Estudio dilatométrico de la descomposición anisotérmica de la perlita en un acero bajo en carbono (0,11C-0,50Mn)

C. García de Andrés^(*), F.G. Caballero^(*) y C. Capdevila^(*)

Resumen Por medio del análisis dilatométrico de alta resolución, se ha detectado la aparición de una contracción dilatométrica asociada con el proceso de disolución de la perlita, que únicamente aparece cuando la microestructura inicial presenta perlita con un espaciado interlaminar fino. Esta contracción dilatométrica desaparece cuando la estructura inicial presenta una perlita grosera o de mayor espaciado interlaminar, impidiendo así la selección de las temperaturas del intercrítico más apropiadas para la obtención de microestructuras dual de ferrita + martensita con las mejores propiedades mecánicas. En este trabajo se estudia la influencia de la morfología de la perlita inicial de un acero 0,11C-0,50Mn sobre la respuesta dilatométrica asociada al proceso de disolución de dicha fase en calentamiento continuo.

> Palabras clave: Transformación de fase. Disolución de la perlita. Calentamiento continuo. Espaciado interlaminar. Aceros bajos en carbono.

Dilatometric study of non-isothermal pearlite decomposition in 0.11C-0.50Mn low carbon steel

Abstract

A dilatometric contraction at the onset of the austenitization has been detected by means of highresolution dilatometric analysis. This anomaly was associated with the pearlite dissolution process. A significant effect of pearlite interlamellar spacing on the shape of the dilatometric anomaly has been found. A clear dilatometric anomaly can only be detected when a fine pearlite is present in the starting microstructure of the steel. The identification of the temperature at which pearlite dissolution finishes would make it possible to select the most suitable intercritical temperature to obtain ferrite + martensite dual phase microstructures with an optimum combination of mechanical properties. In the presente work, the influence of starting pearlite morphology on the dilatometric response associated with the pearlite dissolution process during continuous heating has been studied in 0.11C-0.50Mn low carbon steel.

Keywords: Phase transformation. Pearlite dissolution. Continuous heating. Interlamellar spacing. Low carbon steels.

1. INTRODUCCIÓN

Con el descubrimiento de los aceros duales (1-3), la austenización parcial a temperaturas en la región intercrítica adquiere un gran interés tecnológico y es ampliamente estudiada (4-7). Todos estos autores señalaron la importancia de la microestructura anterior al recocido intercritico en las propiedades mecánicas finales de dichos aceros. Speich *et* al. (5) describieron una primera etapa en el proceso de austenización intercrítica de aceros bajos en carbono y con una estructura inicial de ferrita + perlita. Señalaron que en dicha etapa tenía lugar la disolución de la perlita y el crecimiento de la austenita dentro de la perlita a una velocidad controlada por la difusión del carbono en la austenita, con una distancia de difusión aproximadamente igual al espaciado interlaminar de la perlita. Roósz *et al.* (8) estudiaron la influencia de dicho parámetro morfológico de la perlita en la formación isotérmica de la austenita en un acero eutectoide con una estructura inicial completamente perlítica. Sin embargo, existe

^(*) Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, CENIM (CSIC), Avda. de Gregorio del Amo 8, 28040-Madrid (España).

poca información acerca de la formación de austenita en aceros sometidos a calentamiento continuo. En este trabajo, se ha empleado la dilatometría de alta resolución con el fin de estudiar la influencia de la morfología de la perlita en el proceso de disolución de la misma en calentamiento continuo, en un acero bajo en carbono y con una estructura inicial formada por ferrita + perlita. Mediante esta técnica, en este acero ha sido posible diferenciar claramente la disolución de la perlita de la transformación $\alpha \rightarrow \gamma$ cuando aparece perlita fina en la estructura inicial. En ese caso, la caracterización dilatométrica permite determinar con exactitud la temperatura final de disolución de la perlita y, así, seleccionar la temperatura del intercrítico más adecuada para la obtención de una microestructura dual ferrita + martensita con las mejores propiedades mecánicas. Por el contrario, cuando la perlita en la microestructura inicial es una perlita grosera, la diferenciación de ambos procesos no es posible.

