AUSTEMPERING EN DOS ETAPAS EN ACEROS BAINÍTICOS COLADOS DE ALTO SILICIO

Proyecto final para optar al grado de Ingeniera en Materiales

Departamento de Ingeniería en Materiales

Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata

Mar del plata, junio de 2026

Autor: Carolina Fernández Nucci

Director: Dr. Ing. Diego Omar Fernandino

Codirector: Dr. Ing. Alejandro Daniel Basso

Austempering en dos etapas en aceros colados de alto silicio.

Autor: Carolina Fernández Nucci
Director: Dr. Ing. Diego Omar Fernandino
Codirector: Dr. Ing. Alejandro Daniel Basso
Mail de contacto: carolinafernandeznucci@gmail.com

Agradecimientos

En primer lugar, quiero expresar mis agradecimientos al Dr. Ing. Alejandro Basso y al Dr. Ing. Diego Fernandino por supervisarme y guiarme durante en el desarrollo del trabajo. Agradezco su constante apoyo, sus aportes científicos y su tiempo dedicado.

Agradezco al Área de Metalurgia de INTEMA, por permitirme utilizar sus instalaciones y brindarme las herramientas necesarias para este trabajo.

También agradezco a mi familia y amigos por sus palabras de apoyo y su compañía.

Finalmente, agradezco a mi pareja, Ignacio, quien fue mi motor y sostén todos estos años.

Índice

Resumen 5

1. Introducción 6

2. Revisión bibliográfica 8

2.1 Aceros 8

2.1.1 El diagrama Fe-C metaestable 8

2.1.2 Transformaciones de fase reconstructivas 10

2.2 Bainita 12

2.2.1 Tratamiento térmico de austempering 12

2.2.2 Morfología de la bainita 13

2.2.3 Fenómeno de reacción incompleta 15

2.2.4 Cinética de transformación 16

2.2.5 Influencia de aleantes 18

2.2.6 Revenido en aceros bainíticos 20

2.2.7 Mecanismos de endurecimiento presentes en la bainita 23

2.3 Aceros bainíticos libres de carburos 24

2.3.1 Mecanismo de inhibición de carburos por Silicio 24

2.3.2 Constituyentes de los aceros bainíticos libres de carburos 25

2.3.3 Estabilidad mecánica de la austenita retenida y efecto TRIP 26

2.3.4 Propiedades mecánicas de aceros bainíticos libres de carburos 27

2.4 Aceros bainíticos libres de carburos colados 28

2.4.1 Microsegregación en aceros colados 28

2.4.2 Propiedades mecánicas de aceros bainíticos libres de carburos colados 31

2.5 Austempering en dos etapas 31

3. Objetivos 33

4. Metodología experimental 34

4.1 Selección de composición química 34

4.2 Material de partida 35

4.3 Seccionamiento de los bloques U....35
4.4 Dilatometría....36
4.5 Tratamiento térmico....36
4.6 Preparación metalográfica y reporte fotográfico....38
4.7 Determinación de la austenita retenida....39
4.8 Dureza....39
4.9 Microscopía electrónica de barrido (SEM)....39
5. Resultados y discusión....40
5.1 Austempering en una etapa....40
5.1.1 Estudio del avance de la transformación a 330°C mediante ensayos de dilatometría....40
5.1.2 Microestructura resultante....41
5.1.3 Conclusiones parciales....44
5.2 Austempering en dos etapas....45
5.2.1 Introducción de una segunda etapa de austempering....45
5.2.2 Microestructuras resultantes....46
5.2.3 Influencia de la microsegregación: diferencias entre zonas LTF y FTF....50
5.2.4 Formación de carburos....52
5.2.5 Evolución microestructural en función del tiempo de la segunda etapa de austempering....56
5.2.6 Dureza....58
5.2.7 Conclusiones parciales....60
6. Conclusiones generales y trabajo futuro....62
6.1 Conclusiones generales....62
6.2 Trabajo futuro....62
7. Referencias....64

Resumen

Austempering en dos etapas en aceros bainíticos colados de alto silicio

Los aceros bainíticos libres de carburos presentan excelentes combinaciones de resistencia y tenacidad. Sin embargo, su aplicación en piezas coladas se ve limitada por la microsegregación química inherente al proceso, la cual genera una distribución microestructural heterogénea y promueve la retención de una significativa cantidad de austenita. Con el objetivo de resolver este problema, este proyecto evalúa el tratamiento de austempering en dos etapas sobre un acero de alto silicio (aprox. 2% en peso). La metodología consistió en aplicar una primera etapa de austempering a 330 °C por 90 minutos, garantizando el estado de reacción incompleta, seguida de una segunda etapa a 230 °C, con tiempos de mantenimiento de hasta 48 horas. Mediante microscopía óptica, SEM, DRX y medición de dureza Rockwell C, se observó que la adición de silicio logró inhibir la precipitación de carburos durante la primera etapa, evidenciándose la formación progresiva de carburos en los tratamientos prolongados. La segunda etapa de austempering reactivó la transformación selectivamente en las zonas segregadas (LTF), consumiendo la austenita retenida del tipo blocky para formar ferrita bainítica secundaria más fina. Se estima que la reacción bainítica alcanzó su máximo grado de avance a las 8 horas de tratamiento. Posteriormente, el fenómeno de auto-revenido promovió la difusión del carbono desde la ferrita bainítica hacia la austenita residual, alcanzándose un pico máximo de dureza a las 24 horas, originado por el balance entre el refinamiento microestructural, la precipitación secundaria y el enriquecimiento austenítico. Finalmente, se concluye que un tiempo de segunda etapa de 24 horas optimiza la dureza del material, mientras que la extensión del ciclo a 32 y 48 horas provoca su sobreenvejecimiento. Esta degradación genera una severa caída de la macrodureza, la cual se atribuye a la recuperación térmica de la ferrita bainítica, el agotamiento del carbono en solución y la coalescencia de los carburos precipitados.

Palabras clave: Aceros colados, austempering en dos etapas, bainita libre de carburos

1. Introducción

La optimización de las propiedades mecánicas en aceros de alta resistencia depende directamente del control de las transformaciones de fase durante el tratamiento térmico. Dentro de las distintas alternativas microestructurales, la transformación bainítica permite obtener una combinación superior de resistencia y tenacidad en comparación con las estructuras martensíticas convencionales. Sin embargo, el comportamiento en servicio final de estos aceros está condicionado por la morfología y distribución de los microconstituyentes, particularmente en lo que respecta a la formación de fases frágiles, como los carburos. En este contexto, el desarrollo de aceros bainíticos libres de carburos representa una evolución orientada a eliminar los puntos de inicio de daño asociados a la precipitación de carburos, principalmente cementita. Algunos autores (Tenaglia (2019), Bhadeshia y Edmonds (1983), Caballero y Bhadeshia (2004)), han determinado que el incremento en el contenido de silicio o aluminio (>1 wt%) retardan la precipitación de carburos, pudiendo incluso inhibirla en determinados ciclos térmicos; promoviendo el enriquecimiento de carbono en la austenita retenida de la microestructura final.

Hase et al. (2006) estudió el comportamiento de un acero laminado de 0,79 wt% de carbono, con silicio y aluminio (>1wt%) ante un ciclo térmico consistente de un austenizado, seguido por un primer austempering a 350°C y luego un segundo austempering a 250°C, y lo comparó con el mismo acero tratado en una sola etapa de austempering a 350°C. El tiempo para cada etapa fue suficiente como para que la trasformación cese. Como resultado se observó una reducción en la cantidad de austenita blocky presente. Un hallazgo importante se realizó en las zonas que correspondían a austenita blocky al final del primer austempering. Estas resultaron reemplazadas por una ferrita bainítica más fina que la que precipitó en primera instancia, dando como resultado una distribución bimodal de tamaños de plumas de ferrita bainítica. Se registro un aumento en la resistencia y ductilidad en las muestras sometidas a dos etapas de austempering. También se obtuvieron las mejores combinaciones de resistencia y tenacidad para las muestras tratadas en dos etapas, las cuales poseen una austenita blocky más estabilizada que las muestras tratadas solo en una etapa.

Dados los resultados satisfactorios arrojados por Hase et. Al (2006) en aceros bainíticos libres de carburos laminados, resulta interesante estudiar un ciclo térmico similar para el caso de aceros colados. Estos son más económicos que los laminados, y a su vez permiten conseguir piezas con geometrías más complejas. Sin embargo, la heterogeneidad química resultante de la microsegregación en piezas coladas complejiza el análisis, por lo que

diferentes zonas podrían tener diferentes avances de transformación y, en consecuencia, una heterogeneidad microestructural más elevada en comparación con los aceros laminados de igual composición. Entonces se puede pensar que un doble austempering en estos aceros podría reducir las grandes regiones de austenita blocky y así homogeneizar la microestructura, conduciendo a una mejoría en las propiedades mecánicas.

Un ejemplo de un ciclo térmico de austempering en dos etapas en un material colado se llevó a cabo en fundiciones nodulares austemperizadas - ADI - (del inglés Austempered Ductil Iron). Estos, resultan interesantes por su bajo costo de procesamiento y su excelente combinación de tenacidad y resistencia. Las ADI poseen una microestructura similar a la bainíta libre de carburos en los mencionados aceros. Francucci et al. (2007) analizaron el uso de un ciclo térmico dado por un austempering en una etapa contra uno de dos etapas, a distintas temperaturas. Observaron que las muestras austemperadas en 2 etapas presentaron un mayor avance de la reacción ausferrítica (término usualmente utilizado en el campo de las fundiciones de hierro para hacer referencia a la mezcla de ferrita bainítica y austenita retenida), particularmente en las regiones microsegregadas correspondientes a las últimas zonas en solidificar (LTF). Estos cambios microestructurales se vieron reflejados en las propiedades mecánicas, como un aumento en la tensión de fluencia, y en la dureza, así como también una disminución en la elongación a la rotura. En cuanto a la tenacidad, se vio, en primer lugar, que esta aumenta a medida que aumenta la temperatura de austempering, como es esperado. Por otro lado, se obtuvieron mayores valores de tenacidad en las muestras sometidas a dos etapas de austempering que en las que solo se las trato en una etapa. Esto va en contra de lo esperado teniendo en cuenta el aumento en la resistencia y en la dureza, ya que la típica respuesta en aceros y fundiciones muestran una reducción en la tenacidad cuando estas propiedades aumentan.

En este contexto, el presente trabajo tiene como objetivo general la exploración de un método de procesamiento económico y versátil que permita obtener piezas de acero colado con una combinación óptima de propiedades mecánicas. Particularmente, se analizarán microestructuras obtenidas a partir de tratamientos térmicos de austempering de dos etapas, modificando el tiempo de tratamiento durante el segundo austempering. El análisis se realizará sobre un acero colado de alto silicio y composición química definida. Se analizará la microestructura y la dureza obtenida para las distintas variables microestructurales de cada caso, con el objetivo de encontrar condiciones de tratamiento térmico que lleven a una mejora en las propiedades mecánicas del acero, respecto de las que se reportan para un tratamiento en una etapa.

2. Revisión bibliográfica

2.1 Aceros

El acero, aleación hierro - carbono con concentraciones de carbono menores al 2,1% en peso (wt%), es el material estructural líder en la industria. Su importancia tecnológica radica en la versatilidad de sus propiedades mecánicas y microestructuras, las cuales pueden modificarse con precisión mediante diferentes tratamientos térmicos y métodos de procesamiento.

2.1.1 El diagrama Fe-C metaestable

A continuación, se analizará el diagrama de equilibrio Fe-C metaestable, figura 2.1, debido a que tiene mayor relevancia en el comportamiento de los aceros que el diagrama estable. En este, el equilibrio ocurre entre soluciones sólidas de carbono en hierro. Dependiendo de la variable alotrópica del hierro, podemos tener carbono en hierro delta (llamada ferrita delta, δ), carbono en hierro gama (llamada austenita, γ) y carbono en hierro alfa (llamada ferrita alfa, α). En el equilibrio también esta presenta la fase Fe_3C, denominada cementita.

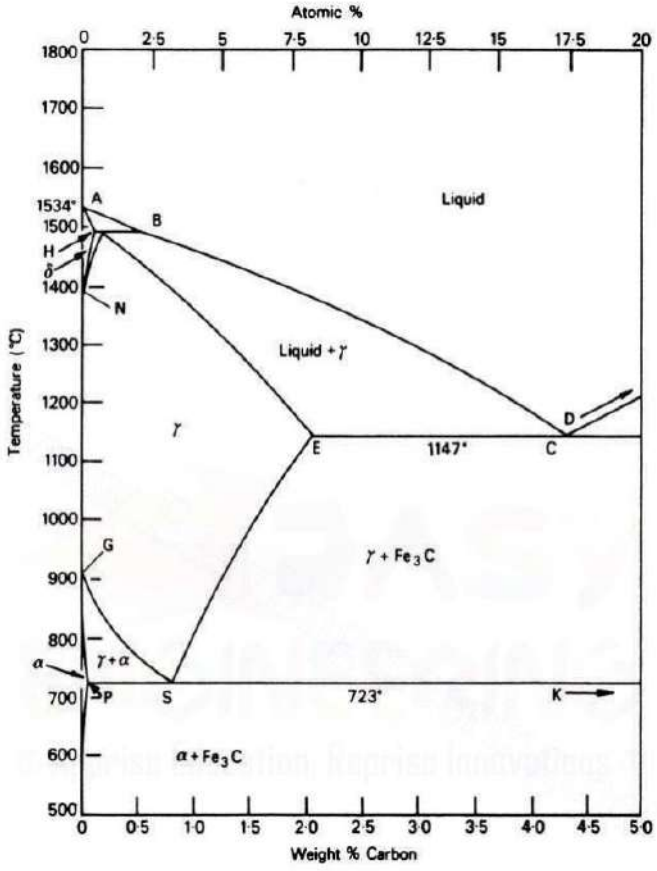


Figura 2.1 Diagrama de equilibrio metaestable Fe-C (Bhadeshia, 2006).

A la temperatura A_1, 723 °C, ocurre la reacción eutectoide, donde la austenita se transforma en perlita. El punto S corresponde al punto eutectoide, 723 °C y 0,8 %wt de C, donde solo ocurre la transformación de austenita a perlita. La temperatura A_3 corresponde a aquella donde la austenita se transforma en α-ferrita, esta disminuye a medida que aumenta la concentración de C en la aleación. A la temperatura A_{cm} la austenita transforma a cementita y está temperatura de transformación aumenta con la adición de C.

Si a los aceros se los someten a distintos tratamientos térmicos, se pueden obtener distintas variantes microestructurales que le confieren distintas propiedades mecánicas, según tipo y cantidades de fases presentes en su microestructura. Una de las razones por la cual hay una gran variedad de microestructuras en los aceros, es porque la transformación de la austenita puede ocurrir de distintas formas según cómo se mueven los átomos para alcanzar la nueva estructura cristalina. Es así como se pueden distinguir dos mecanismos de transformación. Es reconstructiva si se da por la ruptura de enlaces y el reordenamiento de los átomos en un nuevo patrón. En esta hay difusión de todos los átomos durante la nucleación y el crecimiento, es por esto que se ve favorecida cuando en el material hay una alta movilidad atómica. En cambio, la transformación es desplazativa si se da por una deformación homogénea de la estructura original, que involucra un movimiento coordinado de los átomos. Estas últimas se dan a menores temperaturas donde hay baja movilidad atómica y no hay difusión del Fe ni de átomos sustitucionales. En la tabla 2.1 se muestran las fases resultantes de la descomposición de la austenita clasificadas por el tipo de transformación por la que se forman.

Tabla 2.1. Clasificación de fases según su mecanismo de transformación.

Reconstructivas	**Desplazativas**
Ferrita alotriomórfica	Ferrita Widmansätten
Ferrita idiomórfica	Ferrita acicular
Ferrita masiva	Bainita
Perlita	Martensita

2.1.2 Transformaciones de fase reconstructivas

En la figura 2.2 se muestran algunas de las microestructuras resultantes más comunes de aceros, obtenidas por transformación de la austenita mediante mecanismo reconstructivo, y ante un enfriamiento continuo.

En la figura 2.2.A se puede observar la transformación de un acero eutectoide (0,8 wt% C), en el que se parte de la fase madre (austenita) y en el punto eutectiode se comienzan a formar láminas de fases ferrita y cementita, dando lugar al microconstituyente denominado perlita.

En la figura 2.2.B se ilustra la transformación de aceros hipoeutectoides que son aquellos con contenido de carbono inferior al eutectoide (entre 0,022 y 0,77 % C). A la temperatura A_3 se empiezan a formar granos de ferrita a partir de la austenita hasta alcanzar la temperatura A_1, donde la austenita residual se transforma en perlita.

Finalmente, en la figura 2.2.C se ve la formación de aceros hipereutectoides que poseen composición comprendida entre 0,77 y 2,11 %wt C. En estos se forma cementita a partir de la austenita a la temperatura Acm. Por lo tanto, al final se obtiene perlita y cementita proeutectoide.

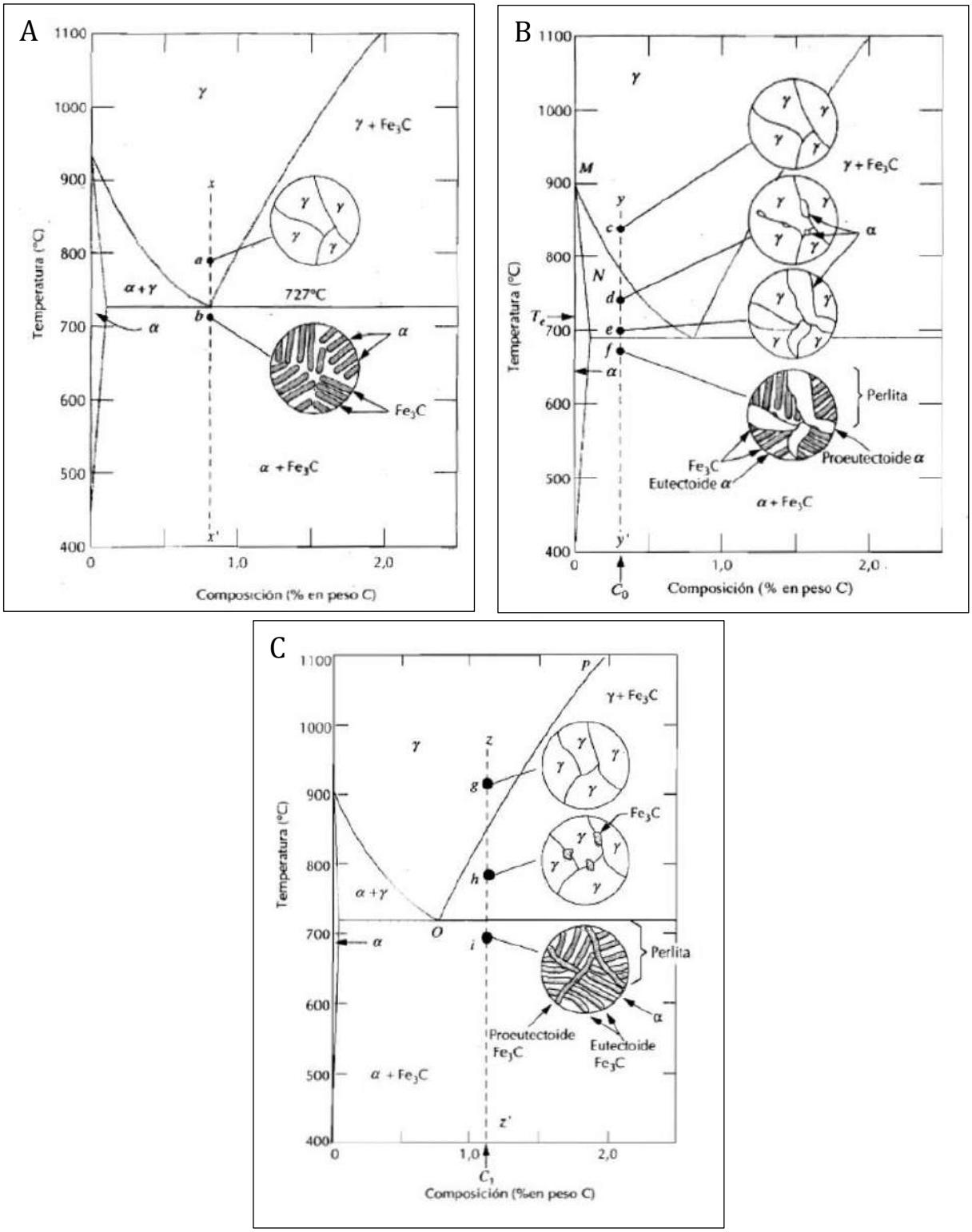


Figura 2.2. Microestructuras resultantes de un enfriamiento continuo. A- Acero eutectoide. B- Acero hipoeutectoide. C- Acero hipereutectoide

2.2 Bainita

2.2.1 Tratamiento térmico de austempering

El tratamiento térmico de austempering es el proceso por el cual se obtiene la bainita, este se ve reflejado en la figura 2.3. Comienza con un austenizado completo del acero que es seguido de un enfriamiento tal que ninguna transformación de alta temperatura tenga lugar, hasta la temperatura isotérmica de transformación banítica, T_{BI}. Una vez alcanzada esta temperatura, se desarrolla la transformación bainítica en un tiempo determinado (t_{BI}). La T_{BI} es de gran importancia en este tratamiento ya que determinara la morfología de la bainita resultante, la cinética de la transformación y, consecuentemente, las propiedades mecánicas del acero. El rango de temperaturas de austempering está delimitado por las temperaturas Bs (temperatura de inicio de la transformación bainítica) y Ms (temperatura de inicio de la transformación martensítica). Tratamientos térmicos por encima de Bs conducirían a microestructuras con fases de alta temperatura (ferrita, perlita), mientras que tratamientos térmicos por debajo de Ms llevarían a la formación de una microestructura mixta compuesta por una fracción de martensita y bainita. Ambas temperaturas dependen exclusivamente de la composición química del acero, especialmente de su contenido de carbono y, por lo tanto, el rango de temperaturas en el cual se puede realizar el austempering varía según el acero a tratar. Por lo general, la temperatura de austempering se sitúa entre los 200 y 500 °C (Tenaglia, 2019).

