparación de las entalpias de formación de los carburos de Fe en estudio

CONCLUSIONES

En base al estudio realizado se puede inferir que:

En los alambres estudiados, de estructura perlítica, tanto el material con comportamiento normal como anormal no relevan aspectos estructurales por microscopía óptica que justifiquen la diferencia de comportamiento. Presentan además la textura específica con fibra [110], habitual de los alambres trefilados, levemente más acentuada en el alambre A.

Los resultados obtenidos mediante SEM, permiten pensar que existe una mayor plasticidad en el alambre A, debido a que el fenómeno de rizado o *curling* se ha notado más acentuado y con indicios de globulización de la cementita. El alambre B manifiesta menor afinamiento y mayor fragmentación de las láminas de cementita, denotando mayor resistencia a la deformación.

Mediante las técnicas de análisis térmico diferencial combinando DTA y DSC, se verifica la presencia de un fenómeno de precipitación progresivo y de posible difusión de C hacia los defectos presentes en la ferrita, levemente más intenso en el alambre B que en el A corroborando un mayor envejecimiento dinámico que ocasionó el comportamiento de delaminación.

La integración de los resultados experimentales y de simulación mediante Fact Sage permitieron esclarecer los mecanismos que justifican las diferencias de los comportamientos entre los alambres y la combinación de alta resistencia y ductilidad en estos productos.

REFERENCIAS

1. Brandaleze, E., Tormo, J. & Cabanillas, M. (2012). Estudio del origen de la delaminación provocada durante el ensayo de torsión en alambres de acero de alto carbono. Tercer Congreso Argentino de Ingeniería Mecánica III CAIM 2012. Buenos Aires – Argentina.
2. Brown, L.M. (2012). Constant intermittent flow of dislocations: central problems in plasticity, *Materials Science and Technology*, 28(11), 1209-1232.
3. Farghalli, A.M. (2011). Micrograin Superplasticity: Characteristics and Utilization. *Materials*, 4, 1194-1223.
4. Gavriljuk, V.G. (2001). Comment on Effect of interlamellar spacing on cementita dissolution during wire drawing of pearlitic steel wires. *Scripta Materialia*, 45, 1469-1472.
5. Hu, J., Du, L.X., Sun, G.S., Xie, H. & Misra, R.D.K. (2015). Low Temperature superplasticity and thermal stability of a nanostructured low carbon microalloyed steel. *Scientific Reports*, 1- 7.
6. Ivanisenko, Y., Lojkowski, W., Valiev, R.Z. & Fecht, H.J. (2003). The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementita in a pearlitic steel during high pressure torsion. *Acta Materialia*, 53, 5555-5570.
7. Krauss, G. (2005). Steels: processing, structure and performance. Cap 15, pp. 281-295. 1ª ed. Ohio: ASM International.
8. Kumar, P., Gurao, N.P., Haldar, A. & Suwas, S. (2011). Progressive changes in the microstructure and texture in pearlitic steel during wire drawing. *ISIJ International*, 51, 679-684.

9. Min, N., Li, W., Li, H. & Jin, X. (2010). Atom probe and Mossebauer spectroscopy investigations of cementite dissolution in a cold drawn eutectoid steel. *Journal of Materials Science and Technology*, 26 (9), 776-782.
10. Nam, W.J., Bae, C.M., Oh, S.J. & Kwon, S. (2000). Effect of interlamellar spacing on cementita dissolution during wire drawing of pearlitic steel wires. *Scripta Materialia*, 42, 457-463.
11. Nematollahi, G.A, Pezold, J., Neugebauer, J. & Raabe, D. (2013). Thermodynamics of carbon solubility in ferrite and vacancy formation in cementita in strained pearlite. *Acta Materialia*, 61, 1773-1784.
12. Polyakova, M., Gulín A. & Constantinov D. (2013). Investigation of microstructure and mechanical properties of carbon steel wire after continuous method of deformation nanostructuring. *Applied Mechanics and Materials*, 436, 114-120.
13. Sha, W. & Guo, Z. (2009). *Maraging Steels, Modeling, Microstructure, Properties and Applications*. 1ª ed. UK: WoodHead Publishing in materials.
14. Shuai, X. & Wu C. (2012). Study on Deformation Behavior of Rolled Metal at Ultra High Rolling Speed in Wire Rod Mills. *Advanced Materials Research*, 581-582, 912-918.
15. Zelin, M. (2002). Microstructure evolution in pearlitic steels during wire drawing. *Acta Materialia*, 50, 4431-4447.