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La composición química del acero estudiado se muestra en la tabla I. Durante 15 min se calentaron a 1.250 °C lingotes semi-laminados de 36 mm de espesor, que posteriormente se laminaron en caliente hasta 6 mm de espesor en varios pasos y, finalmente, se enfriaron al aire hasta temperatura ambiente. A partir de este material, se mecanizó un grupo de probetas que fueron denominadas 'Totalmente Laminadas (TL)'. Un segundo grupo de muestras se mecanizaron directamente desde los lingotes semilaminados de 36 mm de espesor, y se denominaron 'Semi Laminadas (SL)'. Ambas microestructuras de laminado están formadas por un 84 % de ferrita y un 16 % de perlita (Fig. 1), aunque el espaciado interlaminar de la perlita en las muestras TL y SL es dife-

TABLA I.- Composición química (% en masa)

TABLE I.– Chemical composition (mass %)

С	Mn	Si	Cr	Ni
0,11	0,50	0,03	0,01	0,02

rente (Tabla II). Con el fin de obtener nuevas microestructuras con tres espaciados interlaminares diferentes de perlita, algunas muestras fueron calentadas a 1.000 °C durante 60 s y enfriadas a las velocidades de 0,05 °C/s, 0,1 °C/s y 0,5 °C/s (REC 1 \rightarrow 3). Los espaciados interlaminares de la perlita en las microestructuras resultantes de estos recocidos se indican en la también en la tabla II.

Las muestras fueron pulidas en la forma habitual para su observación metalográfica. Se emplearon dos tipos de ataques químicos: Nital 2 % para revelar por microscopía óptica la microestructura de ferrita + perlita, y Picral con algunas gotas de reactivo Vilella para revelar la morfología de la perlita mediante microscopía electrónica de barrido en un equipo Jeol JXA 840. La figura 2 muestra las micrografías electrónicas de barrido de las cinco morfologías diferentes de perlita consideradas en

TABLA II.– Espaciado interlaminar de la perlita en microestructuras de laminado y recocido

 TABLE II.- Interlamellar spacings of as rolled and as annealed microstructures

Muestra	Espaciado interlaminar (µm)		
TL	0,14±0,01		
SL	0,17±0,04		
REC1	0,18±0,03		
REC2	$0,25\pm0,05$		
REC3	$0,29\pm0,06$		



FIG. 1.— Microestructuras de laminado. Ataque con Nital 2%: *a*) TL y *b*) SL.*FIG. 1.*— *As-rolled microstructures. Etched in 2% Nital*): a) *TL* y b) *SL*.











FIG. 2.— Micrografías electrónicas de barrido de las cinco morfologías de perlita consideradas en este estudio (Tabla II): *a*) TL, *b*) SL, *c*) REC1, *d*) REC2 y *e*) REC3.

FIG. 2.— Scanning micrographs of the five different morphologies of pearlite considered in this study (Table II): a) TL, b) SL, c) REC1, d) REC2 and e) REC3.

este estudio (Tabla II). El espaciado interlaminar de la perlita fue determinado mediante un procedimiento de intersección descrito por Underwood (9).