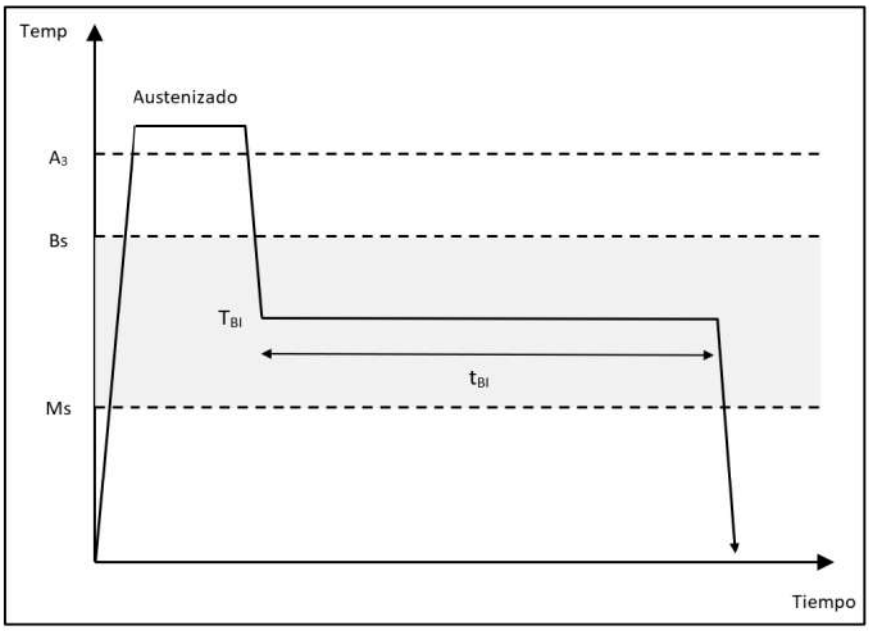


Figura 2.3. Ciclo térmico para el tratamiento de austempering (Tenaglia, 2019).

Cabe aclarar que también es posible obtener microestructuras bainíticas mediante enfriamiento continuo (Caballero, 2009). Sin embargo, este tipo de tratamiento térmico no será tenido en cuenta durante el desarrollo del presente trabajo.

2.2.2 Morfología de la bainita

De acuerdo con lo que explican Bhadeshia & Honeycombe (2006), la bainita superior se forma en un rango de temperaturas aproximado entre 550 y 400 °C, mientras que la inferior se forma entre los 400 y 250°C.

La microestructura de la bainita superior consiste en finas placas de ferrita, cada una de aproximadamente 0,2 μm de espesor y 10μm de largo. Estas placas crecen en agregados llamados plumas. En cada pluma, las placas son paralelas y con la misma orientación cristalográfica. Las placas individuales dentro de las plumas son usualmente llamadas sub-unidades de bainita. Estas están separadas por partículas de cementitas sin ninguna orientación cristalográfica en particular, y por pequeñas cantidades de austenita retenida residual.

La bainita superior evoluciona en distintas etapas, empezando con la nucleación de las placas de ferrita en los bordes de grano de la austenita. El crecimiento de cada placa induce tensiones en las regiones sin transformar que generan una deformación plástica de la austenita adyacente. El aumento local de dislocaciones aumenta la tensión de fluencia de la austenita. Esto bloquea el movimiento posterior de la interfaz ferrita-austenita (α/γ). Esta deformación plástica localizada detiene, por lo tanto, el crecimiento de las placas de ferrita, de modo que cada subunidad solo alcanza un tamaño limitado, menor que el de un grano de austenita.

Anteriormente se destacó que la bainita superior se forma en dos etapas distintas: la primera implica la formación de ferrita bainítica, la cual tiene una solubilidad muy baja para el carbono (<0,02 % en peso). Por lo tanto, el crecimiento de esta enriquece la austenita restante con carbono. Finalmente, la cementita u otros tipos de carburos precipitan a partir de las capas residuales de austenita entre las subunidades de ferrita.

La microestructura de la bainita inferior y características cristalográficas son similares a la bainita superior. La principal diferencia es que la ferrita bainítica es más fina y las partículas de cementita también precipitan dentro de las subunidades de ferrita bainítica. Hay entonces dos tipos de precipitados de cementita: los que crecen desde la austenita enriquecida en carbono que separan las placas de ferrita bainítica, y otros que precipitan desde la ferrita bainítica supersaturada en carbono. Los carburos no son necesariamente cementita. Dependiendo de la composición química del acero y la temperatura de transformación, otros carburos de transición

pueden precipitar. Los carburos en la bainita inferior son extremadamente finos, solo de unos nanómetros de espesor y aproximadamente 500 nm de largo. Como estos precipitan dentro de la ferrita, una menor cantidad de carbono es particionado en la austenita residual. Esto significa que menos y más finas partículas de cementita precipitaran entre las placas de ferrita, comparado con la bainita superior. En la figura 2.4 se puede ver una ilustración de la morfología de ambos tipos de bainita. Una consecuencia importante es que la bainita inferior posee una tenacidad significativamente superior a la bainita superior a pesar de que suele ser también más resistente. Las partículas gruesas de cementita presentes en la bainita superior tienden a nuclear grietas y huecos (Bhadeshia & Honeycombe, 2006). Por otro lado, la bainita inferior tiene una microestructura más refinada, lo que lleva a una mayor resistencia del acero.

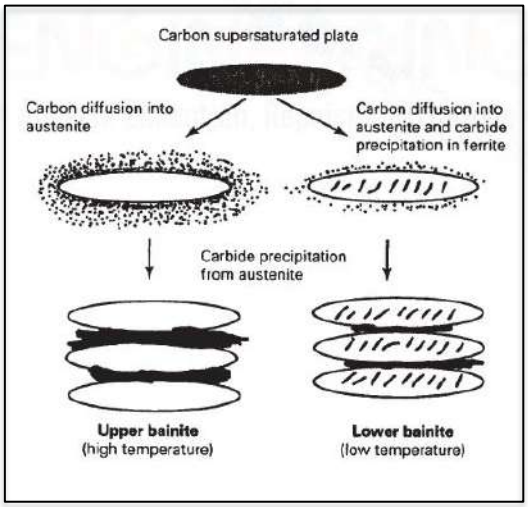


Figura 2.4. Representación esquemática de la morfología de la bainita superior e inferior (Bhadeshia & Honeycombe, 2006).

Como se mencionó previamente, entre las subunidades de ferrita bainítica, se encuentran presentes films de austenita. Según García-Mateo y Caballero (2005), estos films de austenita alcanzan niveles de carbono muy superiores al promedio debido a la corta distancia de difusión desde la ferrita bainítica, aumentando la tenacidad del material y permaneciendo estables mecánicamente. Por otro lado, pueden existir regiones de austenita de mayor tamaño, denominada austenita blocky, que se presenta como grandes regiones aisladas entre las plumas de bainita. Bhadeshia (2015) señala que estas zonas son perjudiciales para las propiedades mecánicas. La presencia de estos bloques en la microestructura, pueden convertirse en zonas metaestables susceptibles de transformar a martensita frágil bajo carga o tensiones (efecto TRIP inducido por deformación) o incluso térmicamente, lo que podría disminuir la tenacidad del material.

2.2.3 Fenómeno de reacción incompleta

La transformación bainítica se distingue por un comportamiento termodinámico singular denominado fenómeno de reacción incompleta. A medida que progresa el crecimiento de las placas de ferrita, el carbono es particionado hacia la austenita circundante, lo que genera un enriquecimiento progresivo de la fase matriz. Este incremento en la concentración de carbono disminuye la fuerza impulsora para la nucleación de nuevas subunidades, provocando el cese de la transformación en el momento en que la variación de energía libre entre la austenita enriquecida y la ferrita se hace nula ($\Delta G_{\gamma\rightarrow\alpha}=0$).

En la figura 2.5 se ilustran las curvas de energía libre de Gibbs para ambas fases, donde se aprecia que para cada temperatura de transformación existe una cantidad de carbono específica en la que las energías libres se igualan. La representación de estos puntos en función de la temperatura y la composición define la denominada línea T_0. No obstante, debido a la deformación plástica asociada al carácter desplazativo de la reacción bainítica (estimada en unos 400 J/mol), la curva de energía libre de la ferrita se desplaza, estableciendo una nueva condición límite conocida como línea T_0'. Como consecuencia, la reacción no alcanza su composición de equilibrio teórico dada por la línea Ae3, sino que se detiene prematuramente al alcanzar la composición definida por la línea T_0', resultando en una transformación incompleta.

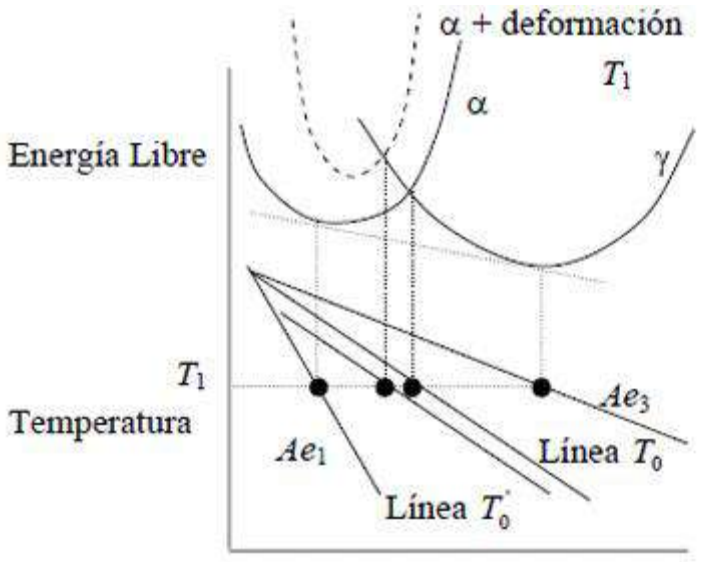


Figura 2.5. Curvas de energía libre de Gibbs para las fases ferrita y austenita, en función del contenido de carbono en la austenita residual y de la temperatura.

Esta estabilización termodinámica de la austenita a una temperatura dada es una característica fundamental para el desarrollo del presente trabajo. La detención de la

transformación durante la primera etapa de austempering, realizada a una temperatura más elevada, permite que un posterior enfriamiento hacia una segunda temperatura de austempering menor incremente nuevamente la fuerza impulsora disponible, reactivando así la transformación bainítica. Esto facilita el avance de una nueva etapa de formación de ferrita bainítica más fina a partir de la austenita residual, optimizando el refinamiento de la microestructura final (Tenaglia, 2019).

2.2.4 Cinética de transformación

La velocidad de la reacción bainítica debe considerarse en función de varios eventos distintos (Figura 2.6). Una subunidad nuclea en el límite de grano de la austenita y se alarga a una velocidad determinada antes de que su crecimiento se vea frenado por la deformación plástica dentro de la austenita. Nuevas subunidades nuclean en su extremo, y la estructura se desarrolla a medida que este proceso continúa. Por lo tanto, la velocidad de alargamiento total de las plumas es menor que la de una subunidad individual, debido a que existe un intervalo entre la formación de subunidades sucesivas. La fracción volumétrica de bainita depende de la cantidad total de plumas que crecen desde diferentes regiones de la muestra. Los eventos de precipitación de carburos también influyen en la cinética, principalmente al eliminar carbono de la austenita residual o de la ferrita sobresaturada. Se sabe poco sobre la nucleación de la bainita, excepto que la energía de activación para la nucleación es directamente proporcional a la fuerza impulsora de la transformación (Bhadeshia & Honeycombe, 2006).

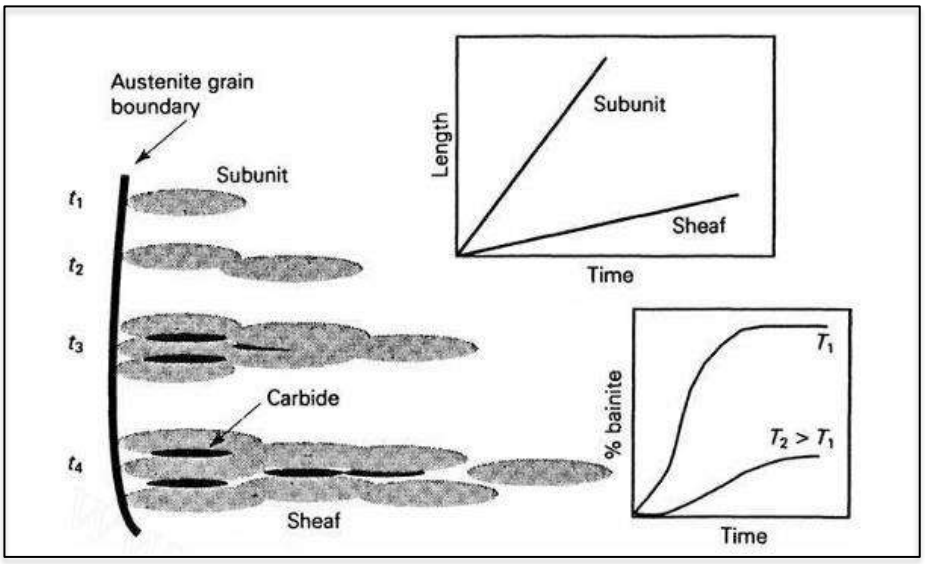


Figura 2.6. Ilustración esquemática de la evolución de la ferrita bainítica durante la transformación bainítica.

La reacción bainítica presenta varias de las características reconocidas de un proceso de nucleación y crecimiento. Se produce de forma isotérmica, comenzando con un período de incubación durante el cual no se detecta ninguna transformación, seguido de una velocidad de transformación que aumenta hasta alcanzar un máximo y, posteriormente, disminuye gradualmente. Estas características se ilustran en los resultados dilatométricos de la figura 2.7, para tres temperaturas de transformación en el rango bainítico para un acero Fe–1Cr–0,4C wt%, la extensión de la transformación aumenta al disminuir la temperatura. En este acero, a 510 °C la reacción se detiene después de aproximadamente 1 hora, y la austenita restante es estable a esta temperatura durante un largo tiempo.

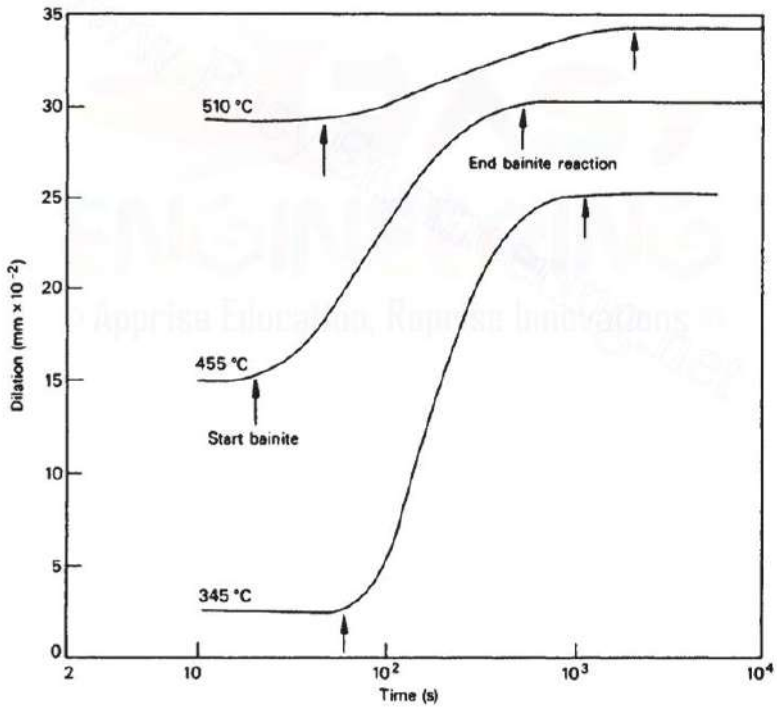


Figura 2.7. Reacciones isotérmicas para transformaciones bainíticas en aceros de Fe-1.0Cr-0.4C wt% (Bhadeshia & Honeycombe, 2006).

2.2.4.1 Seguimiento de la cinética de transformación

La dilatometría es una de las técnicas experimentales más precisas y difundidas para el estudio de las transformaciones de fase en estado sólido en aceros. Su principio se basa en la medición continua de los cambios dimensionales longitudinales de una probeta (ΔL) frente a variaciones controladas de temperatura y tiempo. La eficacia de esta técnica para detectar cambios microestructurales reside en que cada fase o constituyente metalúrgico posee una estructura cristalina, un parámetro de red y, por ende, un volumen específico característico. En el caso de los aceros, la transformación de la austenita, que posee una estructura cúbica centrada en las caras (FCC), hacia productos de descomposición como la ferrita, la bainita o la martensita, estructuras

cúbicas centradas en el cuerpo (BCC) o tetragonales (BCT), implica una variación en el empaquetamiento atómico. Debido a que la austenita es la fase con mayor densidad atómica, su transformación a ferrita bainítica resulta en una expansión volumétrica que se registra como una dilatación lineal en la muestra.

En el estudio de la cinética bainítica, el seguimiento de la curva de dilatación permite determinar con exactitud los puntos críticos de transformación y cuantificar el avance de la reacción en tiempo real. Especial relevancia adquiere el análisis de la derivada del cambio de longitud relativo (DRCL) respecto al tiempo. Una derivada elevada al inicio del tratamiento isotérmico refleja la alta velocidad de transformación debido a la fuerza impulsora disponible; por el contrario, cuando la derivada tiende a cero, se identifica el cese de la reacción. Para los aceros objeto de este estudio, la estabilización de la expansión dilatométrica es el indicador experimental de que se ha alcanzado el límite de "reacción incompleta". En este punto, la austenita residual ha alcanzado un enriquecimiento de carbono tal que se igualan las energías libres de ambas fases (condición de T_0') impidiendo termodinámicamente la formación de nueva ferrita bainítica adifusional.

2.2.5 Influencia de aleantes

El carbono es el elemento que más influencia tiene sobre el rango de temperaturas en el que se presentan la bainita superior e inferior. La temperatura Bs disminuye debido a la presencia de algunos elementos de aleación, tales como el Mn, el Ni, el Cr y Mo. El componente que más influencia tiene es el carbono. Este, tiene una solubilidad mucho mayor en la austenita que en la ferrita, y es un estabilizador de austenita muy potente que conduce a una ralentización general de la cinética de reacción. La fracción de carburos que se encuentra en la microestructura final aumenta en proporción a la concentración de carbono, por lo que esta debe mantenerse por debajo de aproximadamente el 0,4 % en peso para garantizar propiedades mecánicas fiables. Un aumento de carbono facilita la formación de bainita inferior, ya que resulta más difícil que las placas de ferrita bainítica sobresaturada se descarburen antes de que comience la precipitación de cementita (Bhadeshia & Honeycombe, 2006).

Los elementos del grupo del Mn (Cr, Ni, Mo, etc.) producen un retraso en las transformaciones reconstructivas y desplazativas, es decir, corren las curvas TTT hacia tiempos mayores. Esto significa un aumento en la templabilidad de los aceros, lo cual es una característica deseada e indispensable en el diseño de aceros, y tiempos más largos de transformación bainítica. A su vez, producen un corrimiento de la curva T_0´ hacia menores concentraciones de carbono, esto se traduce en una microestructura final con mayor contenido de austenita retenida (Tenaglia, 2019).

Por otro lado, los elementos del grupo del Co (Co, Al) tienen un efecto totalmente opuesto: desplazan las curvas TTT hacia tiempos menores, acelerando las reacciones en estado sólido, y producen un corrimiento de la curva T_0' hacia la derecha, obteniendo microestructuras con mayor fracción de ferrita bainítica. La influencia de estos dos grupos de aleantes sobre la cinética de transformación bainítica se encuentra esquematizado en la figura 2.8.

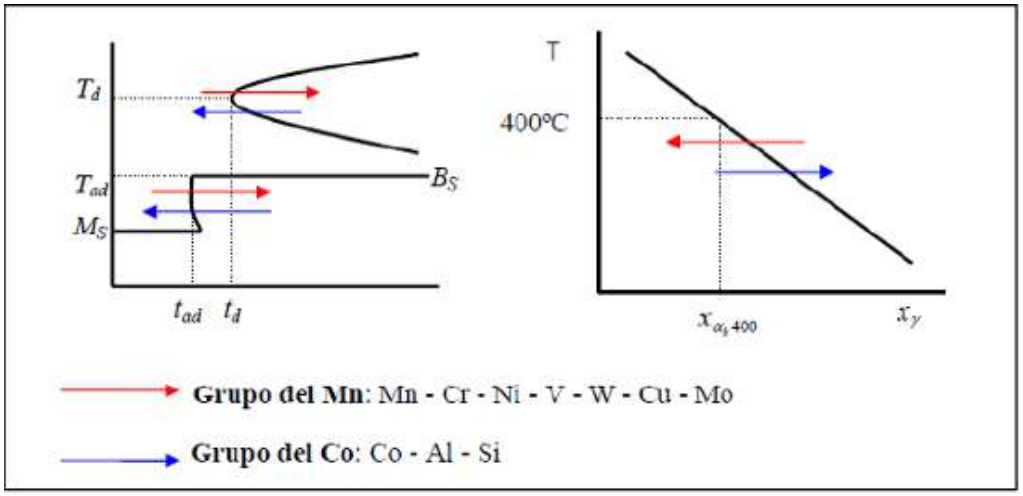


Figura 2.8. Efecto de los elementos de aleación sobre la cinética de reacción y en el contenido de carbono de la austenita retenida (Tenaglia, 2019)

La adición de elementos del grupo del manganeso provoca, consecuentemente, un aumento de la austemperabilidad, definida como la capacidad del material a transformar en bainita durante el tratamiento térmico sin la precipitación de fases de alta temperatura. Esto se traduce en la posibilidad de obtener microestructuras bainíticas libres de carburos en piezas de mayor tamaño, lo cual es, sin dudas, una característica deseable si se piensa en la producción de piezas de acero colado. Sin embargo, estos elementos producen un retraso en la reacción bainítica, por lo que se necesitará un mayor tiempo para obtener las microestructuras deseadas. Además, provocan que las microestructuras resultantes tengan mayor cantidad de austenita retenida, debido al corrimiento de la línea T_0'. En contrapartida, los elementos del grupo del cobalto tienen un efecto contrario y contrarrestan los efectos de los elementos del grupo del manganeso.

Aparte de los efectos mencionados, los elementos de aleación tienen características singulares:

• Manganeso: aumenta la templabilidad del acero y la estabilidad de la austenita, pero corre la curva T_0' hacia la izquierda, provocando una microestructura con mayor cantidad de austenita retenida. Este elemento también aumenta la resistencia de la ferrita (Sherif et. al, 2004).

• Aluminio y cobalto: debido a que las transformaciones a baja temperatura pueden ser muy lentas, estos elementos se usan para acelerar las reacciones en estado sólido a la temperatura de

austempering, ya que producen un aumento en la energía libre para la transformación de austenita en ferrita. Además, el aluminio retarda la precipitación de carburos, al igual que el silicio (Garcia Mateo, 2003).

