

**Tópico: C4. Metalurgia física, deformación plástica y propiedades mecánicas**

## **Caracterización de la transición dúctil – frágil del acero IRAM-IAS 15B41 fragilizado por revenido de una etapa**

***Daniel Eduardo Lescano<sup>1,2</sup>, Reinaldo Mancini<sup>3</sup> y Silvia Patricia Silvetti<sup>1</sup>***

*(1) Facultad de Matemática, Astronomía y Física (FaMAF) - Universidad Nacional de Córdoba, Av. Haya de la Torre S/N, Ciudad Universitaria (X5000JKC) Córdoba, Argentina.*

*(2) Universidad Católica de Córdoba (UCC), Av. Armada Argentina 3555 (X5016DHK) Córdoba, Argentina*

*(3) Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI) Córdoba. Av. Vélez Sarsfield 1561 (X5000JKC) Córdoba, Argentina.*

---

***Preferencia de presentación (oral o póster): poster***

**Tópico: C4. Metalurgia física, deformación plástica y propiedades mecánicas****Caracterización de la transición dúctil – frágil del acero IRAM-IAS 15B41 fragilizado por revenido de una etapa****Daniel Eduardo Lescano<sup>1,2</sup>, Reinaldo Mancini<sup>3</sup> y Silvia Patricia Silvetti<sup>1</sup>***(1) Facultad de Matemática, Astronomía y Física (FaMAF) - Universidad Nacional de Córdoba, Av. Haya de la Torre S/N, Ciudad Universitaria (X5000JJC) Córdoba, Argentina.**(2) Universidad Católica de Córdoba (UCC), Av. Armada Argentina 3555 (X5016DHK) Córdoba, Argentina**(3) Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI) Córdoba. Av. Vélez Sarsfield 1561 (X5000JJC) Córdoba, Argentina.**\* e-mail de autor de correspondencia: del1957@hotmail.com***ABSTRACT**

*Through the analysis of the results of conventional Charpy-V tests conducted between -196°C (liquid nitrogen) and 300°C and fractographic observation by scanning electron microscopy ductile brittle transition is described for steel 15B41 IRAM-IAS, equivalent to AISI 15B41, which was austenitized at 880°C, automotive oil quenching to room temperature and immediately tempered at 350°C. This steel shows the classic phenomenon of temper martensite embrittlement of a stage, with loss of notch toughness and intergranular fracture, with respect to prior austenite grain [4].*

*So tempering, when tested by impact, decreasing the test temperature, tenacity decreased consistently with observed fracture mechanisms. This allowed calculating a ductile – brittle transition temperature for this steel, so that its value is indistinguishable if calculated using the curve of variation of tenacity or ductile fracture. The analysis of the microstructure, and their correlation with the observation fractographic allowed identify micromechanisms responsible for transition from ductile to brittle.*

*Keywords: Brittle ductile transition. Quenched and tempered steel. Fracture mechanisms. Microstructure.*

**RESUMEN**

*A través del análisis de los resultados de ensayos Charpy-V convencionales realizados entre -196°C (Nitrógeno líquido) y 30 °C y la observación fractográfica mediante microscopía electrónica de barrido se describe la transición dúctil – frágil del acero IRAM-IAS 15B41, equivalente al AISI 15B41, que fue austenizado a 88 °C, templado en aceite de automotor a temperatura ambiente e inmediatamente revenido a 350°C. Este acero muestra el fenómeno clásico de fragilización por revenido de una etapa, con pérdida de tenacidad a la entalla y fractura intergranular, con respecto al grano de austenita previo al temple, para el revenido de 350°C [4].*

*Así revenido, cuando se ensayó por choque, disminuyendo la temperatura de ensayo, su tenacidad disminuyó de manera coherente con los mecanismos de fractura observados. Esto permitió calcular una temperatura de transición dúctil – frágil para este acero de manera tal que su valor es indistinguible si se calcula usando la curva de tenacidad o la variación de fractura dúctil. El análisis de la microestructura, y su correlación con la observación fractográfica, permitió identificar los micromecanismos responsables de la transición de dúctil a frágil.*

*Palabras Clave: Transición dúctil frágil. Acero de temple y revenido. Mecanismos de fractura. Microestructura.*

**1. Introducción**

Diferentes mecanismos controlan la transición dúctil – frágil de aceros de alta resistencia. Dependiendo de la composición química y el tratamiento térmico del acero, han sido identificados los principales sitios de activación del clivaje: carburos de aleación como Carburos de Titanio (CTi) ó Carburos de Hierro (Fe<sub>3</sub>C) [1], inclusiones como Sulfuros de Manganeso (SMn) pequeños y redondos [2] y bordes de grano [3]. Estos defectos juegan un papel importante ya que, según las condiciones de servicio del material, pueden ser los sitios de iniciación de fractura. Estos sitios de iniciación de fractura, y también las condiciones bajo las cuales la propagación de la grieta será por un mecanismo dúctil o frágil, pueden

ser identificados a una escala de laboratorio; es importante hacer esta salvedad ya que la transición dúctil frágil no es una propiedad intrínseca del material y depende del tamaño de la estructura. Generalmente se observa la fractura luego de procesar al material mediante ensayos mecánicos, dónde se disminuye la temperatura o se aumenta la velocidad de deformación del test, con el propósito de restar plasticidad a la pieza, para concluir en que condiciones comienza a volverse frágil. En el presente trabajo se muestra que para el acero IRAM – IAS 15B41 templado y revenido a 350°C, las inclusiones grandes de Sulfuro de Manganeso y Carburos de Titanio, controlan la iniciación de la fractura dúctil, que avanza por coalescencia de microcavidades asociadas a los carburos precipitados durante el revenido. Mientras que la iniciación de la

fractura frágil ocurre sobre borde de grano de austenita previo al temple, con mínima participación de estas inclusiones, siendo éste borde de grano, debilitado por la acción fragilizante del revenido [4], quien controla la propagación de la fractura rápida.