Con objeto de realizar el análisis dilatométrico de las transformaciones de fase en calentamiento continuo, se ensayaron muestras dilatométricas cilíndricas de 2 mm de diámetro y 12 mm de longitud con las anteriores morfologías (Tabla II), a una velocidad de calentamiento constante de 0,05 °C/s, C. García de Andrés et al. / Estudio dilatométrico de la descomposición anisotérmica de la perlita en un acero ...

bajo vacío de 10⁻² mbar, en un dilatómetro de alta resolución Adamel Lhomargy DT1000.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La formación de austenita durante el calentamiento continuo tiene lugar entre las temperaturas $Ac_1 y Ac_3$, las cuales representan, respectivamente, la temperatura inicial y final de la transformación ferrita + perlita \rightarrow austenita. La variación relativa de longitud en función de la temperatura ($(\Delta L/L_{\circ}) =$ f(T), representada esquemáticamente en la curva dilatométrica de la figura 3, reproduce la respuesta dilatométrica generalmente asociada a la formación de austenita en calentamiento continuo. El proceso de disolución de la perlita y la transformación $\alpha \rightarrow \gamma$ no se detectan de forma diferenciada en la figura 3. Sin embargo, la curva dilatométrica experimental de calentamiento de la muestra TL (Fig. 4) muestra una contracción anómala al inicio de la austenización. Con el fin de averiguar si esta anomalía correspondía específicamente a la transformación perlita \rightarrow austenita, se calentaron diversas muestras dilatométricas hasta 10 °C antes y después de la temperatura del pico dilatométrico de la anomalía, e inmediatamente después se templaron a una velocidad aproximada de 500 °C/s.

Las figuras 5 y 6 muestran las microestructuras obtenidas en los ensayos de calentamiento, interrumpidos por temple, a las temperaturas mencionadas. A partir de la figura 5 podemos concluir que no ha tenido lugar transformación alguna, pues la microestructura producida después del temple desde una temperatura de 723 °C (10 °C inferior a la del pico) está formada por ferrita y perlita, y no



FIG. 3.— Esquema de la variación relativa de longitud en función de la temperatura durante calentamiento continuo.

FIG. 3.— Schematical variation of the relative change of length as a function of temperature during continuous heating.



FIG. 4.— Curva dilatométrica experimental de calentamiento de la muestra TL.

FIG. 4.— Experimental heating dilatometric curve for TL specimen.



FIG. 5.— Microestructura obtenida en el calentamiento interrumpido por temple a 10 °C por debajo de la temperatura $Ac_1 : a$) Micrografía electrónica de barrido y b) micrografía óptica.

FIG. 5.— Microstructures obtained in the interrupted heating tests at 10 °C below Ac₁: a) SEM micrograph and b) Optical micrograph.

246

aparecen trazas de martensita. Sin embargo, las áreas de martensita en la figura 6 demuestran que la disolución de la perlita está teniendo lugar durante el calentamiento a temperaturas superiores a la temperatura del pico, demostrándose así que la anomalía está claramente asociada al proceso de disolución de la perlita. La figura 7 muestra las curvas dilatométricas de calentamiento continuo de las muestras referidas en la tabla II. En esta figura se observa cómo la intensidad del pico de disolución de la perlita disminuye cuando el espaciado interlaminar aumenta, llegando a desaparecer totalmente para espaciados interlaminares mayores de 18 µm.

Cuando una transformación de fase en estado sólido tiene lugar en condiciones de calentamiento continuo, el cambio relativo de longitud registrado en la curva dilatométrica es el resultado de dos efectos, la expansión térmica propia del material y el cambio dimensional asociado con la transformación de fase. Por tanto, el cambio relativo de longitud vendría dado a partir de la siguiente expresión:



FIG. 6.— Microestructura obtenida en el calentamiento interrumpido por temple a 10 °C por encima de la temperatura Ac₁: *a*) Micrografía electrónica de barrido y *b*) micrografía óptica.

FIG. 6.— Microstructures obtained in the interrupted heating tests at 10 °C above Ac₁: a) SEM micrograph and b) Optical micrograph.



FIG. 7.— Curvas dilatométricas de calentamiento continuo de las muestras indicadas en la tabla II.