• Molibdeno: inhibe la fragilización del acero debido a la presencia de impurezas (como, por ejemplo, el fósforo) en borde de grano austenítico. También produce un importante aumento en la templabilidad y un ligero aumento en la resistencia mecánica (Sherif et. al, 2004).

• Cromo: aumenta considerablemente la templabilidad del acero y desciende la temperatura de inicio de transformación bainítica Bs (Sherif et. al, 2004).

• Vanadio: se usa como refinador de grano, ya que limita el crecimiento del grano austenítico durante el austenizado (Caballero, 2001).

• Níquel: produce un leve aumento de la templabilidad y de la tenacidad de la bainita.

2.2.6 Revenido en aceros bainíticos

El revenido es un término históricamente asociado al tratamiento térmico de la martensita en los aceros. Describe cómo cambian la microestructura y las propiedades mecánicas a medida que la muestra con estructura martensítica metaestable se mantiene isotérmicamente a una temperatura por debajo de A_1, en la que no se puede formar austenita. Los cambios durante el revenido de la martensita se pueden clasificar en etapas.

Durante la primera etapa, el exceso de carbono en solución sólida se segrega en defectos o forma agregados dentro de la solución sólida. Luego precipita, ya sea como cementita en aceros con bajo contenido de carbono o como carburos de hierro de transición en aleaciones con alto contenido de carbono. La concentración de carbono que permanece en solución sólida puede ser elevada si el precipitado es un carburo de transición. Un recocido posterior conduce a la etapa 2, en la que casi todo el exceso de carbono precipita y los carburos se convierten en cementita más estable. La austenita retenida puede descomponerse durante esta etapa. El revenido conduce entonces a la esferificación de los carburos, a una extensa recuperación de la estructura de dislocaciones y, finalmente, a la recristalización de las placas de ferrita en granos equiaxiales.

La descripción anterior es idealizada. Muchas de las reacciones atribuidas a la etapa 1 pueden ocurrir durante la formación de la martensita cuando la Ms es suficientemente alta, fenómeno conocido como auto-revenido. La bainita se forma a temperaturas aún más altas, por lo que el auto-revenido se convierte en una parte inevitable de la transformación. La redistribución del

carbono de la ferrita sobresaturada a la austenita residual y la precipitación de carburos durante la reacción de bainita ocurren rápidamente y son auténticos efectos de auto-revenido.

Según Bhadeshia (2015), grandes cantidades de austenita enriquecida en carbono pueden retenerse en aceros bainíticos ricos en silicio, en dos formas: como films delgados entre las placas de ferrita y como bloques entre las plumas de bainita. Ambos están enriquecidos en carbono, pero los films lo están aún más. La secuencia de revenido de dichas mezclas se puede resumir de la siguiente manera:

En primer lugar, si la austenita blocky es lo suficientemente grande puede facilitar el desarrollo del crecimiento cooperativo de ferrita y cementita (es decir, perlita), suponiendo que la temperatura sea lo suficientemente alta como para permitir la difusión reconstructiva, de modo que la austenita esté sobresaturada con respecto a la ferrita y la cementita, se descompone formando perlita y ferrita bainítica (α_b). En las mismas circunstancias, los films de austenita tienden a descomponerse en partículas discretas de cementita u otros carburos (θ), y ferrita con la misma orientación que la ferrita bainítica adyacente. Las fases θ y α pueden no precipitar simultáneamente.

Debido a que la austenita en forma de film está más enriquecida en carbono que la austenita blocky, es la primera en precipitar cementita durante el revenido. Por lo tanto, su fracción volumétrica disminuye más rápidamente que la de la austenita blocky. En consecuencia, si bien las películas de austenita son más estables frente a la transformación martensítica inducida por deformación que las regiones más gruesas de austenita (Bhadeshia y Edmonds, 1983b), son menos estables frente a los tratamientos térmicos de revenido (Saha Podder y Bhadeshia, 2010). Cuando el acero se encuentra en una etapa donde la austenita no se ha eliminado por completo durante el revenido, la precipitación de cementita y el consiguiente agotamiento del carbono hacen que la austenita sea menos estable a la transformación martensítica si el material se enfría a temperatura ambiente donde la cantidad de austenita se reduce en cada etapa del proceso. Como consecuencia, la austenita retenida medida a temperatura ambiente es menor que la medida a la temperatura de revenido.

Durante la transformación bainítica no ocurre la partición de solutos sustitucionales. Cabe destacar que la ausencia de partición es completa, en el sentido de que no hay segregación en la interfaz α_b/γ. Sin embargo, si se les da el tiempo necesario, los solutos tienden a redistribuirse de forma que se reduzca la energía libre total.

La bainita nanoestructurada consiste en una mezcla excepcionalmente fina de placas de ferrita bainítica en una matriz igualmente fina de austenita retenida enriquecida con carbono. Estos

aceros poseen una austenita altamente enriquecida en carbono (≈1,2 % en peso) que provoca la deposición de una gran densidad de precipitados de cementita precisamente en los límites de las placas de ferrita bainítica, impidiendo así el inicio del crecimiento de grano o la recristalización. La figura 2.9 muestra que, si bien se produce cierta precipitación a partir de la fase α_b sobresaturada, la mayor parte proviene de la descomposición de la austenita retenida con alto contenido de carbono.

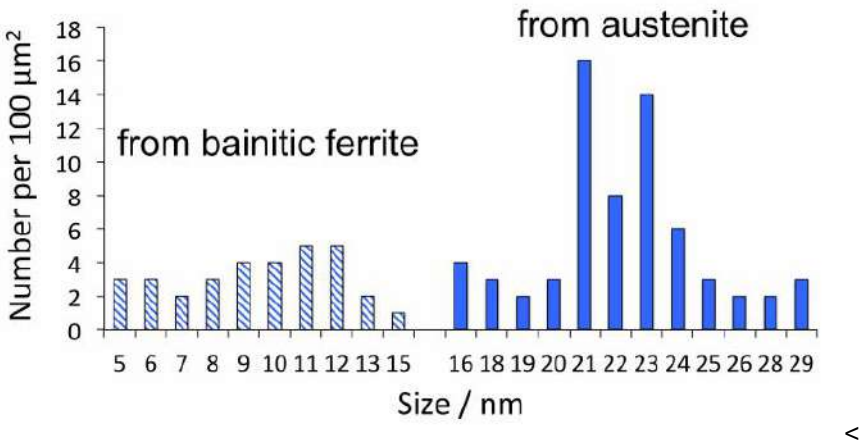


Figura 2.9. Distribución de tamaños de carburos que precipitan durante el revenido de una bainita nanoestructurada a 475°C durante 60 min. Chen et. Al (2014)

El endurecimiento secundario suele ocurrir en aceros que contienen elementos formadores de carburos fuertes como Cr, V, Mo y Nb. El revenido provoca inicialmente una disminución de la dureza, ya que la cementita precipita a expensas del carbono en solución sólida, pero la dureza comienza a aumentar de nuevo a medida que se forman los carburos de aleación. De ahí el término endurecimiento secundario. El crecimiento de grano provoca finalmente una disminución de la dureza en tiempos de revenido prolongados, de modo que la curva de dureza neta en función del tiempo muestra un pico de endurecimiento secundario. Baker y Nutting (1959) e Irvine et al., (1957) revelaron clara evidencia de endurecimiento secundario en aceros bainíticos de bajo carbono que contienen hasta un 2,95 % en peso de Mo y un 2,12 % en peso de Cr, así como en aceros bainíticos que contienen vanadio.

Cuando el tratamiento isotérmico se extiende por tiempos excesivamente prolongados, más allá de lo requerido para alcanzar el estado de reacción incompleta, la microestructura experimenta fenómenos de degradación conocidos como sobre envejecimiento. Este estadio se caracteriza por una pérdida de las propiedades mecánicas debido a la ocurrencia de dos procesos físicos principales. Por un lado, ocurre la recuperación térmica de la ferrita bainítica, en la que la

exposición prolongada a la temperatura de tratamiento provee la energía térmica necesaria para activar procesos de recuperación en la red cristalina. Durante este fenómeno, las dislocaciones generadas por la transformación desplazativa adquieren movilidad, permitiendo su reordenamiento y aniquilación parcial. Esta reducción en la densidad de defectos disminuye las tensiones internas de la fase ferrítica, provocando un ablandamiento generalizado de la matriz. Por otro lado, puede ocurrir la coalescencia de carburos. Si bien la adición de silicio es efectiva para retardar la formación de cementita, este efecto no es permanente frente a tiempos de permanencia muy altos. Según señala Bhadeshia (2015), la austenita eventualmente descompone su exceso de carbono mediante la precipitación de carburos para reducir su energía libre. Una vez formados, estos precipitados tienden a esferoidizarse y aumentar su tamaño promedio a expensas de las partículas más finas para minimizar la energía interfacial total. La coalescencia de los carburos reduce significativamente su capacidad para anclar dislocaciones, eliminando el aporte del endurecimiento por precipitación.

2.2.7 Mecanismos de endurecimiento presentes en la bainita

La resistencia mecánica y la dureza de las microestructuras bainíticas son el resultado de una combinación de diferentes mecanismos físicos que actúan a nivel microscópico. De acuerdo con lo detallado por Bhadeshia y Honeycombe (2006), la resistencia global de la bainita no depende de un único factor, sino de la suma de contribuciones dadas por el refinamiento microestructural, el aumento deformación, el endurecimiento por solución sólida y la precipitación de carburos.

- Refinamiento microestructural (Efecto Hall-Petch): El factor que mayor influencia tiene sobre la resistencia de la bainita es el tamaño de las placas de ferrita bainítica. Las interfaces entre las subunidades de ferrita bainítica y los films de austenita actúan como obstáculos efectivos que impiden el deslizamiento de las dislocaciones. Un mayor refinamiento de estas placas, fenómeno que ocurre al disminuir la temperatura de transformación o a medida que avanza la reacción y la austenita se vuelve más resistente, incrementa significativamente la tensión de fluencia del material (Avishan et al., 2017).

- Endurecimiento por deformación: Debido al carácter desplazativo de la reacción bainítica, el crecimiento de la ferrita bainítica induce deformaciones plásticas localizadas en la austenita adyacente para acomodar el cambio de volumen y forma. Esto genera una red con una densidad de dislocaciones significativamente alta, lo cual aporta un grado importante de endurecimiento por deformación a la microestructura final (Bhadeshia, 2015).

- Endurecimiento por solución sólida: La presencia de elementos aleantes en solución en la red cristalina distorsiona la estructura y dificulta el movimiento de las dislocaciones. El silicio, el manganeso y, principalmente, el carbono intersticial actúa mediante este mecanismo. A medida que el carbono es reyectado durante la transformación, el alto enriquecimiento de este elemento en la austenita retenida incrementa fuertemente la dureza intrínseca y la estabilidad de dicha fase (Caballero y Bhadeshia, 2004).

- Endurecimiento por precipitación: En la bainita convencional, la precipitación de carburos es una parte intrínseca de la transformación y actúa como un importante mecanismo de endurecimiento. Dependiendo de la temperatura a la que se desarrolle la reacción, el carbono particionado puede precipitar en forma de finas partículas de cementita u otros carburos de transición, ubicándose ya sea en las capas de austenita residual entre las subunidades o directamente en el interior de la ferrita sobresaturada. Adicionalmente, los tratamientos isotérmicos prolongados o de revenido pueden inducir un fenómeno de endurecimiento secundario, particularmente en aceros que contienen elementos formadores de carburos fuertes como Cr, V o Mo. Durante este proceso, la dureza experimenta un aumento a medida que precipitan nuevos carburos de aleación finamente dispersos. No obstante, si el material es sometido a tiempos de tratamiento excesivos, se produce un sobreenvejecimiento donde los carburos tienden a esferoidizarse y coalescer para reducir su energía superficial. Esta coalescencia disminuye drásticamente el efecto de anclaje de las dislocaciones sobre los precipitados, resultando en una caída de la dureza y en un ablandamiento generalizado de la matriz.

2.3 Aceros bainíticos libres de carburos

2.3.1 Mecanismo de inhibición de carburos por Silicio

En la práctica, los aceros bainíticos convencionales no han dado resultados tan satisfactorios como los aceros con temple y revenido, ya que la presencia de partículas de cementita entre las placas de ferrita bainítica perjudican la tenacidad y la ductilidad, debido a que actúan como sitios preferenciales para la nucleación de fisuras.

El descubrimiento de que ciertos elementos aleantes, como el silicio o el aluminio, son capaces de retardar la precipitación de los carburos a partir de la austenita enriquecida en carbono, ha sido crucial en el desarrollo de nuevos aceros bainíticos con propiedades mecánicas mejoradas. Este efecto ocurre cuando la concentración de silicio o aluminio es mayor al 1 %wt.

A medida que se forman las plumas de bainita, el carbono es particionado hacia la austenita residual, como ya se explicó previamente. Sin embargo, como el silicio y aluminio son solutos sustitucionales, permanecerán en solución durante la transformación debido a su baja movilidad atómica a las temperaturas en las que se forma la bainítica. Estos elementos son estabilizadores de la austenita, por lo que su efecto será hacer que esta fase pueda solventar mayor contenido de carbono por un cierto tiempo. Es así como se logra, con la correcta adición de silicio y aluminio, la retardación de precipitación de carburos. Esta precipitación de carburos se puede incluso inhibir si el tiempo empleado para el ciclo térmico está dentro del rango de eficacia del efecto de estos aleantes. A medida que avanza la transformación bainítica, aumenta la cantidad de carbono que es reyectado hacia la austenita residual y, por ende, la austenita se vuelve cada vez más estable. Esta estabilidad térmica es consecuencia de una disminución de la Ms, de modo que un enriquecimiento adecuado puede incluso estabilizar la austenita residual a temperatura ambiente.

2.3.2 Constituyentes de los aceros bainíticos libres de carburos

La microestructura de un acero bainítico libre de carburos, estará compuesta, en una primera instancia, por plumas de ferrita bainítica y austenita retenida. La austenita retenida puede tener dos morfologías distintitas. Por un lado, se encuentra la austenita film que está presente entre las subunidades de las plumas de bainita y, por otro lado, está la austenita blocky que se presenta como grandes islas de austenita entra las plumas de bainita.

Si bien se busca aumentar la resistencia y tenacidad de los típicos aceros bainíticos con estos tipos de aceros en los que no precipitan carburos, la microestructura no siempre resulta en una buena combinación de resistencia y tenacidad. Esto es consecuencia de que las grandes regiones de austenita blocky entre las plumas de bainita (Figura 2.10-b) transforman fácilmente de manera masiva a martensita bajo la influencia de tensiones (Bhadeshia, 2015). Esto se da si, por un lado, la austenita no está lo suficientemente enriquecida en carbono, como para suprimir la Ms lo suficiente como para estabilizarla a temperatura ambiente y para aumentar ligeramente su resistencia. Mas adelante se estudiará la estabilidad de esta fase ante esfuerzos mecánicos.

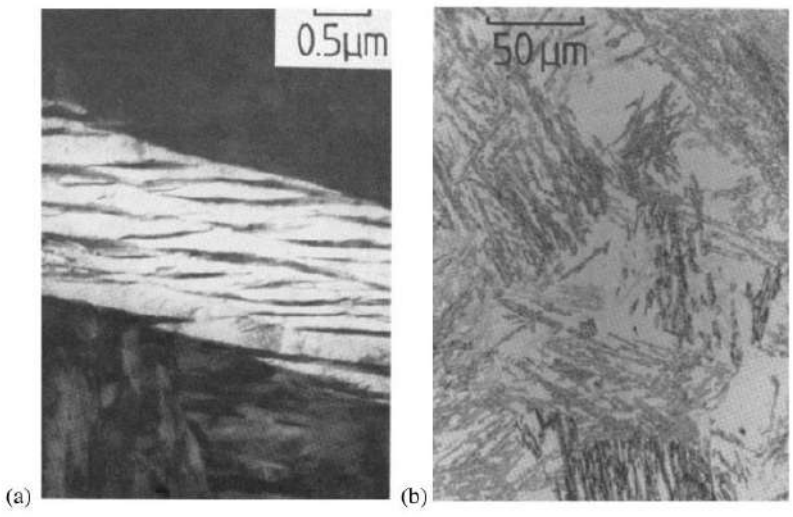


Figura 2.10. (a) Micrografía TEM de las plumas de ferrita bainítica separada por films de austenita estable. (b) Micrografía óptica que muestra grandes regiones de austenita blocky (Bhadeshia, 2015).

Esta martensita fresh de alto carbono y que no se encuentra revenida, fragiliza la microestructura, actuando como centros de nucleación de fisuras. La aparición de grandes bloques de austenita retenida puede disminuirse y hasta evitarse si se promueve un mayor avance de la transformación bainítica. Esto llevaría a una menor cantidad de austenita retenida y una mayor concentración de carbono en esta fase, lo que la haría más estable ante solicitaciones de tensión/deformación.

2.3.3 Estabilidad mecánica de la austenita retenida y efecto TRIP

El efecto TRIP consiste en la transformación de la austenita retenida a martensita durante la deformación. Esta transformación proporciona un efecto localizado de endurecimiento por deformación, que retrasa el inicio de la estricción local y mejora el alargamiento. Además, el aumento local del volumen específico causado por el efecto TRIP puede ayudar a cerrar grietas en propagación. Por otro lado, la transformación puede tener un efecto perjudicial, ya que crea partículas duras de martensita que proporcionan sitios de nucleación de huecos a partir de los cuales se pueden iniciar fisuras.

La estabilidad de la austenita retenida en los aceros TRIP se refiere a su resistencia a la transformación bajo tensión, deformación y temperatura. Existen varios factores que afectan la estabilidad de la austenita retenida, uno de los cuales es la concentración de elementos de aleación estabilizantes en la austenita. El elemento estabilizante más importante en los aceros TRIP de baja aleación es el carbono. Es decir, los granos de austenita con niveles muy bajos de carbono (<0,6 %wt C) hacen que la austenita retenida se transforme a bajos niveles de

deformación, y niveles muy altos de carbono (>1,8 %wt C) impiden que la austenita retenida se transforme por completo. Ambos casos extremos son perjudiciales para el endurecimiento y el alargamiento del acero porque la contribución de la transformación de la austenita no está presente.

Otros factores que afectan la estabilidad de la austenita son el tamaño de los granos de austenita, las propiedades de la matriz circundante y la morfología de los granos de austenita. Se ha encontrado que los granos más pequeños de austenita retenida son más estables bajo deformación debido a una disminución resultante de la temperatura de inicio de martensita y a una reducción en el número de sitios de nucleación de martensita en cada grano. Las propiedades mecánicas de la matriz circundante afectan la tensión y la deformación soportadas por la austenita a un nivel dado de deformación total, como ocurriría en un material compuesto. En consecuencia, el tamaño, la forma y la composición de las fases que rodean la austenita retenida influyen en su comportamiento de transformación. Por ejemplo, cuando la fase de austenita está rodeada por ferrita blanda, experimenta más de la tensión y deformación globales que si estuviera rodeada por una fase bainítica más dura. Diferentes morfologías de la fase de austenita también proporcionan a la austenita diferentes estabilidades mecánicas (Chiang et al. 2011).

2.3.4 Propiedades mecánicas de aceros bainíticos libres de carburos

Los aceros bainíticos libres de carburos (ABLC) son potencialmente capaces de combinar altos valores de ductilidad con elevada resistencia mecánica. Esto se debe a la combinación de fases dúctiles en dominios muy pequeños: estos aceros tienen un tamaño de grano aparente menor a 1 μm. Las propiedades obtenibles en los ABLC son similares a las que caracterizan a aceros de alta performance, como los Maraging. Sin embargo, su principal ventaja es que dichas propiedades pueden alcanzarse sin recurrir al uso de cantidades importantes de elementos de aleación, indispensables para la obtención de otros aceros de alta resistencia. Este aspecto es particularmente relevante a nivel industrial, dado el elevado costo que presentan los elementos de aleación típicos en los últimos años (en especial el níquel, molibdeno y cobre).

Estos aceros presentan una alta tenacidad debido a su pequeño tamaño de grano efectivo junto a la ausencia de fases frágiles (como los carburos y la martensita). Sin embargo, es imprescindible evitar la presencia de grandes bloques de austenita retenida, que tienden a transformar a martensita cuando se aplica deformación.

De acuerdo con García-Mateo (2005), la tensión de rotura muestra una dependencia lineal con la temperatura de austempering (figura 2.11). Por otro lado, la ductilidad no tiene una clara dependencia de la temperatura de austempering ni de la cantidad de austenita retenida. En un

principio se creia que un valor optimo de austenita retenida le otorgaba mayor elongación a los ABLC, sin embargo, ahora se cree que la ductilidad depende de la estabilidad de la austenita retenida. Aunque según Garcia-Mateo(2005) la ductilidad de los ACBL está asociada a la transformación de la austenita retenida por efecto TRIP.

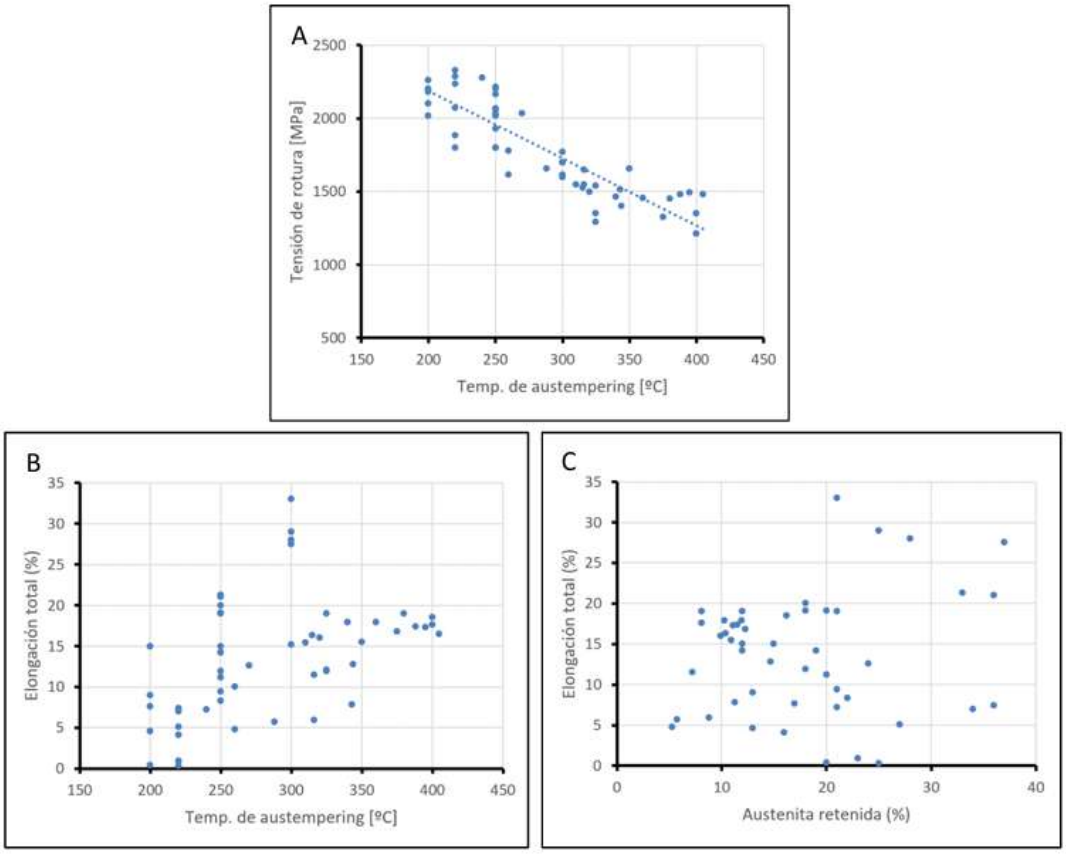


Figura 2.11. Propiedades mecánicas de los ABLC reportadas en bibliografica. A) Tensión de rotura vs T_{BI}. B)Elongación vc T_{BI}. C) Elongación vs austenita retenida.

2.4 Aceros bainíticos libres de carburos colados

2.4.1 Microsegregación en aceros colados

Durante la solidificación de aceros fuera del equilibrio, (por ejemplo, por la técnica de fusión y colada) se produce una distribución no uniforme de elementos de aleación, lo que se denomina microsegregación y da lugar a una composición química heterogénea en la pieza colada.

Durante la solidificación de aleaciones, se esperaría que se formen cristales con la misma composición química que el líquido, sin embargo, en la mayoría de los casos esto no ocurre ya que

el soluto no posee la misma solubilidad en el líquido que en el sólido. De aquí se desprende el concepto de coeficiente de partición (k) que relaciona la concentración de soluto en el sólido y la concentración del mismo en el líquido, tal como muestra en la siguiente ecuación:

$$k = Xs \,/\, XL$$

Si k<1, el sólido a formarse tendrá una concentración de soluto menor a la del líquido, por lo tanto, el soluto será reyectado hacia este último, que irá incrementando su concentración a medida que avanza la solidificación. Por el contrario, si k>1 el sólido a formarse tendrá una concentración de soluto mayor a la del líquido y, por lo tanto, éste último sufrirá una disminución de soluto durante la solidificación (figura 2.12) (Tenaglia, 2019).

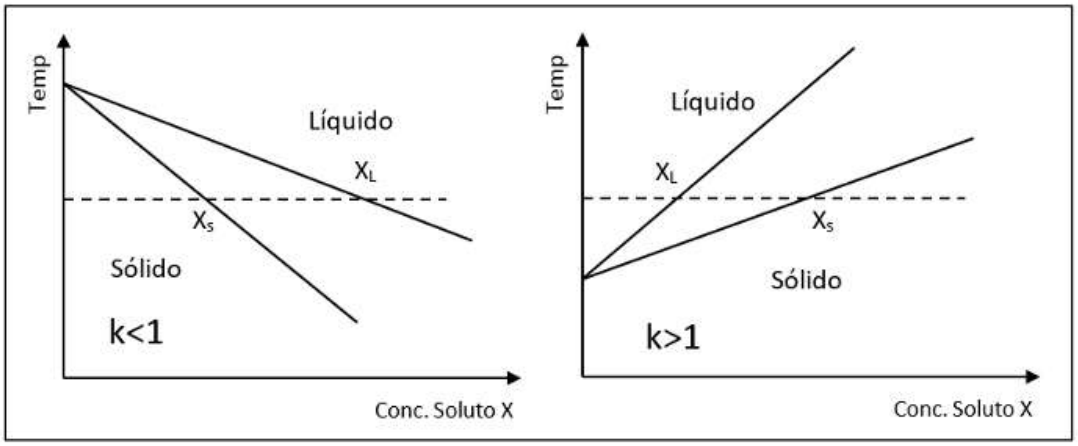


Figura 2.12. Solidificación en aleaciones con k>1 y k>1.

Para el caso de aleaciones base hierro, es importante destacar que el coeficiente de partición de los elementos de aleación varía según el contenido de carbono presente, como se muestra en la figura 2.13 (Morita, 1983). De hecho, algunos elementos químicos tales como el Si, Cu y Ni cambian su comportamiento notablemente, llegando a invertir su segregación. En el caso del Si, por ejemplo, presenta segregación directa (k<1) en el rango de los aceros (C<2 %), mientras que para las fundiciones de hierro (C>2 %) su coeficiente de partición es k>1.

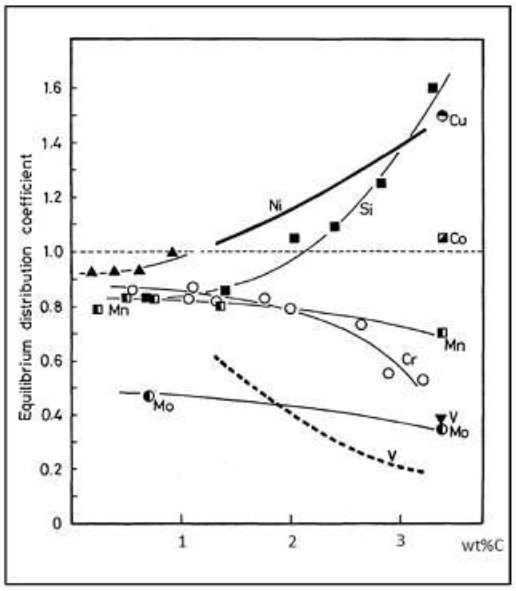


Figura 2.13 Coeficientes de partición en función del porcentaje de carbono (Morita, 1983).

La microsegregación da lugar a una diferencia de composición entre la primera zona en solidificar (FTF del inglés First to Freeze), que corresponde con el centro de la dendrita y la última zona en solidificas (LTF del inglés Last to Freeze) (Bhadeshia, 2001). La diferenciación de las zonas se da de la siguiente manera:

- Zonas LTF: corresponden a las regiones interdentriticas que aparecen con una coloración distinta, debido a la mayor cantidad de elementos de aleación. Estas zonas al ser ricas en aleantes, son la ubicación principal de la γ_{ret} blocky. Además, al ser las ultimas zonas en solidificar, suelen ser los lugares donde se concentran los micro rechupes e inclusiones no metálicas resultantes del proceso de colada.

- Zonas FTF: corresponden a los centros dendríticos, que poseen una menor concentración de elementos de aleación.

Es importante destacar que en el caso de aceros colados en los que la microsegregación juega un papel crucial en el comportamiento del acero durante tratamientos térmicos, se debe considerar este factor a la hora de determinar la cantidad de silicio o aluminio adicionados a la aleación. Probablemente se deba agregar más que la cantidad mínima efectiva ya que estos elementos no estarán distribuidos uniformemente en todas las zonas de la microestructura. Es así que se para lograr un efecto eficaz en la inhibición de precipitación de carburos en aceros colados, se debe sobredimensionar el porcentaje en peso de silicio o aluminio necesario.

2.4.2 Propiedades mecánicas de aceros bainíticos libres de carburos colados

Si se comparan los resultados obtenidos para ACBL colados obtenidos por Tenaglia (2019) con los de ACBL laminados estudiados por Avishan (2012), se observa que en general, los laminados poseen mejores propiedades a la tracción y, en particular, mayor ductilidad, ya que poseen menor cantidad de defectos microestructurales.

La tenacidad al impacto de los aceros colados es similar a los valores de la bibliografía (Tenaglia (2019), Caballero (2009) y Avishan (2012)) tanto para laminados como para colados. Por lo tanto, los aceros colados con microestructura bainítica libre de carburos pueden desarrollar la misma combinación de resistencia y tenacidad al impacto que los aceros laminados, cuando son sometidos a similares ciclos térmicos.

En comparación con los aceros Complex Phase, Dual Phase y TRIP, los ABLC colados poseen generalmente mayor resistencia mecánica y menor ductilidad. Por otro lado, de acuerdo con Caballero (2002) y a Tenaglia (2019), los maraging poseen mejor ductilidad para los grados con tensión de rotura mayor a 1700 MPa. Sin embargo, para aleaciones con resistencia alrededor de 1600 MPa, los ABLC colados poseen mayor ductilidad. Cuando se compara la resistencia a la tracción, los aceros colados bainíticos con bajo contenido de aleantes <10 %, son comparables con ciertos grados de aceros maraging con un contenido de aleantes cercano al 40 %.

2.5 Austempering en dos etapas

Como ha sido mencionado anteriormente, ha sido reportado en la literatura que la austenita retenida en la microestructura de los aceros bainíticos libres de carburos puede disminuir la resistencia mecánica si no sufre efecto TRIP, o si lo hace de manera masiva. Con el objetivo de obtener aceros con mayor cantidad de ferrita bainitíca y reducir la austenita retenida, manteniendo valores elevados de tenacidad y ductilidad, se puede realizar un austempering en dos etapas. Con este procedimiento puede lograrse una disminución de la austenita retenida respecto de un tratamiento de una sola etapa. Se realiza primero un primer austempering a elevada temperatura (aproximadamente 350-450 °C), donde se obtiene una bainita dúctil y tenaz. En esta etapa del tratamiento se genera una elevada cantidad de austenita retenida en la microestructura y se aumenta su contenido de carbono, lo que lleva a una disminución de la Ms (temperatura a la cual comienza la transformación martensítica), pudiendo de esta manera disminuir la temperatura de transformación evitando la formación de martensita. Luego se realiza inmediatamente una segunda etapa de austempering a una temperatura más baja; en esta

etapa se incrementa la fuerza impulsora para la transformación bainítica, logrando que ésta avance aún más. Esto lleva a la formación de una nueva generación de bainita, más fina que la formada inicialmente y a una disminución de la austenita retenida. Esto es de vital importancia en aceros colados, que por tener una alta concentración de aleantes en ciertas zonas de la matriz metálica, presentarán altos porcentajes de austenita retenida y bajos de ferrita bainítica. La segunda etapa de austempering podría disminuir la austenita residual en estas zonas. Esto, podría incrementar la resistencia del material ya que se disminuiría la cantidad de austenita retenida, la cual es una fase blanda y dúctil, y se incrementaría la cantidad de ferrita bainítica (fase de alta resistencia y tenacidad). Esta estrategia ya ha sido utilizada en aceros forjados con estructura bainítica libre de carburos (Chengcong, 2021) y fundiciones nodulares austemperizadas (las cuales poseen una estructura bainítica similar) (Francucci et al. 2007) mostrando un incremento en las propiedades en tracción y en la tenacidad. Sin embargo, los estudios en aceros son escasos y no hay investigaciones realizadas en aceros colados. Esto abre un importante nicho de estudio, y el tema que se desarrolla en el presente proyecto final.

3. Objetivos

El objetivo general del presente trabajo es evaluar el uso de tratamientos térmicos de austempering en dos etapas como medio para mejorar las propiedades mecánicas de aceros colados con de alto silicio. Particularmente se busca analizar las modificaciones en el material tratado en una etapa de austempering cuando se lo trata en dos etapas, con distintos tiempos en el segundo austempering.

Los objetivos específicos que se plantean son los siguientes:

- Diseñar un ciclo térmico de austemperizado en dos etapas que permita maximizar las propiedades mecánicas de un acero con composición química definida.
- Analizar la influencia del tiempo y temperatura empleados en el segundo austempering sobre la microestructura obtenida y su dureza, y comparar las propiedades mecánicas con respecto a una estructura bainítica obtenida con un tratamiento convencional de austemperizado (de una etapa, la de mayor temperatura).
- Evaluar las microestructuras obtenidas, a través del uso de las técnicas de microscopia óptica y electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X (DRX) y dureza.
- Analizar la influencia de la microsegregación en la microestructura obtenida.
- Desarrollar una discusión de los resultados que permita incorporar todos los conocimientos generados durante el proyecto final de grado.

4. Metodología experimental

4.1 Selección de composición química

Para el desarrollo del presente trabajo se utilizó un acero de composición química (% peso) detallada en la tabla 4.1.

Tabla 4.1 - Composición química del acero estudiado (%Peso).

%C	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%Al	%Co
0,43	2,06	0,58	0,59	0,56	0,53	0,61	0,21

Para lograr una mejor combinación de resistencia y tenacidad, se añade silicio con el fin de inhibir la precipitación de carburos. Se requiere un mínimo de 1,5 % de silicio para evitar la precipitación de carburos durante la transformación (Caballero, 2012). Sin embargo, en el caso de aceros colados, si se usa un contenido de silicio de 1,5 %, la microsegregación durante de solidificación provocaría que en algunas porciones del material el contenido de silicio sea inferior a 1,5 %, no pudiendo asegurar obtener allí bainita libre de carburos. Por el contrario, un excesivo contenido de silicio provocaría una disminución en la tenacidad al impacto del acero (Caballero, 2001-A). De acuerdo con lo mencionado, se ha decidido utilizar un contenido de silicio de 2 % en el acero de este trabajo.

Tenaglia (2019) analizó el coeficiente de partición del silicio en un acero de igual composición al estudiado, que resulto ser de aproximadamente 0,8. De esta manera usando un 2% en el acero estudiado se puede asegurar que en toda la microestructura haya más del 1,5% mínimo que se debe tener para retardar la precipitación de carburos.

En cuanto al contenido de carbono, se decidió utilizar un acero de medio de carbono el cual permite reacciones bainíticas más rápidas, lo que es clave si se piensa en la aplicación industrial, y un mayor avance de la reacción, que se traduce en una menor fracción de austenita retenida y consecuentemente un bajo porcentaje de austenita blocky, respecto de un acero de bajo carbono. Además, el uso de contenidos medios de carbono permite obtener piezas con buena soldabilidad y generalmente conduce a microestructuras con buena combinación de ductilidad, resistencia mecánica y dureza (García-Mateo, 2017).

Con respecto a los elementos de aleación, se buscaron distintos contenidos de aleantes teniendo en cuenta dos aspectos fundamentales. Un bajo contenido de aleantes permite

reacciones más rápidas y una reducción de costos. Por otro lado, los aleantes mejoran la austemperabilidad, permitiendo obtener piezas con las microestructuras deseadas de mayor tamaño.

El Mn produce un aumento notable de la austemperabilidad del acero y de la estabilidad de la austenita a un muy bajo costo. Por otro lado, se decidió usar cromo, níquel y molibdeno para el aumento de la templabilidad y no un mayor contenido de manganeso, ya que pequeñas cantidades de distintos aleantes producen un efecto mayor en la templabilidad que una gran cantidad de un único aleante. Con el aluminio y el cobalto se buscó acelerar las reacciones bainíticas a baja temperatura (García-Mateo, 2003).

4.2 Material de partida

El material de partida del presente trabajo es un acero colado de medio carbono y alto silicio. El mismo fue previamente obtenido en una compra industrial a la empresa Microwen S.A ubicada en la localidad de Bella Vista, provincia de Bs As. Para ello, se utilizó un horno de inducción marca Inductotherm de 90 kg de capacidad de donde se colaron bloques U (Keel Block) de 1 ¼“ de espesor, cuya geometría se encuentra estandarizada y detallada en la norma ASTM A781 (figura 4.1). Los dos prismas inferiores de los bloques, denominados “longitud calibrada”, son las porciones de material utilizable, mientras que la parte superior funciona como mazarota, por lo tanto, se desecha y se utiliza como retorno para futuros procesos. El acero fue colado en moldes de arena ligados con resina, abiertos y sin sistemas de alimentación. La composición química resultante del acero colado se lista en la tabla 4.1.

4.3 Seccionamiento de los bloques U

Una vez obtenidos los bloques U colados de dimensiones mostradas en la figura 4.1.A, se realizaron una serie de cortes con el fin de obtener las secciones calibradas, utilizadas para la generación de diferentes probetas necesarias para el presente trabajo, tal como se esquematiza en la figura 4.1.B. El primer seccionamiento consistió en cortar la longitud calibrada de los bloques U y desechar la mazarota. Luego, las longitudes calibradas se seccionaron en tres partes según su generatriz. Para ambos procedimientos se utilizó una sierra de corte continuo perteneciente al área Metalurgia del INTEMA.

Posteriormente, a partir de las zonas calibradas se mecanizaron probetas tanto para los ensayos de dilatometría (probetas cilíndricas de 4 mm de diámetro y 12 mm de longitud) como para tratamientos térmicos (prismas rectangulares de aprox. 10x10x40 mm). Los cortes

metalográficos se realizaron con una cortadora metalográfica refrigerada con agua mientras que el rectificado se desarrolló con una rectificadora de banco del tipo “de bandera”.

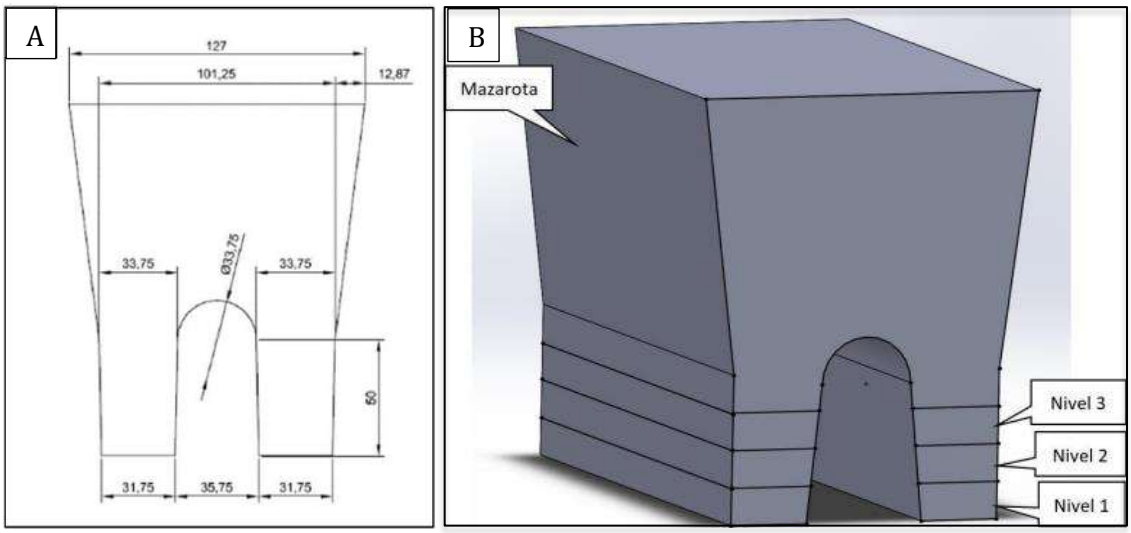


Figura 4.1. Representación esquemática del seccionamiento de los bloques U utilizados. A) Plano del bloque colado. B) Seccionamiento del bloque para descartar la mazarota.

4.4 Dilatometría

El seguimiento de la transformación bainítica mediante dilatometría se realizó sobre una probeta del acero estudiado y se utilizó una temperatura de austempering de 330 °C por 2 horas. El equipo utilizado es un dilatómetro de alta resolución Adamel Lhomargy DT1000 perteneciente al Departamento de Transformaciones de Fase, Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA). El mismo transmite las variaciones dimensionales de la probeta (cilindro de 4 mm de diámetro y 12 mm de largo) mediante un rodillo de silica amorfa y las mide mediante un transformador diferencial de variación lineal (LVDT). Además, el equipo cuenta con dos filamentos de tungsteno para el calentamiento de la probeta y mide la temperatura en tiempo real utilizando una termocupla tipo K.

4.5 Tratamiento térmico

Los tratamientos térmicos consistieron en el desarrollo de un ciclo de austempering en 2 etapas, seguido de un enfriamiento en agua hasta temperatura ambiente. El tratamiento térmico de austempering consta de una primera etapa de austenizado completo a 920°C por 1 hora en una mufla eléctrica (figura 4.2 A). Luego, las muestras se retiran de la mufla y son sometidas a un enfriamiento rápido hasta un primer ciclo de austempering a una temperatura determinada, en este caso de 330 °C. Esta temperatura debe estar en el rango de temperaturas comprendidas

entre Ms y Bs para este acero. Para la determinación de dichas temperaturas se utilizaron las ecuaciones 4.1 a y b. Los resultados se muestran en la Tabla 4.2.

Ecuación 4.1. Fórmula para el cálculo de a) Bs b) Ms (con concentraciones en wt%) (Bhadeshia & Honeycombe, 2006).

a) Bs (°C) = 830 – 270 C -90 Mn -37 Ni – 70 Cr – 83 Mo

b) Ms (°C) = 539 – 423 C -30,4 Mn – 17,7 Ni -12,1 Cr – 7,5 Mo

Tabla 4.2. Temperaturas Ms y Bs y temperaturas seleccionadas para el ciclo térmico.

Bs	555 °C
Ms	310 °C
Temperatura para el primer austempering	330 °C
Temperatura para el segundo austempering	230 °C

La primera etapa del austempering fue para todas las muestras igual y tuvo una duración de 90 minutos a 330 °C, mientras que la segunda etapa se desarrolló a una temperatura de 230 °C, por distintos tiempos. La identificación de las muestras y los parámetros de los distintos tratamientos térmicos se detallan en la tabla 4.3. Para los ciclos de austempering se utilizaron hornos para tratamientos isotérmicos con una mezcla de sales fundidas de bajo punto de fusión (KNO_3-$NaNO_2$ en proporciones iguales), cuyo rango de trabajo se establece entre 160-550 °C (figura 4.2 B y C). El ciclo térmico con los distintos tiempos ensayados se muestra en la figura 4.3. Todos los tratamientos fueron finalizados con un temple al agua.