FIG. 7.— Continuous heating dilatometric curves of the specimens listed in table II.

$$\frac{\Delta L}{L_o} = \left(\frac{\Delta L_e}{L_o}\right)_{\substack{expansion\\termica}} + \left(\frac{\Delta L_f}{L_o}\right)_{\substack{transformación\\de fase}}$$
$$= \left(\alpha \cdot \Delta T\right)_{\substack{expansión\\termica}} + \left(\frac{\Delta L_f}{L_o}\right)_{\substack{transformación\\de fase}}$$
[1]

donde $(\Delta L/L_o)$ es la variación relativa total de longitud, $(\Delta L_e/L_o)$ es la variación relativa de longitud debida a la expansión térmica, $(\Delta L_f/L_o)$ es la variación relativa de longitud debida a la transformación de fase, α es el coeficiente lineal de expansión térmica del material, y *T* es la temperatura en grados centígrados.

El término de la expansión térmica en la ecuación [1] siempre será positivo en condiciones de calentamiento continuo. Por otro lado, el cambio relativo de longitud debido a la transformación perlita (austenita a una temperatura dada se calcula a partir de la siguiente expresión (10 y 11):

$$\frac{\Delta L_f}{L_o} = \frac{1}{3} \left[\frac{2a_\alpha^3 \left(V_\alpha^{'} - V_\alpha \right) + \frac{a_\theta^3}{3} \left(V_\theta^{'} - V_\theta \right) + a_\gamma^3 \left(V_\gamma^{'} - V_\gamma \right)}{2a_\alpha^3 V_\alpha + \frac{a_\theta^3}{3} V_\theta + a_\gamma^3 V_\gamma} \right]$$
[2]

donde $a^3_{\alpha\gamma\theta}$ es el volumen de la celda unidad de la ferrita, austenita y cementita, respectivamente, a la temperatura de reacción; $V_{\alpha\gamma\theta}$ es la fracción de volumen de ferrita, austenita y cementita, respectivamente, antes de la transformación y $V_{\alpha\gamma\theta}$ es la

fracción de volumen de ferrita, austenita y cementita, respectivamente, después de la transformación.

Teniendo en consideración los valores de los volúmenes de las celdas unidad (10-13), podemos concluir que la variación relativa de longitud asociada a la transformación perlita \rightarrow austenita durante el calentamiento desde la temperatura *T* a la temperatura *T* + ΔT es siempre negativa. Como consecuencia de todo lo anterior, la función ($\Delta L/L_o$) = f(*T*) muestra un comportamiento lineal de pendiente constante y positiva para temperaturas anteriores a la disolución de la perlita. Cuando la transformación perlita \rightarrow austenita comienza, se observa una variación inmediata en la pendiente de la curva y, a medida que la transformación progresa, dicha pendiente puede llegar a ser negativa.

Estudios teóricos (14-16) en relación con la cinética de crecimiento de la austenita en la perlita concluyen que el proceso de disolución de la misma es controlado por la difusión de carbono en la fase en crecimiento, y consideran que la distancia efectiva de difusión es aproximadamente igual al espaciado interlaminar de la perlita. Hillert *et al.* (15) estudiaron la formación isotérmica de la austenita en una microestructura ferrita-perlita, y propusieron una expresión para la velocidad de crecimiento de la austenita de la forma siguiente:

$$\dot{G} \propto \frac{1}{S}$$
 [3]

donde S es el espaciado interlaminar de la perlita. Según esta expresión, la velocidad de crecimiento de la austenita en la perlita decrece cuando el espaciado interlaminar aumenta. De esta forma, la perlita con un espaciado interlaminar fino se transforma más rápidamente a austenita y su disolución tiene lugar en un pequeño rango de temperaturas. En términos de la ec.[1], $(\Delta L_f/L_o)$ aumenta rápidamente y un pico de contracción aparece en la curva de variación relativa de longitud. Esta anomalía dilatométrica permite identificar así, con precisión, la transformación perlita \rightarrow austenita. Por tanto, si se obtiene mediante un tratamiento de recocido apropiado una morfología de perlita suficientemente fina, sería posible la determinación exacta de la temperatura final de disolución de la perlita, y el conocimiento de la temperatura intercrítica más adecuada para la obtención de una microestructura dual de ferrita + martensita con las mejores propiedades mecánicas.