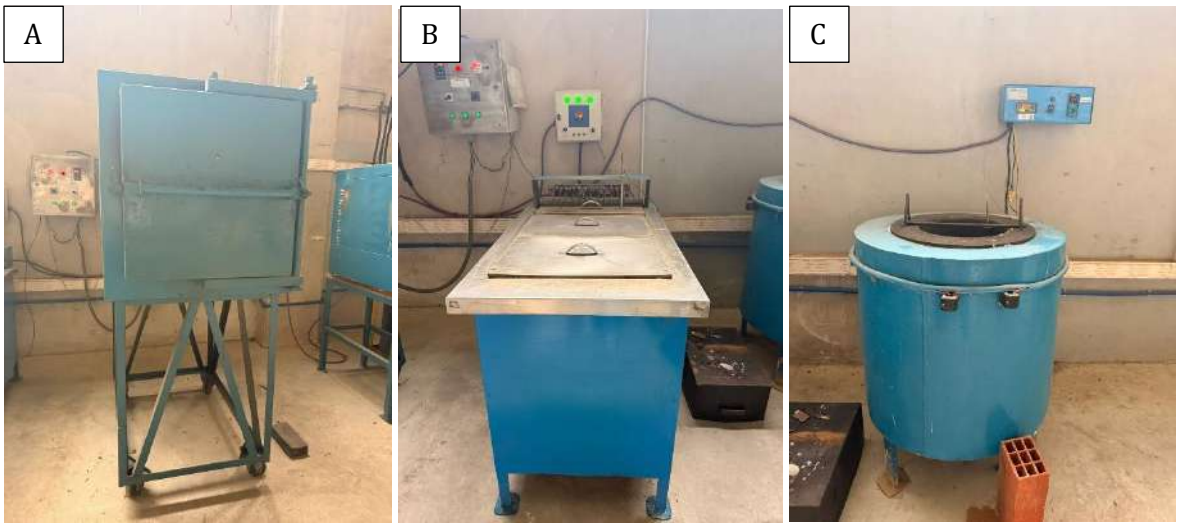


Figura 4.2. Hornos empleados para el ciclo termico. A) Austenizado a 920°C por 1 hora. B) Primer austempering a 330°C por 90 minutos. C) Segundo austempering a 230°C en distintos tiempos.

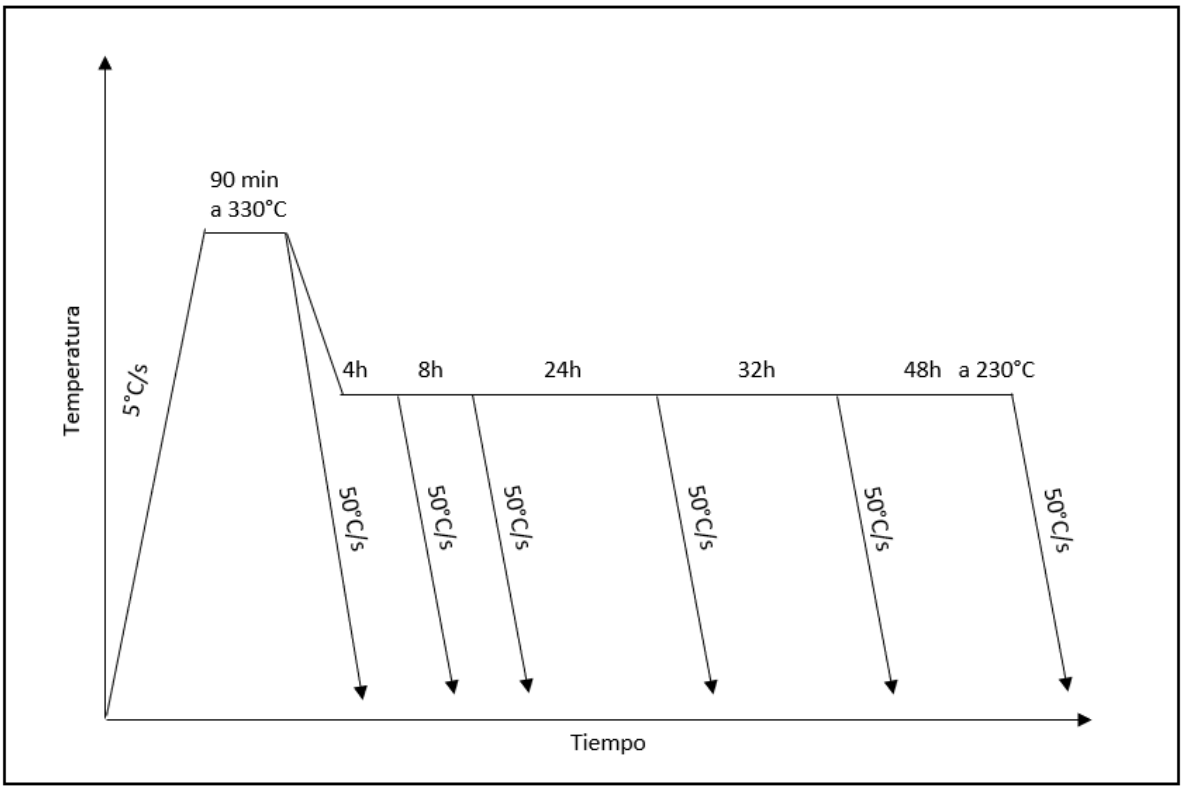


Figura 4.3. Ciclo térmico empleado.

.

Tabla 4.3 Identificación de muestras según su ciclo térmico.

Muestra	Austenizado	Primer austempering	Segundo austempering
M0	1 hora a 920 °C	90 minutos a 330 °C	-
M4			4 horas a 230 °C
M8			8 horas a 230 °C
M24			24 horas a 230 °C
M32			32 horas a 230 °C
M48			48 horas a 230 °C

4.6 Preparación metalográfica y reporte fotográfico

Luego del tratamiento térmico propuesto, se procedió a preparar metalográficamente la muestra para su posterior reporte fotográfico.

En primer lugar, las muestras se seccionaron a la mitad de su longitud y se realizó, sobre la cara transversal de la probeta, un proceso de desbaste sucesivo con lijas al agua de granulometrías entre 100-1000mesh. Luego, se realizó el pulido metalográfico en paño (pulido espejo), utilizando una suspensión de partículas de alúmina de 0,3 μm como abrasivo. Una vez culminado el proceso de pulido espejo, se lavó la muestra con alcohol isopropílico y se reveló la

microestructura por medio del uso de Nital 2% como reactivo químico. Las observaciones metalográficas se realizaron en un microscopio metalográfico invertido Leica DMI 3000M. Tanto el reporte fotográfico, a diferentes aumentos, como el procesamiento digital de las imágenes se desarrolló mediante el software Image Pro-plus.

4.7 Determinación de la austenita retenida

La determinación de la fracción de γ_{ret} se realizó por medio de ensayos de difracción de rayos X (DRX). Se utilizó un difractómetro Panalytical X´pre-Pro operado a 40 kV y 40 mA perteneciente al laboratorio de DRX del INTEMA. Los barridos se realizaron abarcando el intervalo de 2θ = [38- 86]° con pasos de 0,05 ° y un tiempo de conteo de cuatro segundos por paso, utilizando radiación de Cu Kα, conforme a la norma ASTM E 975. El análisis se realizó sobre la misma muestra que se usó para la observación metalográfica. La fracción de austenita retenida se determinó mediante el refinamiento por Rietveld de los patrones obtenidos, los cuales incluyen los picos {111, 200, 220} de la austenita y {200, 112, 022} de la ferrita, utilizando los programas X'Pert HighScore, X'Pert Data Viewer y Powder Cell (PCW) 2.4. Las mediciones se hicieron sobre todas las muestras.

4.8 Dureza

Se midió la dureza Rockwell C de todas las muestras con el uso de un durómetro universal Ibertest modelo DU-250, conforme los procedimientos establecidos por la norma ASTM E-18. Se tomaron tres mediciones y luego se calculó el promedio.

4.9 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las imágenes fueron obtenidas en un microscopio electrónico de barrido Zeiss Crossbeam 350 perteneciente al laboratorio de microscopía electrónica del INTEMA, empleando una apertura de 120 μm y un voltaje de 15 Kv. Las imágenes fueron tomadas a partir de lo recibido por el detector de electrones secundarios, los cuales brindaron información topográfica de la muestra.

5. Resultados y discusión

5.1 Austempering en una etapa

5.1.1 Estudio del avance de la transformación a 330 °C mediante ensayos de dilatometría

El seguimiento de la transformación a 330 °C se realizó a través del ensayo de dilatometría. En la figura 5.1 se puede ver la variación del cambio de longitud relativo (ΔL/L0) y de su derivada (DRCL) con el tiempo.

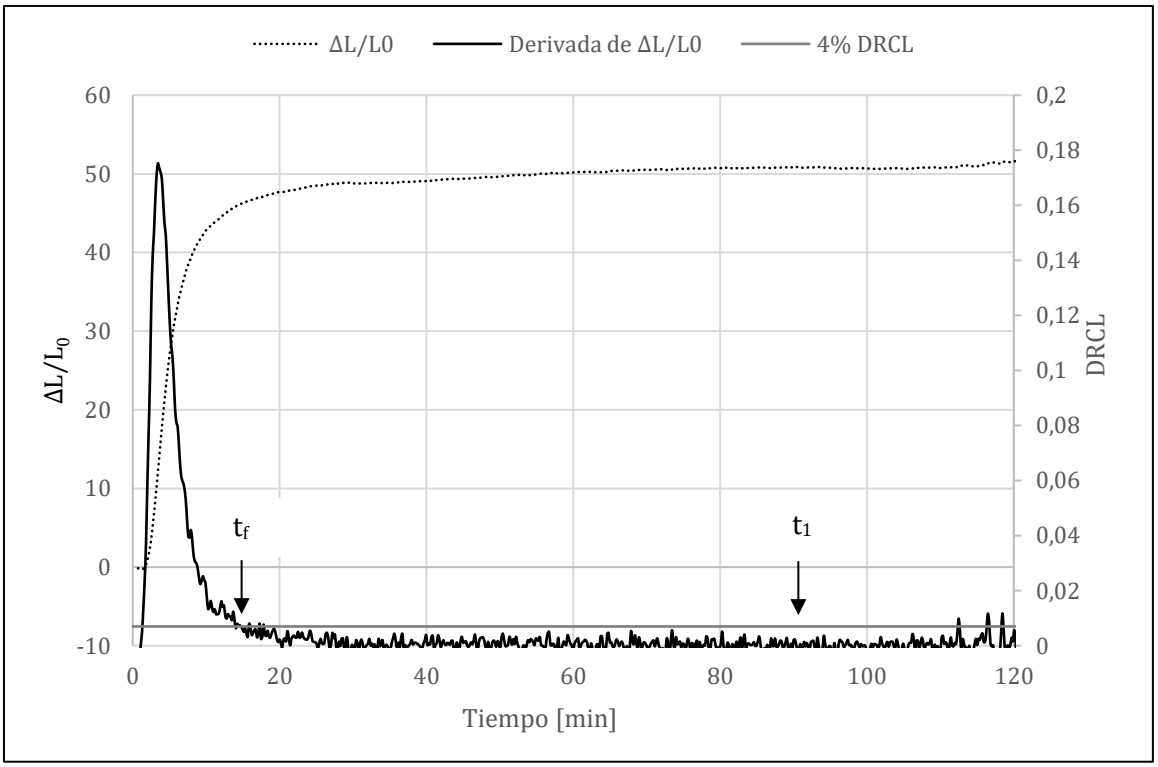


Figura 5.1. Variación del cambio de longitud relativo y de su derivada con el tiempo a 330 °C.

Se observa que la transformación inicia a los pocos segundos de alcanzada la temperatura del tratamiento y avanza rápidamente debido a la fuerza impulsora disponible a este subenfriamiento. Además, a los 14 minutos se alcanza el 4% de la DRCL (criterio adoptado para definir el stop de transformación bainítica), y a los 20 minutos la derivada se hace nula, indicando el cese de la transformación (Santajuana, 2019). El tiempo seleccionado para el tratamiento térmico (90 minutos) supera ampliamente este periodo, asegurando que el material ha alcanzado el estado de "reacción incompleta".

Es crucial entender que la estabilización de la curva dilatométrica no implica que toda la austenita se haya transformado. Debido al mecanismo desplazativo de la transformación bainítica, esta se detiene cuando el contenido de carbono en la austenita residual alcanza la curva T_0', donde las energías libres de la ferrita bainítica y la austenita se igualan, haciendo termodinámicamente imposible la formación de más ferrita bainítica (Bhadeshia, 2001). Por tanto, el hecho de que la curva dilatométrica muestre una estabilización de la dilatación no implica la ausencia de austenita retenida, sino que indica el fin de la transformación a esa temperatura particular.

5.1.2 Microestructura resultante

La figura 5.2 presenta la metalografía óptica, a distintos aumentos, de la muestra tratada con un solo ciclo de austempering (330 °C, durante 90 minutos) y atacada con Nital 2%. No se identificaron fases de alta temperatura, como perlita o ferrita equiaxial. Tampoco se obtuvo martensita de forma masiva. Se pueden notar una gran cantidad de pequeñas regiones claras entre las plumas de ferrita bainítica, que corresponden a austenita blocky. Naturalmente, el refinamiento microestructural y los posibles cambios microestructurales asociados a las heterogeneidades químicas presentes fundamentan la necesidad de utilizar técnicas de análisis complementarios y microscopía electrónica. En este sentido, el resultado de los ensayos de DRX sobre estas muestras indica que la fracción de austenita retenida es de aproximadamente 30 %. Del procesamiento de estos resultados, fundamentalmente de los parámetros de refinamiento de los picos de difracción, se determinó que el contenido de carbono en dicha fase es de 1,26 wt%. La determinación del %C promedio de la austenita blocky y film, se llevó a cabo a través del uso de la ecuación de Dyson y Holmes (1970), que correlaciona el parámetro de red de la austenita con su composición química como:

Ecuación 5.1. Formula de Dyson y Holmes para calcular el carbono disuelto en la austenita.

$$a_\gamma = 3{,}5780 + 0{,}033\%C_\gamma + 0{,}00095\%Mn_\gamma + 0{,}002\%Ni_\gamma + 0{,}0006\%Cr_\gamma + 0{,}0031\%Mo_\gamma + 0{,}0015Cu_\gamma$$

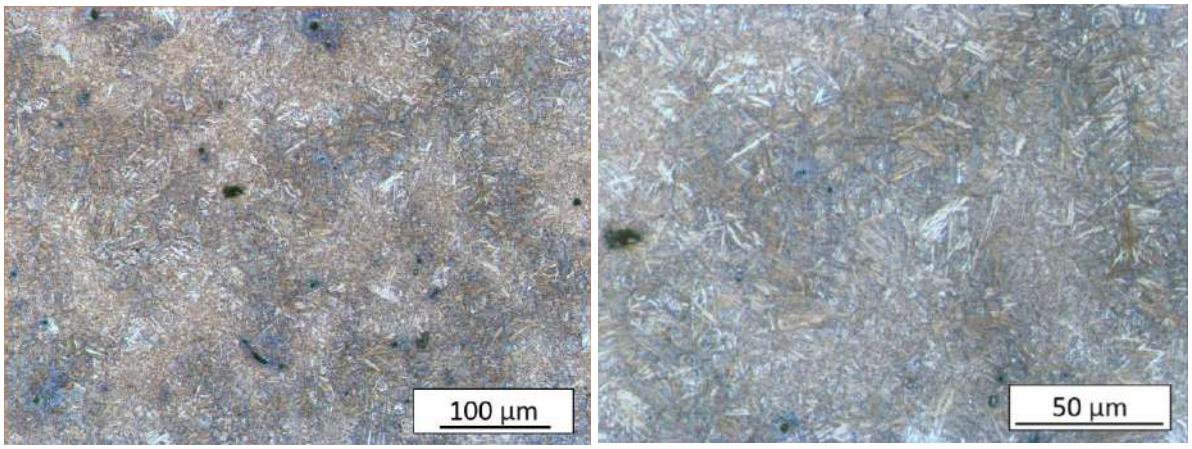


Figura 5.2. Microscopia óptica de la M_0. Atacada con Nital 2%

Por otro lado, las metalografías resultantes del uso de microscopía electrónica de barrido se presentan en la figura 5.3. Se observa la presencia de austenita film (γ_{film}) que coexiste con grandes regiones de austenita blocky (γ_{blocky}), en convivencia con una fase de morfología acicular asociada a la ferrita bainítica (α_b). Una limitación de la técnica de DRX es que no permite distinguir claramente la martensita de la ferrita bainítica. Esto se debe a que esta técnica utiliza los parámetros de red para identificar cada fase y la martensita tiene la estructura de una ferrita sobresaturada en C. Como consecuencia, sus picos se superponen. En el caso de las micrografías SEM de la muestra estudiada, no es posible identificar martensita, la cual se debería encontrar dentro de la austenita blocky. Esto se debe a que ésta estará menos enriquecida en carbono que la austenita film y, por ende, tendrá una menor Ms. La Ms promedio aproximada de la austenita retenida al final de la transformación, tras el enfriamiento se calculó con la ecuación 4.1 y resulto de -30,95 °C, lo cual es consistente con la ausencia de martensita en esta muestra.

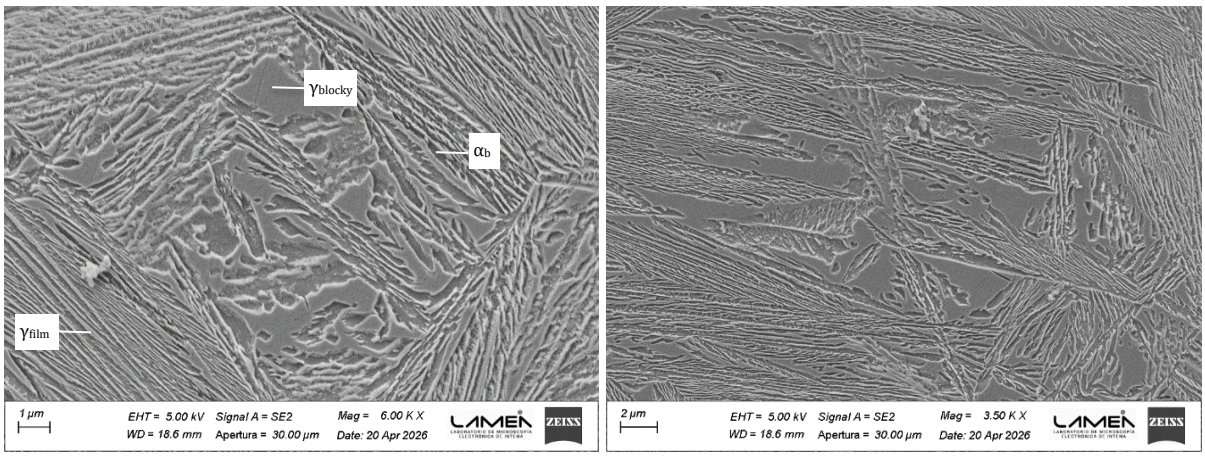


Figura 5.3. Imágenes obtenidas por SEM de la muestra M0.

Al analizar en mayor detalle la microestructura resultante en la muestra Mo, figura 5.4, se observa una marcada heterogeneidad en las dimensiones de las plumas de ferrita bainítica. En primer término, debe considerarse que el crecimiento de la ferrita bainítica está físicamente limitado por el tamaño del grano de la austenita previa, ya que las plumas no pueden atravesar los límites de grano de la fase madre. Por este motivo, es común identificar plumas que se extienden de extremo a extremo del grano de austenita (un ejemplo se señala con un recuadro blanco en la figura 5.4). Sin embargo, en la micrografía también se registran plumas que no logran completar dicho recorrido (ejemplo señalado con un recuadro negro en la figura 5.4). Este fenómeno se atribuye al incremento en la resistencia mecánica de la austenita residual a medida que avanza la transformación y se enriquece en carbono. Debido al carácter desplazativo de la formación de la bainita, el crecimiento de la ferrita requiere de una deformación plástica en la austenita circundante para acomodar el cambio de forma. Al aumentar la resistencia de la austenita madre, dicha deformación se vuelve más dificultosa, lo que termina por bloquear el movimiento de las interfaces austenita/ferrita bainítica antes de que la pluma alcance el límite de grano opuesto (Avisan B., 2017). Es por esto que las plumas que nuclean en estadios avanzados de la transformación resultan ser más cortas y finas que las iniciales, dando lugar a una distribución de tamaños de plumas que no es homogénea en todo el acero.

Por otro lado, de la observación de las figuras 5.4 y 5.3, no se evidencia la existencia de carburos. Esto es consistente con lo esperado en función del contenido de silicio propuesto para la composición química del acero en estudio. Es decir que, el 2 % de silicio que compone al acero estudiado cumplió su función de inhibir la precipitación de carburos durante 90 minutos.

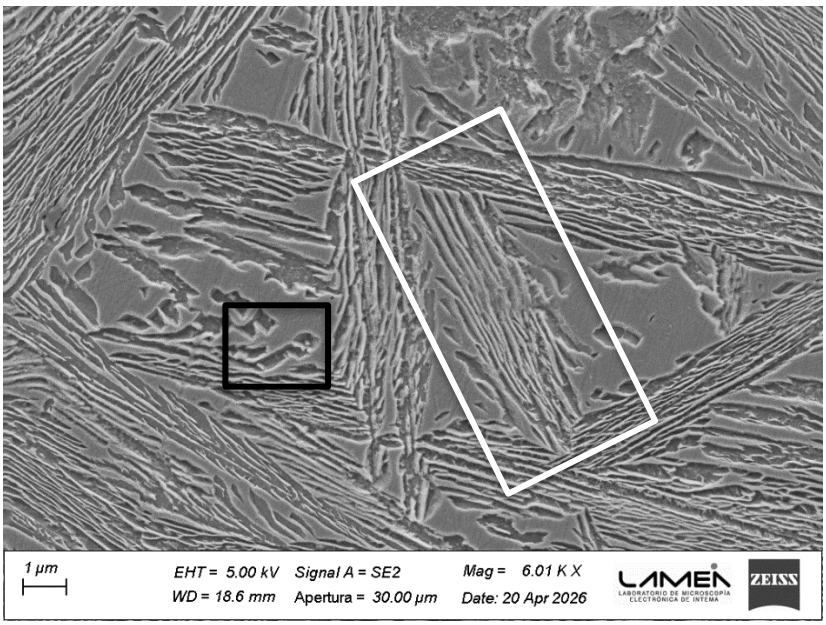


Figura 5.4. Micrografía SEM de la muestra M0.

5.1.3 Conclusiones parciales

Del estudio y análisis microestructural del acero colado de alto Si austemperado en una etapa a 330 °C durante 90 minutos, surgen las siguientes conclusiones:

- Se obtuvo una microestructura compuesta por ferrita bainítica y un aproximado de 30% de austenita retenida, libre de carburos, de fases de alta temperaturas y de martensita.
- El enriquecimiento de carbono permitió estabilizar térmicamente la austenita retenida a la temperatura de austempering evaluada, la transformación bainítica se detiene a los 14 minutos de tratamiento. La estabilización de la expansión dilatométrica permite establecer que, para este tiempo, se alcanza el límite de la reacción incompleta gobernada por la condición T_0'.
- La presencia significativa de austenita retenida blocky indica que el material posee el potencial para ser optimizado mediante una segunda etapa isotérmica.
- La supuesta ausencia de carburos indica que el efecto de retardo en la precipitación de carburos fue eficiente durante el tiempo que duro el ciclo térmico.

5.2 Austempering en dos etapas

5.2.1 Introducción de una segunda etapa de austempering

Como se explicó en la sección 2.2.2, la presencia de grandes bloques de austenita, poco enriquecidos en carbono, hace que el acero tenga baja estabilidad mecánica. La martensita fresh es una fase que se busca evitar por su baja tenacidad. Además, la austenita retenida, principalmente la austenita blocky, disminuye la resistencia global del acero. Es por esto que se busca minimizar su presencia y formar más ferrita bainítica a expensas de la austenita retenida.

En este contexto, se realizó un segundo austempering a una temperatura menor a la de la primera etapa del ciclo térmico. Es importante destacar que la temperatura seleccionada (230 °C) es menor que la Ms determinada para el acero sin tratar, es decir, considerando la composición química nominal del acero. Esto se debe a que, como se explicó previamente, la Ms depende de la composición del acero, principalmente del contenido de carbono. A medida que avanza la transformación bainítica el carbono particiona desde las plumas de la ferrita bainítica a la austenita circundante. Es así como un mayor enriquecimiento de esta disminuirá su Ms haciendo posible un segundo austempering a la temperatura seleccionada. Como se comentó en la sección 4.3, la Ms resultante para el final promedio de la muestra con un solo austempering resulto de -30,95 °C, haciendo posible un segundo austempering a 230 °C.

En esta segunda etapa a una menor temperatura se busca un mayor avance de la transformación que, a su vez, forme una nueva generación de ferrita bainítica más fina que la que precipitó en una primera instancia. La fase que se cree que estará más influenciada por este segundo austempering, es la austenita blocky, ubicada preferencialmente en las zonas LTF. La austenita film se presenta en finas laminas con alto enriquecimiento en carbono y es, por lo tanto, considerablemente más estable, ya que tendrá una menor Bs y Ms.

Otra consecuencia esperable es que al final de la transformación se obtenga menor cantidad de austenita retenida con un mayor enriquecimiento de carbono, lo cual aumentará tanto la resistencia de esta fase como su estabilidad, minimizando la posibilidad que transforme a martensita fresh por efecto TRIP.

La selección de distintos tiempos para el segundo austempering se lleva a cabo con el fin de determinar el tiempo óptimo tal que se maximicen los beneficios obtenidos por el ciclo térmico ensayado.

5.2.2 Microestructuras resultantes

Las metalografías ópticas resultantes de las muestras austemperadas en dos etapas, a diferentes tiempos se presentan en la figura 5.5. Al igual que para la muestra austemperada a 330 °C (en una sola etapa), se puede observar una estructura refinada, compuesta por fases de morfología acicular y zonas claras vinculadas a la austenita retenida. Para ninguno de los tiempos evaluados, se identificó la presencia de fases de alta temperatura como perlita o ferrita.

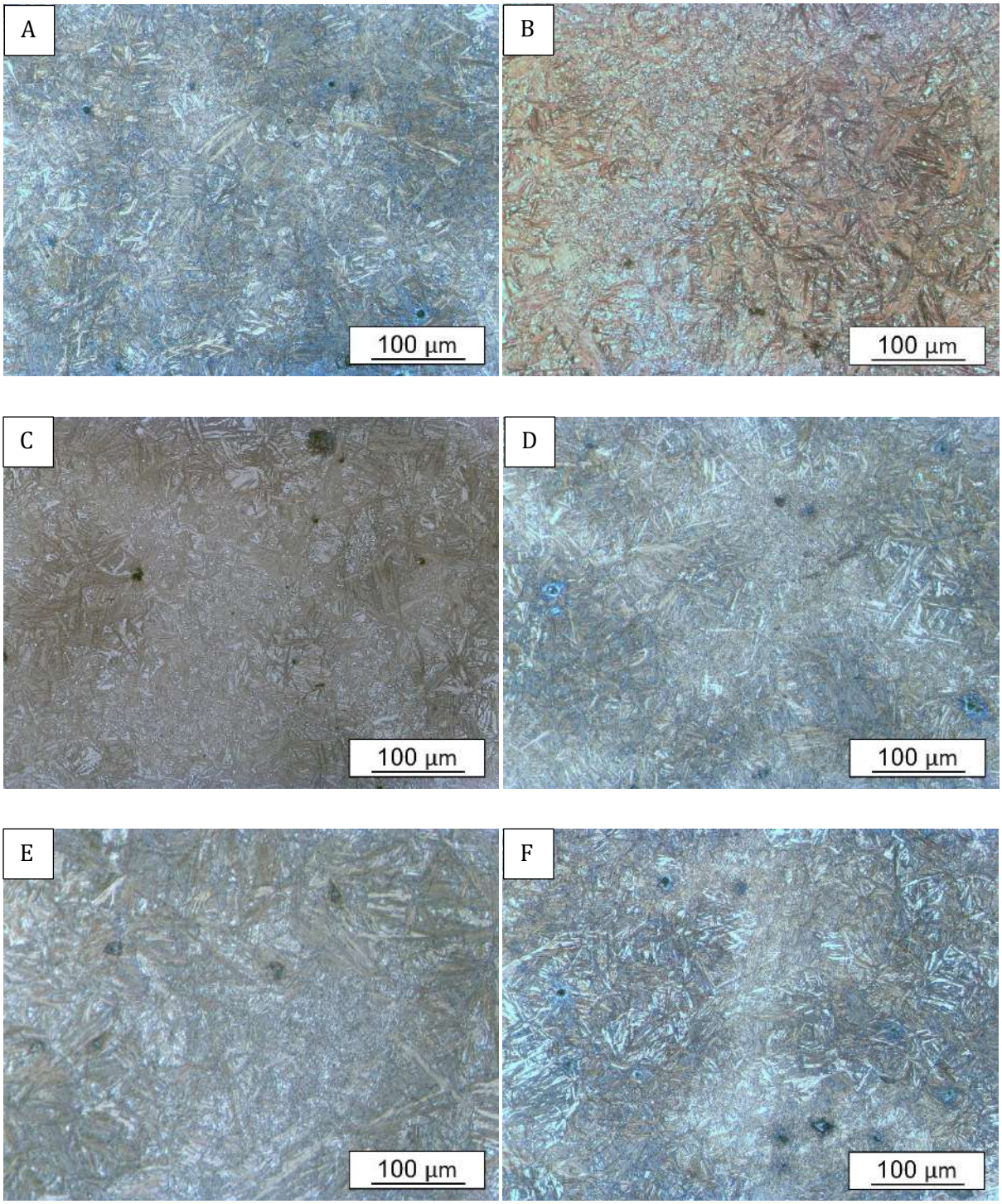
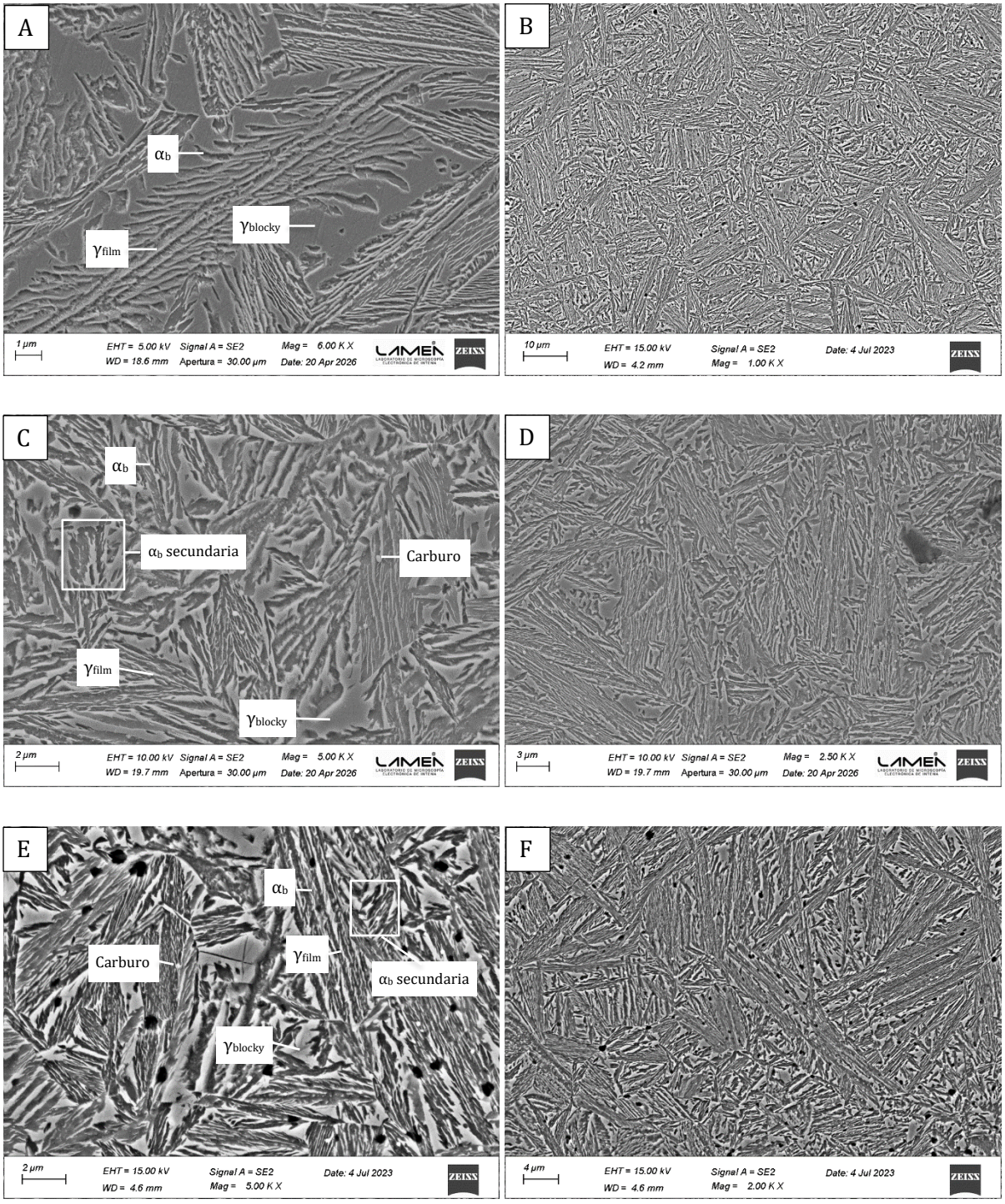


Figura 5.5. Micrografía de las muestras resultantes del austempering en dos etapas a diferentes tiempos, a 500X. Atacadas con Nital 2% A) Muestra 0. B) Muestra 4 C) Muestra 8. D)Muestra 24 E) Muestra 32 D) Muestra 48.

Mayores detalles se pueden observar al analizar las microestructuras obtenidas por medio de SEM, tal como se presentan en la figura 5.6. En primer lugar, como se esperaba, en la muestra M0 se evidencian bloques de austenita de mayor tamaño, los cuales, a su vez, están en mayor cantidad que los que se observan para el resto de las muestras. Esto permite inferir que parte de esta austenita blocky continuó transformándose durante la segunda etapa de austempering a la que se sometió al resto de las muestras.

Con respecto a la morfología de las fases, se evidencia que la muestra tratada en una sola etapa (M0) presenta plumas de ferrita bainítica considerablemente más gruesas que las observadas tras el segundo tratamiento térmico. La ferrita bainítica que se forma durante el segundo austempering (a 230 °C) nuclea y crece a expensas de los bloques de austenita residual que quedaron sin transformar en la primera etapa. Debido al enriquecimiento progresivo en carbono experimentado a 330 °C, esta austenita matriz posee una mayor resistencia mecánica, lo que restringe significativamente el crecimiento espacial de las nuevas placas. Sumado a esto, el brusco descenso de temperatura a 230 °C incrementa la fuerza impulsora disponible (mayor subenfriamiento), favoreciendo una alta tasa de nucleación. La combinación de una matriz austenítica fuerte y una alta fuerza impulsora da como resultado la formación de una 'ferrita bainítica secundaria' (identificada en la Figura 5.6) a una escala notablemente más fina. Es fundamental destacar que la nucleación de esta segunda generación de ferrita bainíticaes posible debido a que el enfriamiento a 230 °C elude la condición de reacción incompleta alcanzada a 330 °C, restaurando la inestabilidad termodinámica necesaria para que la transformación prosiga en la austenita blocky (García-Mateo & Caballero, 2011).


A
α_b
γ_{blocky}
γ_{film}
1 µm
EHT = 5.00 kV
WD = 18.6 mm
Signal A = SE2
Apertura = 30.00 µm
Mag = 6.00 K X
Date: 20 Apr 2026
B
10 µm
EHT = 15.00 kV
WD = 4.2 mm
Signal A = SE2
Mag = 1.00 K X
Date: 4 Jul 2023
C
α_b
α_b secundaria
Carburo
γ_{film}
γ_{blocky}
2 µm
EHT = 10.00 kV
WD = 19.7 mm
Signal A = SE2
Apertura = 30.00 µm
Mag = 5.00 K X
Date: 20 Apr 2026
D
3 µm
EHT = 10.00 kV
WD = 19.7 mm
Signal A = SE2
Apertura = 30.00 µm
Mag = 2.50 K X
Date: 20 Apr 2026
E
α_b
Carburo
γ_{film}
α_b secundaria
γ_{blocky}
2 µm
EHT = 15.00 kV
WD = 4.6 mm
Signal A = SE2
Mag = 5.00 K X
Date: 4 Jul 2023
F
4 µm
EHT = 15.00 kV
WD = 4.6 mm
Signal A = SE2
Mag = 2.00 K X
Date: 4 Jul 2023

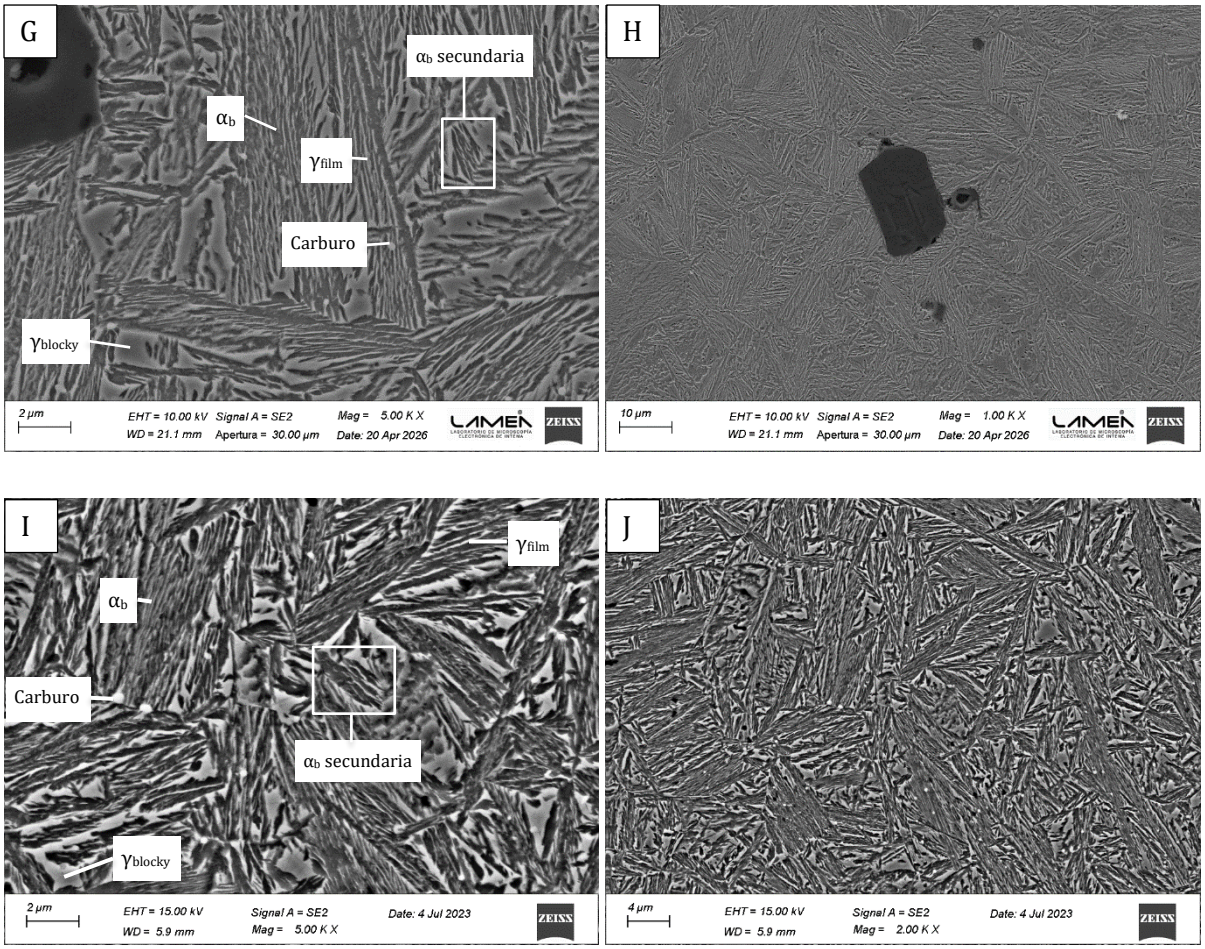


Figura 5.6. Micrografías SEM de las muestras A y B) M0. C y D) M4. E y F) M24. G y H) M32. I y J) M48.

Un aspecto relevante observado en las micrografías es la notable uniformidad y reducido espesor de los films de austenita retenida situados entre las placas de ferrita bainítica. Esta característica microestructural está intrínsecamente vinculada al proceso de partición de carbono durante el crecimiento de las placas de ferrita bainítica. Debido a la casi nula solubilidad del carbono en la ferrita bainítica, el exceso de soluto es reyectado hacia la interfase α_b/γ en distancias de difusión sumamente cortas a las temperaturas de austempering ensayadas. Este enriquecimiento local eleva rápidamente la concentración de carbono en la γ_{film} hasta alcanzar el límite termodinámico definido por la línea T_0', punto en el cual la formación de nueva ferrita se detiene por la estabilización química y mecánica de la fase matriz. Como consecuencia, los films de austenita resultantes poseen muy bajos espesores y constantes en toda la microestructura, lo cual es fundamental para la integridad mecánica del acero, dado que su reducido tamaño aumenta su estabilidad frente a la transformación martensítica inducida por deformación en comparación con los bloques de mayor tamaño.

5.2.3 Influencia de la microsegregación: diferencias entre zonas LTF y FTF

La influencia de la microsegregación química, inherente al proceso de colada, sobre la respuesta del material al tratamiento térmico de austempering en dos etapas se puede observar tanto en las metalografías ópticas como en las electrónicas (SEM). Vale la pena recordar que la solidificación dendrítica de la austenita primaria divide la microestructura en dos regiones: las primeras zonas en solidificar (FTF) y las últimas zonas en solidificar (LTF). Al observar las metalografías ópticas de la figura 5.5, es posible identificar la heterogeneidad microestructural general, fundamentalmente vinculada por la observación de diferentes cantidades de austenita retenida en las zonas LTF y FTF. Mayores detalles microestructurales se pueden identificar al analizar, para cada muestra evaluada, las micrografías SEM tanto para las zonas FTF como para las LTF respectivamente, tal como se presenta en las figuras 5.7 y 5.8.