3. CONCLUSIONES

248

 En un acero bajo en carbono con una microestructura inicial de ferrita + perlita, se ha detectado una anomalía dilatométrica al inicio de la austenización cuando la perlita inicial presenta un espaciado interlaminar fino. Ensayos de calentamiento interrumpidos mediante temple permitieron demostrar que esta anomalía está asociada con el proceso de disolución de la perlita. Así pues, debido al amplio rango bifásico $\alpha + \gamma$ que presentan los aceros bajos en carbono, es posible diferenciar experimentalmente el proceso de disolución de la perlita y la transformación $\alpha \rightarrow \gamma$ durante el calentamiento continuo de estos aceros.

- En este trabajo se ha detectado una fuerte influencia del espaciado interlaminar en la forma de la propia anomalía dilatométrica. Este efecto está relacionado directamente con la influencia de dicho parámetro morfológico sobre la velocidad de crecimiento de la austenita en la perlita. La anomalía dilatométrica asociada a la transformación perlita → austenita desaparece cuando la microestructura inicial presenta una perlita grosera o de mayor espaciado interlaminar.
- La diferenciación entre el proceso de disolución de la perlita y la transformación $\alpha \rightarrow \gamma$ permite determinar con exactitud las temperaturas de disolución de la perlita en este acero. La identificación exacta de la temperatura final de la disolución de la perlita permitiría seleccionar la temperatura del intercrítico más adecuada para la obtención de una microestructura dual de ferrita + martensita con las mejores propiedades mecánicas.

REFERENCIAS

- (1) KRAUSS, G. Steels: Heat Treatment and Processing Principles. ASM International, Ohio, 1989: 274.
- (2) GUSTAVSSON, A., MCDOWELL, D.L., MELANDER, A. Y LARSSON, M. Inst. Metallforsk. Forsk. Rapp. 88, 1994: 3145.
- (3) GADGEEL, V.L. Tool Alloy Steels. 28, 1994: 17.
- (4) GARCIA, C.I. y DEARDO, A.J. Metal. Trans. A, 12A, 1981: 274.
- (5) SPEICH, G.R., DEMAREST, V.A. y MILLER, R.L. Metal. Trans. A, 12A, 1981: 1.419.
- (6) SOUZA, M.M., GUIMARAES, J.R.C. Y CHAWLA, K.K. *Metall. Trans. A*, 13A, 1982: 575.
- (7) XUE-LING CAI, GARRAT-REED, A.J. y OWEN, W.S. *Metall. Trans. A*, 16A, 1985: 543.
- (8) ROOSZ, A., GACSI, Z. y FUCHS, E.G. Acta Metall., 31, 1983: 509.
- (9) UNDERWOOD, E.E. Quantitative Stereology, Addison-Wesley, Reading (MASS., EE.UU.) 1970: 409.
- (10) BHADESHIA, H.K.D.H. Metal Sci., 16, 1982: 159.
- (11) TAKAHASHI, M. PhD Thesis, University of Cambridge (R.U.), 1992.
- (12) RIDLEY, N., STUART, H. y ZWEL, L. *TMS-AIME*, 245, 1962: 1.834.
- (13) DYSON, J. y HOLMES, B. J. Iron Steel Inst., May, 1970: 469.
- (14) JUDD, J.J. y PAXTON, H.W. *TMS-AIME*, 242, 1968: 206.
- (15) HILLERT, M., NILSSON, K. y TÖRNDAHL, L.E. J. Iron Steel Inst., 209, 1971: 49.
- (16) AKBAY, T., REED, R.C., ATKINSON, C. Y ENOMOTO, M. Proc. Inter. Conf. on Computer Assisted Material Design and Process Simulation (COMMP'93), ISIJ, 1983: 236.