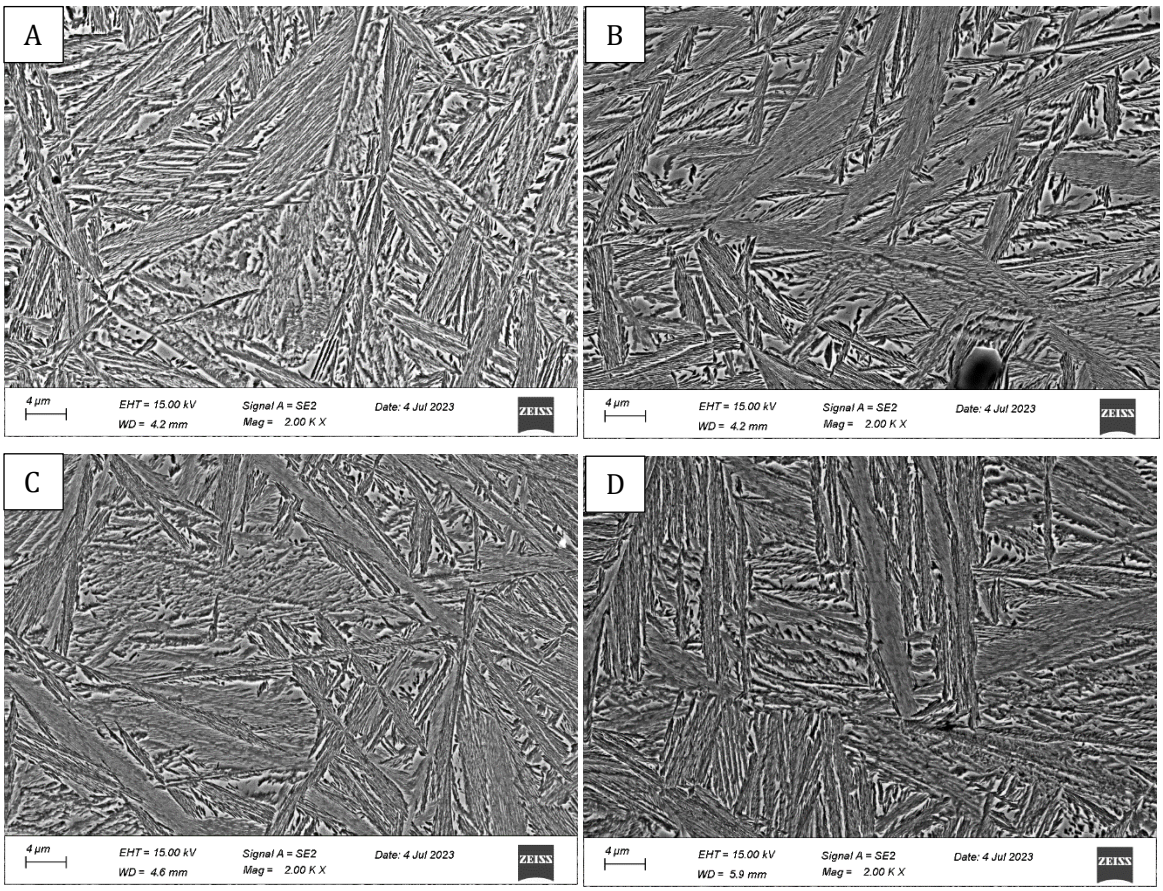


Figura 5.7. Metalografías SEM. Zonas FTF de las muestras A) M_0 B) M_4 C) M_{24} D) M_{48}

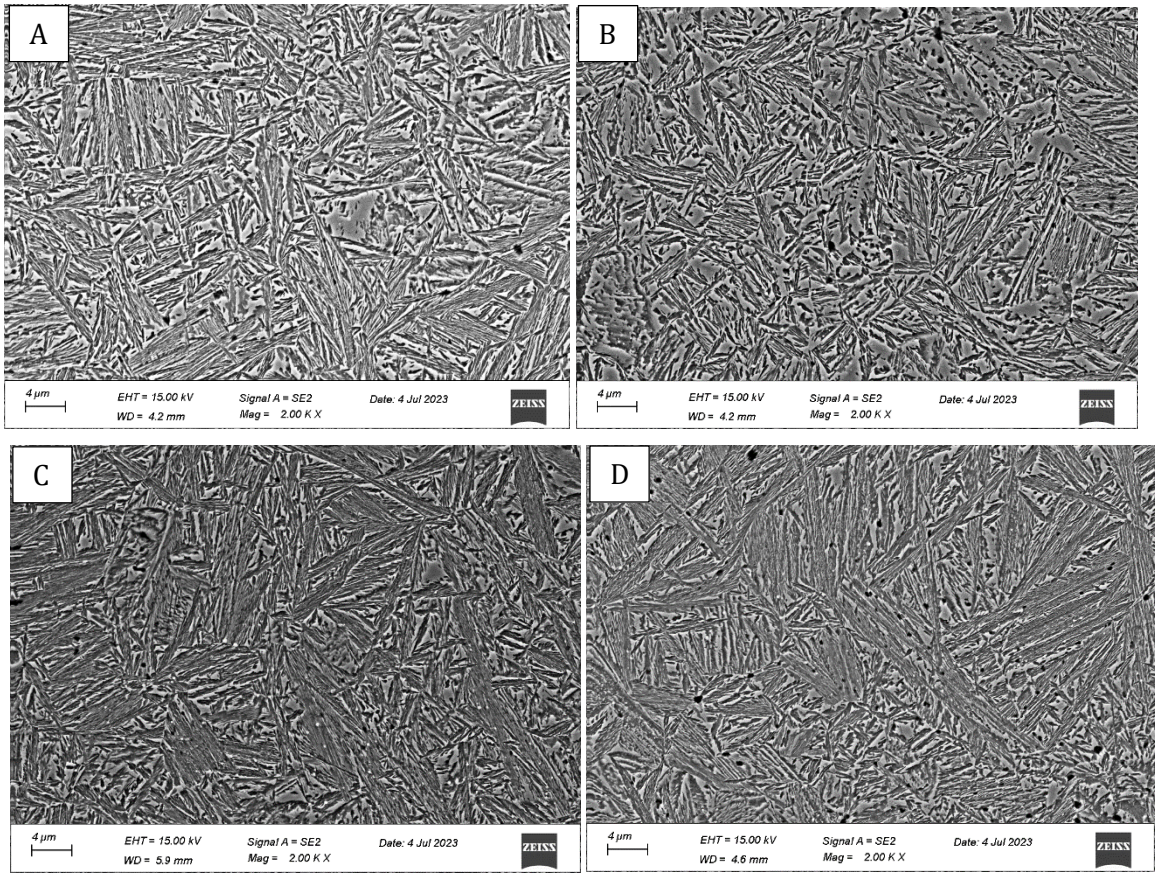


Figura 5.8. Metalografías SEM. Zonas LTF de las muestras A) M_0 B) M_4 C) M_{24} D) M_{48}

Las micrografías de las zonas FTF (figura 5.7) muestran una estructura formada principalmente por plumas de ferrita bainítica de morfología comparativamente gruesa y homogénea, con austenita film entre dichas plumas. A lo largo de la evolución temporal del tratamiento (M_0 → M_{48}), no se observan cambios apreciables en la morfología general de estas zonas. Esto se puede explicar por el hecho de que las regiones FTF son más pobres en elementos solutos estabilizadores de la austenita (como Mn y C) y en endurecedores por solución sólida (como Si) debido al coeficiente de partición $k < 1$ de estos elementos. Al tener menor contenido de aleantes, la austenita en las zonas FTF posee una menor estabilidad termodinámica y una temperatura Bs más alta. Esto promueve una transformación bainítica rápida y extensa durante la primera etapa del tratamiento. Por el contrario, las zonas LTF (figura 5.8) presentan una microestructura más refinada. A diferencia de las FTF, las zonas LTF muestran una distribución más heterogénea de tamaños de ferrita bainítica, especialmente visible en las muestras austemperadas en dos etapas.

La morfología de la austenita retenida es predominantemente blocky en las zonas LTF. La alta concentración de solutos estabilizadores permite retener bloques más grandes que pueden ser poco estables mecánica y termodinámicamente si no se enriquecen lo suficiente en carbono.

La comparación entre las zonas FTF y LTF demuestra que el tratamiento de austempering en dos etapas actúa selectivamente, teniendo su mayor impacto en las zonas LTF. Mientras que las zonas FTF transforman casi completamente a alta temperatura, las zonas LTF retienen el potencial de transformación. La segunda etapa a 230°C aprovecha esta austenita retenida blocky para lograr un mayor avance de la transformación, llevando a un refinamiento de grano y enriquecimiento de la austenita residual. Este comportamiento coincide con lo observado por Avishan (2017), quien señala que la heterogeneidad química en aceros colados de alto silicio puede ser reducida mediante ciclos térmicos diseñados para agotar la austenita en las regiones segregadas, homogeneizando así la respuesta mecánica global del componente.

5.2.4 Formación de carburos

Un punto importante para destacar es la observación de la presencia de carburos en las muestras que se trataron en dos etapas de austempering, los cuales tienen forma de esfera y una tonalidad clara, tal como se ejemplifica en la figura 5.6, para las diferentes muestras evaluadas. Se observa que estos carburos ya han precipitado para las 4 horas de tratamiento isotérmico (M4). Un detalle de los carburos presentes en las muestras M24, M32 y M48 se presenta en la figura 5.9. Se puede ver que se forman preferentemente en las zonas LTF, ya que se espera que esta posea más carbono que la FTF debido a la partición de este elemento durante la transformación hacia las zonas LTF. Por otro lado, es posible notar que los carburos se ubican en las zonas donde se encuentra la austenita film, lo cual es coherente con lo reportado por Saha Podder y Bhadeshia (2010) que dicen que como esta fase tiene una alta concentración de carbono será más propensa a la precipitación de carburos que la austenita blocky. Si se comparan los carburos de las 3 muestras, se puede identificar una tendencia al aumento en el tamaño de carburos a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, lo que podría indicar una coalescencia de estos.

Con el fin de determinar qué tipo de carburos precipitaron en las muestras, se realizó un análisis por medio de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDS), el cual permite realizar un análisis químico semicuantitativo sobre una región puntual o un área de la muestra en estudio. Dicho análisis se desarrolló sobre las muestras M4 y M32, utilizando un potencial de 15keV. Los resultados se listan en la tabla 5.1.

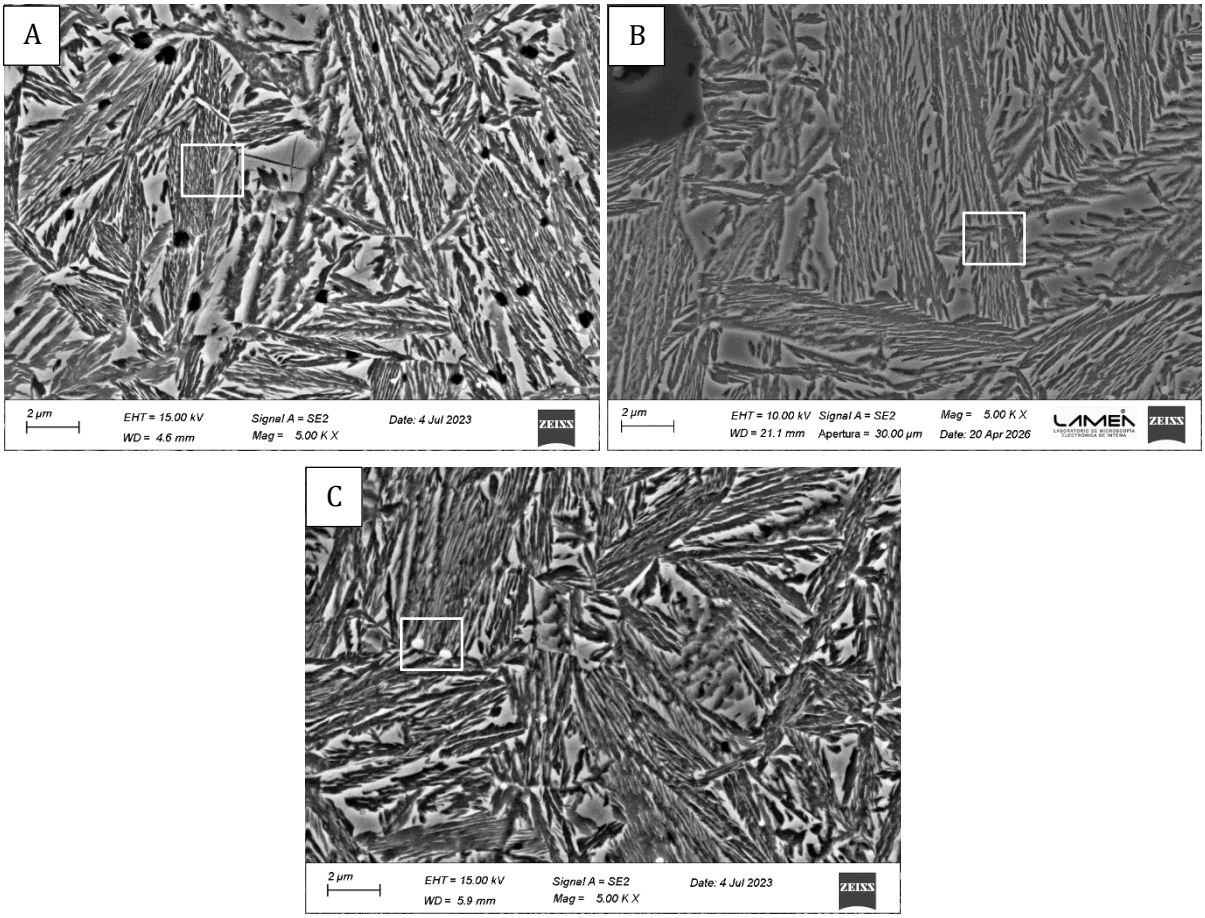


Figura 5.9. Carburos en las muestras A) M24. B) M32. M) M48

Tabla 5.1 Análisis de EDS sobre los carburos presentes en las muestras M4 y M32, reportados en % peso.

		Fe	Mo	Cr	Si
M4	**Carburo 1**	74,5 ± 2,7	8,8 ± 0,60	5,5 ± 2,1	2,8 ± 0,3
	Carburo 2	73,1 ± 2,4	10,7 ± 0,90	6,6 ± 2,7	2,8 ± 0,3
M32	**Carburo 3**	84,6 ± 3,0	1,0 ± 0,4	7,8 ± 3,0	2,4 ± 0,3

En primer lugar, para analizar los resultados es importante comparar el tamaño de los carburos identificados con el volumen de interacción de la técnica EDS (efecto de volumen de interacción). En cuanto al tamaño, los mismos pueden ser cuantificados aproximadamente por medio de las imágenes SEM, de donde surge que tanto el carburo 1 como el 2 presentan un diámetro de aprox. 0,24µm, mientras que el carburo 3 presenta un diámetro de 0,26µm, tal como se observa en la figura 5.10, respectivamente.

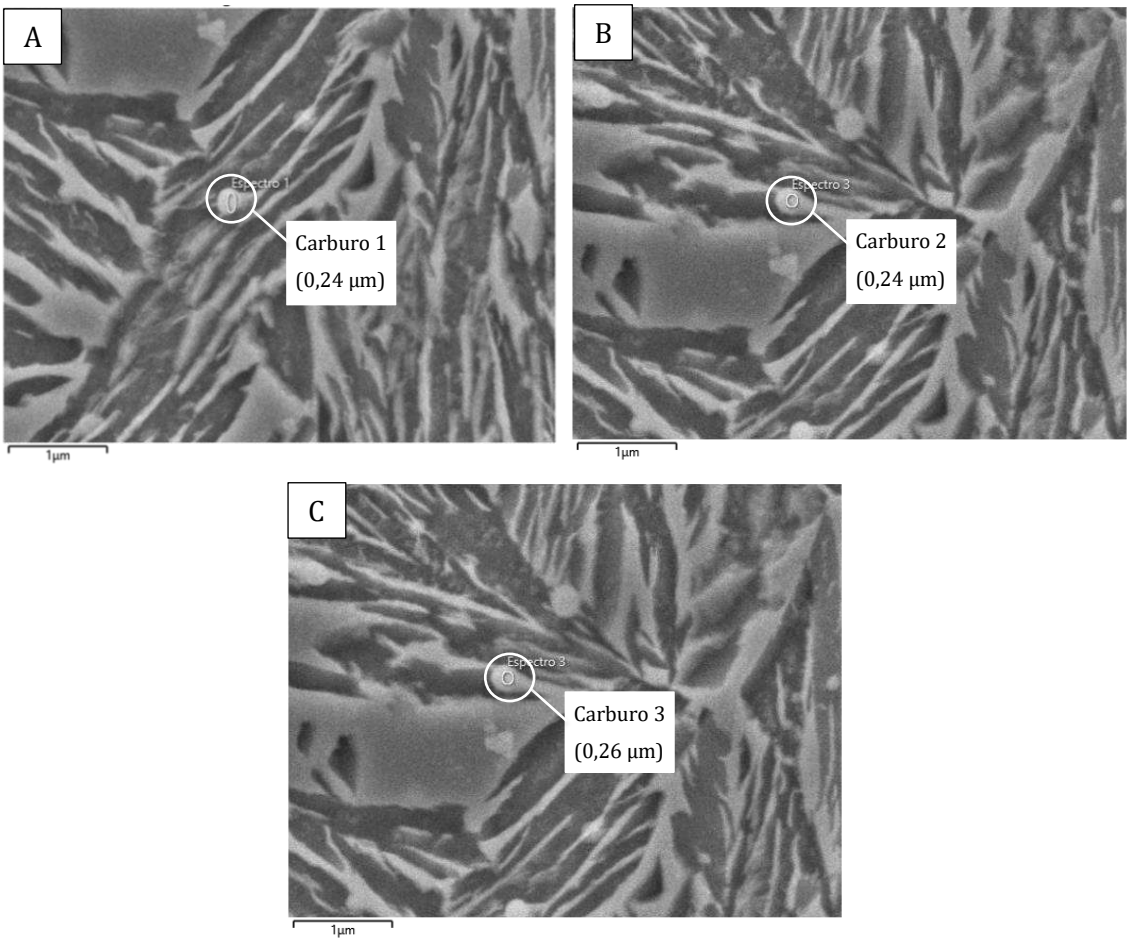


Figura 5.10. Micrografía SEM de los carburos analizados por medio de EDS. A) Carburo 1(M4), B) Carburo 2 (M4), C) Carburo 3 (M32)

En cuanto al volumen de interacción, existen varias ecuaciones empíricas para calcular la profundidad máxima de penetración de los electrones (rango de electrones, Re). Una de las más utilizadas y precisas para el análisis de rayos X es la ecuación de Anderson-Hasler (Anderson y Hasler, 2013).

$$Re = \frac{0{,}064.\,(E_0^{1{,}68} - E_c^{1{,}68})}{\rho}$$

donde,

- Re: Profundidad o rango de emisión en micrones (µm).
- E_0: Voltaje de aceleración del haz (en keV).
- E_c: Energía de corte crítica (Critical Activation Energy) en keV para la línea de rayos X del elemento que se está midiendo
- ρ: Densidad del material en g/cm^3

Considerando que se utilizó un potencial de 15keV, y una densidad promedio de 7,8g/cm^3, es posible determinar el rango de emisión promedio (Re) tal como se presenta en la Tabla 5.2.

Tabla 5.2. Determinación del Re conforme la ecuación de Anderson-Hasler.

Elemento	Fe	Mo	Cr	Si
Línea espectral	K_α	L_α	K_α	K_α
Ec (keV)	6,4	2,52	5,99	1,84
Re (µm)	0,58	0,73	0,6	0,75

De la comparación de estos resultados con los tamaños de los carburos analizados, resulta que los rangos de emisión promedio determinados son superiores, en todos los casos, al tamaño de los carburos presentes y, en consecuencia, no son resultados fiables en términos absolutos. Por ejemplo, se puede asumir que el %Si identificado corresponden casi con totalidad a la matriz. Del mismo modo, es posible afirmar que los porcentajes reales de Mo y Cr dentro del nanocarburo estén "diluidos" en el resultado presentado.

Sin embargo, estos resultados se consideran válidos y sumamente útil para ser utilizados en el análisis de las tendencias de los mismos, fundamentalmente respecto al Mo. Si se considera la relación Mo/Cr para cada carburo, se observa que los carburo 1 y 2 tienen una relación cercana a 1,6, mientras que el carburo 3 ronda en 0,12. Esto da un indicio claro que el carburo 3 es una fase diferente al 1 y al 2. La identificación de Mo en esos porcentajes refuerza la idea de la influencia del Re sobre la medida.

Se puede ver que los carburos analizados en la M4 parecen ser carburos complejos aleados con Mo y Cr, mientras que para el caso del carburo analizado en la M32 se corresponderían a un carburo principalmente aleado con Cr. Esta distinción también da indicios del momento en los que se podrían haber formado. Dado que el molibdeno tiene una energía de activación para la difusión mucho más alta que el cromo y el carbono a las temperaturas de austemping utilizadas (entre Bs y Ms), el Mo no podría difundir para participar en la nucleación de nuevos carburos, lo que permite inferir que la ausencia de Mo en el carburo 3 implica una precipitación *durante* el austempering (precipitación secundaria). En cuanto a los carburos 1 y 2, se estima que su origen podría ser previo al autempering, fundamentalmente vinculado por la presencia de Mo. La clarificación del origen de estos carburos y el análisis estadístico riguroso excede el alcance de este trabajo.

La presencia de estos carburos podría tener impacto en las propiedades mecánicas finales. En las muestras tratadas con dos ciclos de austempering se espera que, por un lado, aumente la resistencia por el refinamiento estructural. Por otro lado, es posible que se reduzca la tenacidad por la presencia de carburos.

5.2.5 Evolución microestructural en función del tiempo de la segunda etapa de austempering

Los resultados de la cuantificación del porcentaje de austenita retenida en función del tiempo de tratamiento de austemperado (segunda etapa), y la cantidad de carbono en la austenita retenida calculada se presenta en la figura 5.11.

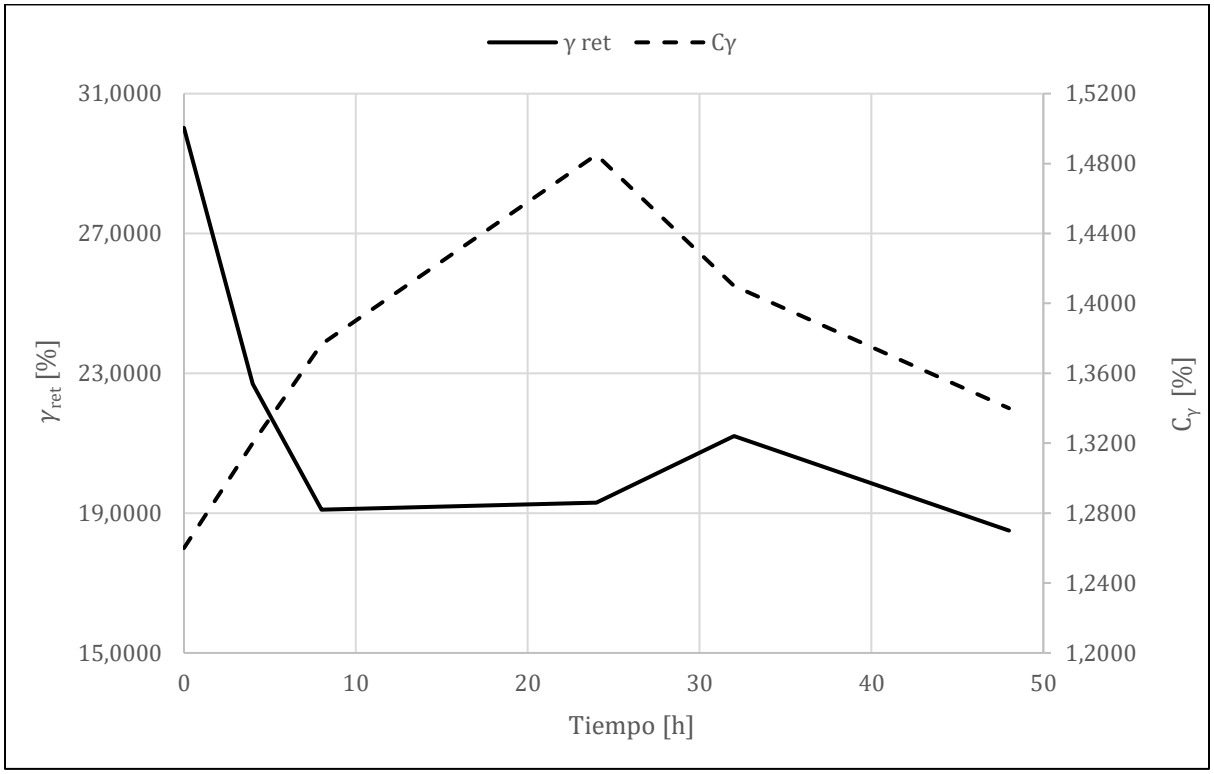


Figura 5.11. Austenita retenida y su contenido de carbono en función del tiempo del segundo austempering.

En las muestras de menores tiempos (M4, M8), se observa una tendencia de incremento progresivo en el contenido de carbono de la austenita, acompañado de variaciones en su fracción volumétrica.

El material de partida (M0), proveniente de la primera etapa a 330°C, contiene austenita retenida con un contenido de carbono de 1,26wt%, tal como fue calculado en la sección 5.2.2. Al someter este material a una segunda etapa a menor temperatura (230°C), se incrementa el subenfriamiento y, por ende, la fuerza impulsora para la transformación (Bhadeshia, 2001). Esto reactiva la nucleación de nuevas placas de ferrita bainítica (ferrita bainítica secundaria) dentro de los bloques de austenita inestable que no transformaron en la primera etapa. A medida que avanza esta transformación, la ferrita bainítica, que tiene una solubilidad de carbono muy baja, expulsa el carbono hacia la austenita residual circundante. Dado que la presencia de silicio

(2,06wt%) retarda la formación de cementita, el carbono permanece en solución sólida, enriqueciendo la austenita.

En la muestra sometida a un solo austempering a 330°C, se alcanza la condición de T'_0 con un grado de avance de la transformación bainítica menor que en el resto de las muestras. Es por esto que la proporción de austenita retenida con bajo contenido de carbono es mayor en la muestra sometida a una sola etapa de austempering que en aquellas sometidas también a otra etapa a una menor temperatura. Estos resultados son consistentes con las observaciones metalográficas presentadas en secciones previas.

Si bien es notorio que la transformación avanzo en las muestras M4 y M8 con la consecuente reducción de austenita retenida y aumento de su concentración de carbono, por lo visto en las micrografías se sabe que también precipitaron carburos en estas muestras. Sin embargo, si se analiza el enriquecimiento de carbono de la austenita, parece ser que la cantidad de carburos que precipitaron no son significativos.

En la muestra M24, se registra un máximo en el contenido de carbono mientras que la fracción de austenita retenida no varía con respecto a la muestra de 8 horas.

En base a estos resultados, se estima que la muestra alcanzó la condición de reacción incompleta (T_0') para un tiempo entre las 4 y 8 horas. Este hecho hará que para las 24 horas se haya alcanzado el nivel máximo de avance de la transformación bainítica a 230°C y, por ende, la cantidad mínima de austenita retenida posible para las condiciones ensayadas. Una vez que la transformación cesó, al mantener la muestra a 230°C se favorecerá la difusión del carbono de la ferrita bainítica a la austenita retenida circundante, dado que es la condición más favorable en términos termodinámicos, obteniendo así una austenita con mayor enriquecimiento de carbono. Este fenómeno es característico del proceso de auto-revenido que suele ocurrir en ciclos térmicos de austempering a altos tiempos. Es decir, hay un flujo de carbono de la ferrita bainítica a la austenita retenida.

En comparación con el resto de las muestras, en este tiempo se obtiene la austenita con mayor enriquecimiento de carbono y, por lo tanto, más estable.

Para las muestras M32 y M48, la cantidad de austenita retenida se mantiene aproximadamente estable si se considera el error en la medición. Sin embargo, se nota una disminución del contenido de carbono en la austenita.

Este comportamiento, como se detalló en la sección teórica 2.2.6, marca el inicio del estadío de sobreenvejecimiento. Aunque el alto contenido de silicio retrasa la precipitación de cementita, no la evita indefinidamente. Según Bhadeshia (2015), en tratamientos isotérmicos prolongados, la austenita enriquecida eventualmente precipita carburos (como carburos épsilon o cementita) para reducir su energía libre. La precipitación de carburos consume el carbono que estaba en solución sólida en la austenita, provocando la disminución del Cγ. Si bien en las micrografías del resto de las muestras también se identificaron carburos, es notorio ver como en las muestras de mayores tiempos aumenta la cantidad de carburos que precipitan. Estas observaciones son consistentes con el análisis desarrollado en la sección 5.2.4.

Se podría dar el caso de que, si la austenita pierde el suficiente carbono, vuelva a ser posible el avance de la transformación bainítica a partir de esta austenita pobre en C. Sin embargo, en este caso el principal cambio se dará en la austenita film ya que es donde precipitan los carburos. Dicha austenita, dado a su morfología y elevada concentración de C, no será propensa a transformar a ferrita bainítica incluso cuando su concentración en carbono disminuye.

5.2.6 Dureza

En la figura 5.12 se muestra la variación de la dureza Rockwell C en función del tiempo del segundo austempering.

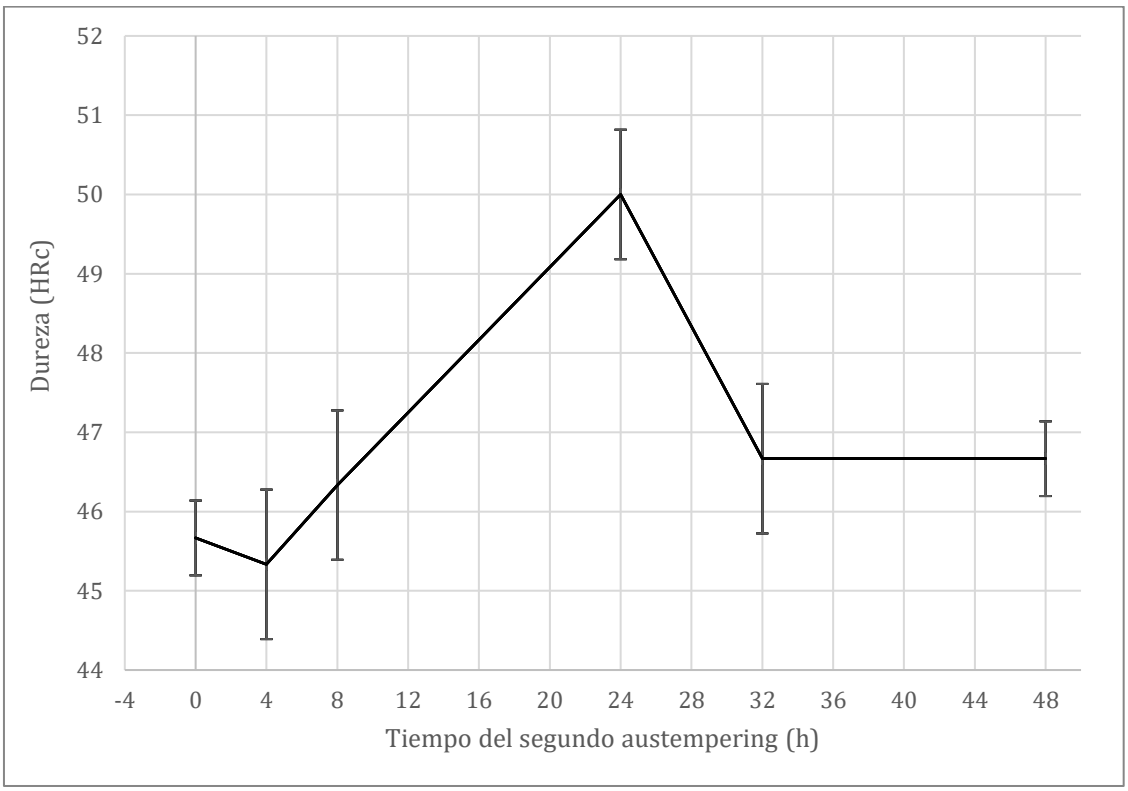


Figura 5.12. Variación de la dureza con el tiempo del segundo austempering.

Se observa una tendencia donde la dureza se mantiene estable inicialmente, aumenta hasta alcanzar un máximo en la muestra de 24 horas, y luego sufre una caída abrupta en los tiempos prolongados (M32, M48). Como se detalló en la revisión bibliográfica (Secciones 2.2.6 y 2.2.7), este comportamiento no responde a una única variable, sino a una compleja competencia entre mecanismos de endurecimiento y mecanismos de ablandamiento.

En los resultados de dureza correspondientes a las primeras etapas del segundo tratamiento isotérmico (muestras de 0, 4 y 8 horas), se observa una meseta donde los valores se mantienen prácticamente constantes si se contempla el error asociado a cada medición. En las muestras M4 y M8 se esperaría un aumento de la dureza asociado con el refinamiento microestructural generado por la precipitación de una segunda generación de ferrita bainítica más fina que la que precipitó en la muestra M0. Además, como se vio en los resultados de DRX, disminuye la cantidad de austenita retenida, que es la fase blanda de la microestructura si se la compara con la ferrita bainítica. Por otro lado, la austenita se enriquece en carbono, lo que la vuelve una fase más resistente en comparación con la austenita retenida de la muestra inicial. En las micrografías SEM (figura 5.9) se evidencia la presencia de carburos, lo cual podría aumentar la dureza. Sin embargo, los resultados del DRX muestran un enriquecimiento en carbono de la austenita residual, el cual se esperaría que disminuya si precipitan los suficientes carburos. Es así que, con la información obtenida en el presente trabajo, no se puede concluir si la cantidad de carburos precipitados en las muestras M4 y M8 son significativos como para influir en las propiedades mecánicas del material.

Si bien se espera que los factores explicados anteriormente contribuyan a un aumento en la dureza global del acero, otro fenómeno ocurre por el tiempo prolongado al que se someten las muestras en el ciclo térmico estudiado. El auto-revenido del acero produce una disminución de la dureza en el material generado por la difusión del carbono de la ferrita bainítica hacia la austenita circundante. Esto disminuirá la sobresaturación en carbono de la ferrita bainítica, reduciendo así las tensiones residuales y la densidad de dislocaciones presentes en esta fase, que se espera que sea la fase que más contribuya a la dureza del material.

Se puede decir entonces que en las muestras M4 y M8 se genera un balance entre los factores que contribuyen al aumento de la dureza con los que generan un ablandamiento en el material haciendo que la dureza global se mantenga aproximadamente constante.

En la muestra M24 se observa un pico máximo en la dureza. Como se vio en el punto anterior, la cantidad de austenita retenida es igual que en la muestra M8, dando indicio de que la transformación llego a su máximo grado de avance a 230°C. Sin embargo, esta austenita está más

enriquecida en carbono, lo que como ya se explicó anteriormente, genera un aumento en la dureza de esta fase. Por el tiempo considerablemente mayor en el que se trató en comparación con la muestra anterior y el enriquecimiento de carbono de la austenita retenida, se puede deducir que en esta muestra la degradación de la ferrita bainítica es significativamente mayor que en las anteriores muestras. Esto podría generar una mayor precipitación de carburos, lo que se espera que contribuya a un aumento en la dureza global del material por el fenómeno de endurecimiento por precipitación. Es así como pesa más en el balance de factores el enriquecimiento de la austenita retenida en carbono y la precipitación de carburos que la disminución de carbono de la ferrita bainítica, generando así el máximo de dureza de las muestras analizadas.

Al estudiar los resultados de dureza correspondientes a las muestras M32 y M48, se evidencia una reducción drástica del valor máximo alcanzado a las 24 horas. Está marcada caída en la dureza sugiere que el material entro en una etapa de sobreenvejecimiento, donde los mecanismos de ablandamiento microestructural superan a los fenómenos de endurecimiento. La exposición del material durante 32 y 48 horas a la temperatura de tratamiento promueve procesos de recuperación térmica en la red de ferrita bainítica. Este tiempo extendido facilita el movimiento y la eliminación parcial de las dislocaciones generadas durante las primeras etapas de la transformación, reduciendo así las tensiones internas y generando un ablandamiento generalizado de la matriz continua. Por otro lado, si bien en estos tiempos se espera una mayor precipitación de carburos, tal como se evidencia de los resultados del DRX, los tiempos prolongados a alta temperatura pueden generar una coalescencia de carburos que disminuye significativamente el efecto de endurecimiento por precipitados esperado en estas muestras. Además, la concentración de carbono en la austenita retenida disminuye, lo que genera una disminución de la dureza de esta fase.

5.2.7 Conclusiones parciales

A partir del análisis de los resultados obtenidos para el tratamiento de austempering en dos etapas, se pueden extraer las siguientes conclusiones parciales:

- Se demostró que el tratamiento en dos etapas actúa de manera selectiva sobre la microestructura, teniendo su mayor impacto en las últimas zonas en solidificar (LTF). Mientras que las primeras zonas en solidificar (FTF) completan gran parte de su transformación durante la primera etapa a 330 °C debido a su menor contenido de aleantes, las zonas segregadas LTF retienen bloques de austenita inestable que son transformados en nueva ferrita bainítica durante la segunda isoterma a 230 °C.

- Se registro un refinamiento microestructural y una variación en la composición de fases. El descenso de temperatura a 230 °C reactiva la fuerza impulsora de la transformación, permitiendo la nucleación de una segunda generación de ferrita bainítica significativamente más fina que la que precipito durante la primera etapa de austempering. Este proceso consume parte de la austenita residual blocky, reduciendo su fracción volumétrica y elevando su enriquecimiento de carbono, lo que incrementa la estabilidad térmica de la fase matriz.

- Se evidenciaron carburos en todas las muestras tratadas en dos etapas. Es así que se verificó que el efecto de inhibición de precipitación de carburos por parte del silicio comenzó a perder eficacia para las 4 horas del segundo austempering.

- Se identificó un tiempo óptimo de 24 horas para el segundo austempering, donde se alcanza el valor máximo de dureza Rockwell C. En este punto, el endurecimiento por refinamiento microestructural y el aporte de la precipitación secundaria logran compensar el ablandamiento generado por el auto revenido de la ferrita primaria. Se esperaría que este tipo de microestructura presente mejoras en las propiedades mecánicas respecto a muestras que posean una sola etapa de austempering.

- Los tratamientos extendidos a 32 y 48 horas conducen a una degradación de las propiedades mecánicas por sobre envejecimiento. La caída en la dureza se atribuye a la competencia entre la recuperación térmica de la red de ferrita y la coalescencia de los carburos, sumado al agotamiento del carbono en solución de la austenita retenida.

6. Conclusiones generales y trabajo futuro

6.1 Conclusiones generales

El presente trabajo permitió evaluar de manera integral la influencia de un tratamiento térmico de austempering en dos etapas sobre un acero colado bainítico de medio carbono y alto silicio. A partir de los resultados experimentales y la discusión técnica desarrollada, se verificó en primer lugar que el uso de un contenido de silicio del 2% resultó efectivo para inhibir la precipitación de carburos durante la primera etapa del tratamiento térmico. Esto permitió alcanzar el estado de reacción incompleta y obtener una matriz de ferrita bainítica con un 30% de austenita retenida térmicamente estable.

Además, se demostró que el tratamiento en dos etapas constituye una herramienta eficaz para mitigar los efectos negativos de la microsegregación química inherente al proceso de colada. Específicamente, la segunda isotérmica a 230 °C actuó de manera selectiva sobre las zonas LTF, transformando en nueva ferrita bainítica los grandes bloques de austenita residual inestable que el tratamiento convencional en una etapa no logra transformar de manera homogénea.

Este mecanismo de refinamiento es posible debido a que el descenso de temperatura reactiva la fuerza impulsora de la transformación, promoviendo la nucleación de una ferrita bainítica secundaria más fina a partir de la austenita segregada. Este nuevo constituyente, formado en una fase matriz ya endurecida y enriquecida en carbono durante la primera etapa, es el principal responsable del incremento en la dureza global del material. Sin embargo, se identificó un límite térmico claro para este proceso, estableciéndose que existe un tiempo crítico de permanencia de 24 horas en la segunda etapa para maximizar las propiedades mecánicas. Superado este umbral, el material entra en un estadio de sobre envejecimiento donde los mecanismos de ablandamiento, tales como la recuperación térmica de la red de ferrita y la coalescencia de carburos, superan al endurecimiento por refinamiento, provocando una caída drástica en la dureza del acero.

6.2 Trabajo futuro

Como continuidad de la línea de investigación iniciada en este proyecto, resulta fundamental profundizar en el conocimiento del sistema estudiado mediante nuevas etapas experimentales. En este sentido, se propone realizar una caracterización mecánica integral que incluya ensayos de tracción y de impacto (Charpy) para cuantificar rigurosamente la resistencia mecánica y la tenacidad a la fractura. Esto permitiría verificar si el incremento de dureza observado a las 24

horas se traduce efectivamente en una mejora del límite elástico y resistencia a la tracción sin una pérdida crítica de ductilidad asociada a la presencia de carburos en el material.

Asimismo, sería importante emplear microscopía electrónica de transmisión (TEM) para llevar a cabo un estudio avanzado de precipitados. Dicha técnica ayudaría a identificar la naturaleza cristalográfica de los carburos observados en etapas avanzadas y permitiría realizar un análisis estadístico de su tamaño medio para confirmar experimentalmente la cinética de coalescencia.

Por otro lado, se sugiere profundizar en la evaluación de la estabilidad mecánica de la fase matriz, analizando en detalle el efecto TRIP. Para ello, se podrían realizar ensayos de deformación controlada seguidos de análisis posteriores por difracción de rayos X (DRX) y micrografías SEM, con el fin de evaluar el comportamiento de la transformación inducida por deformación de la austenita a martensita y su impacto en la capacidad de endurecimiento del acero.

Finalmente, resulta de gran interés continuar con la optimización del ciclo térmico, explorando nuevas combinaciones de temperaturas y tiempos. En particular, sería sumamente enriquecedor analizar tratamientos con temperaturas de segunda etapa más cercanas a la Ms de la austenita enriquecida, buscando alcanzar niveles de refinamiento nanométrico de manera más eficiente. Adicionalmente, evaluar tiempos de permanencia más cortos, hasta las 4 horas para poder estudiar con mayor resolución el efecto del silicio en la retardación de precipitación de carburos, y de 4 a 8 horas, para poder determinar el momento exacto en el que cesa la segunda transformación bainítica.

7. Referencias

Andersen, C. A. y Hasler, M. F (2013). *X-Ray Optics and Microanalysis*, R. Castaing, P. Deschamps, J. Philibert (Eds.), Hermann, París, pp. 310-327.

Avishan B., Tavakolian M., Yazdani S. (2017), *Two-step austempering of high performance steel with nanoscale microstructure*. Elsevier.

Avishan, B., Yazdani, S., & Jahazi, M. (2017). *Influence of alloying elements on bainitic transformation and mechanical properties of steels*. Materials Science and Engineering A, 680, 221–239.

Bhadeshia H. K. D. H, (2015). *Bainite in steels: Theory and practice. Third edition*, Maney Publishing.

Bhadeshia H. K. D. H, (2013). *About calculating the characteristics of the martensite-austenite constituent. Proceedings of the International Seminar on Welding of High Strength pipeline steels.* CBMM and TMS, pp 99-106.

Bhadeshia H. K. D. H, Edmonds D. V. (1983). *Banite in silicon steels: new composition-property approach Part 1*. Metal Science Vol. 17.

Bhadeshia H. K. D. H, Honeycombe R. (2006). *Steels: Microstructure and Properties. Third edition*. Elsevier.

Bhadeshia, H. K. D. H. (2001). Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties (2nd ed.). IOM Communications.

Caballero F. G (2012). *Phase Transformations in Steels, Chapter 12: Carbide-free bainite in steels*. Woodhead Publishing.

Caballero, F. G., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2004). *Very strong bainite*. Current Opinion in Solid State and Materials Science, 8, 251–257.

Caballero, F. G., Bhadeshia, H. K. D. H., Mawella, K. J. A., Jones, D. G., Brown, P. (2001) 1a. *Design of novel high-strength bainitic steels: Part I.* Materials Science and Technology 17, 512–516.

Castillo Gutiérrez D. Moncaleno I. y Rodríguez Bacaraldo R (2016). *Caracterización microestructural y mecánica de aceros de fase dual (ferrita-martensita), obtenidos mediante procesos térmicos y termomecánicos.* Ingeniare vol. 26 Nº 3, 2018, pp. 430-439

Chengcong H, Minqiang Z, Liang Q, Olanrewaju A. Zhigang W, (2021). *Effect of isothermal and pre-transformation temperatures on microstructure and properties of ultrafine bainitic steels*. Journal of Materials Research and Technology, Universidad de Manitoba.

Chiang J, Lawrence B, Boyd J.D, Pilkey A.K, (2011). *Effect of microstructure on retained austenite stability and work hardening of TRIP steels*, Materials Science and Engineering A 528, 4516–4521.

Dyson, DJ, Holmes, JB (1970). *Effect of alloying additions on lattice parameter of austenite*. Journal of Iron and Steel Institute. 1970; 208:469-470.

Francucci G, Sikora J, Dommarco R, (2007). *Abrasion resistance of ductile iron austempered by the two-step process.* Materials Science & Engineering A, pp 46-54.

Garcia-Mateo C, Caballero F.G, Sourmail T, Cornide J. (2018)., *Composition Design of Nanocrystalline Bainitic Steels by Diffusionless Solid Reaction*. Metals and Materials International, Vol. 20(3), pp. 405-415.

García-Mateo, C., & Caballero, F. G. (2005). *The role of retained austenite on tensile properties of steels with bainitic microstructures*. ISIJ International*, 45*(11), 1736–1740.

Garcia-Mateo, C., Caballero, F. G., Bhadeshia, H. K. D. H. (2003)a. *Acceleration of low-temperature bainite*. ISIJ International 43, 1821–1825.

Hase K., Garcia-Mateo. C, Bhadeshia H.K.D.H. (2006). *Bimodal Size-distribution of Bainite Plates.* Materials Science and Engineering, Vol. A 145-148.

Ishida K, (1995). *Calculation of the effect of alloying elements on the Ms temperature in steels*. Journal of Alloys and Compounds 220, pp126-131.

Lee Y. K, Shin H.C, Jang Y.C, Kim S.H, Choi C.S. (2002). *Effect of isothermal transformation temperature on amount of retained austenite and its thermal stability in a bainitic Fe–3%Si–0.45%C–X Steel*. Scripta Materiala 47, pp. 805-809.

Morita Z, Tanaka T. (1983)., *Thermodynamics of solute distributions between solid and liquid phases in iron base ternary alloys*., Transactions ISIJ, Vol. 23 (10), pp. 824-833.

Saha Podder, A., Bhadeshia, H. K. D. H. (2010). *Thermal stability of austenite retained in bainitic steels.* Materials Science & Engineering A 527, 2121–2128.

Santajuana M, Eres-Castellanos A, Ruiz-Jimenez V, Allain S, Geandier G, Caballero F, Garcia-Mateo C. (2019). *Quantitative Assessment of the Time to End Bainitic Transformation*. MDIP., Francia.

Santofimia Navarro M. J., (2006). *La transformación bainítica sin formación de carburos en aceros*. Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid.

Sherif, M., Garcia-Mateo, C., Sourmail, T., Bhadeshia, H. K.D.H., (2004). *Stability of retained austenite in TRIP-assisted steels.* Materials Science and Technology 20,319–322.

Tenaglia N., (2019). *Aceros colados bainíticos libres de carburos: estudio de la estructura de solidificación, cinética de transformación y propiedades mecánicas*. Tesis doctoral, Universidad Nacional de Mar del Plata.