La medición de la temperatura de transición dúctil - frágil es indistinguible si se calcula usando la curva de tenacidad o la variación de fractura dúctil. Este resultado muestra que la energía absorbida durante el test convencional de impacto (Charpy-V) es una medida de cuan activos están los mecanismos dúctiles del material para una dada temperatura y en un extremo de velocidad de deformación.

## 2. Materiales y metodología experimental

En la Tabla 1 se muestra la composición química del acero IRAM – IAS 15B41, provisto por la acería Altos Hornos Zapla.

**Tabla 1: Composición química del acero IRAM – IAS 15B41. Los valores tabulados corresponden a porcentajes en peso de los elementos de aleación.**

C	Mn	Si	P	S	Cr	B	Ti	Al	N
0,4	1,40	0,2	0,02	0,03	0,3	24pp	0,05	0,03	72pp
2		6	2	1	9	m	3	2	m

Una barra redonda provista por la acería fue normalizada y seccionada en trozos prismáticos de 1,2 cm x 1,2 cm x 10,2 cm para el tratamiento térmico de temple y revenido. Las inclusiones alargadas de SMn que posee el acero quedaron paralelas al eje longitudinal de los poliedros. Se austenizaron estas piezas a 880°C en atmósfera normal, luego fueron templadas en aceite para automotor a 20°C e inmediatamente revenidas a 350°C. Luego del tratamiento térmico se construyeron probetas de Choque Charpy-V convencional de 10 mm x 10 mm x 80 mm., con un área de la sección entallada de 8 mm. x 10 mm y la entalla en V de 45°. Las probetas que se ensayaron por tracción fueron cilíndricas con una longitud calibrada de 30 mm. y un diámetro inicial de 6,4 mm. A otras probetas de tracción de 20 mm. de zona calibrada y 4 mm. de diámetro inicial se les realizó una entalla en V (45° - 1mm de profundidad) en la región media. En todos los casos el ensayo se repitió tres veces para obtener resultados promedio. La microestructura se reveló luego de un pulido mecánico y un ataque con Nital - 5% y se observó con un microscopio electrónico de barrido y con microscopía confocal en el LAMARX – CONICET en FAMAFA - UNC. Las fracturas se observaron mediante microscopía electrónica de barrido en el INTI Córdoba.

## 3. Resultados y discusión

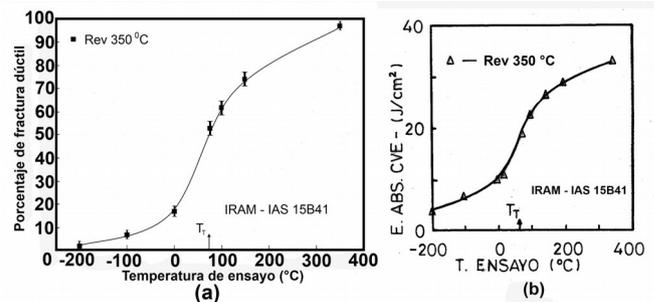
Es aceptado que para materiales frágiles la tensión correspondiente al límite elástico  $\sigma_V$ , coincide con la tensión de fractura  $\sigma_f$ . Por lo tanto para un metal b.c.c. podemos escribir la siguiente relación:

$$P \sigma_V = \sigma_f \quad (1)$$

Definiendo a P como un factor de limitación de ductilidad que se iguala a uno cuando el metal b.c.c. ha sido restringido en su deformación plástica. Una manera de visualizar experimentalmente lo expresado en la ec. (1) es ensayar mecánicamente al metal descendiendo la temperatura. Para ello se utiliza el ensayo de choque convencional, dónde la pérdida de plasticidad

conduce a una pérdida de tenacidad a la entalla o ensayos de tracción dónde la disminución de plasticidad conduce a una disminución de la ductilidad.

En la Figs. 1 (a)-(b) se muestran dos gráficos: la variación del porcentaje de fractura dúctil en función de la temperatura de ensayo, que se compara con la variación de tenacidad a la entalla, definida como la energía absorbida durante el choque. No fue un objetivo del presente trabajo el determinar el intervalo de transición ni definir una metodología para medir el *upper shelf*. El criterio establecido para encontrar la temperatura de transición (TTDB) es el que indica que dicha temperatura corresponde a un monto del 50% de fractura dúctil en un caso y el punto de inflexión en el otro (que generalmente coincide con el valor medio del rango de energías absorbidas medidas). Las Temperaturas de transición encontradas por ambos métodos son indistinguibles dentro del error experimental, considerando una incerteza del 10% y coherentes con la fragilización por revenido de una etapa que el acero muestra a temperatura ambiente. Para las temperaturas por debajo de la TTDB la fractura frágil es mayoritariamente intergranular con respecto al grano de austenita previo al temple y sólo se observó cuasiclivaje a la temperatura de ensayo -180°C.



**Figura 1: Temperatura de transición dúctil – frágil (TTDB) del acero IRAM – IAS 15B41 Templado y Revenido a 350°C por 1 hora. (a) Variación del porcentaje de fractura dúctil en función de la temperatura de ensayo, TTDB medida: 75°C. (b) Variación de la energía absorbida durante el choque en función de la temperatura de ensayo, TTDB medida: 70°C.**

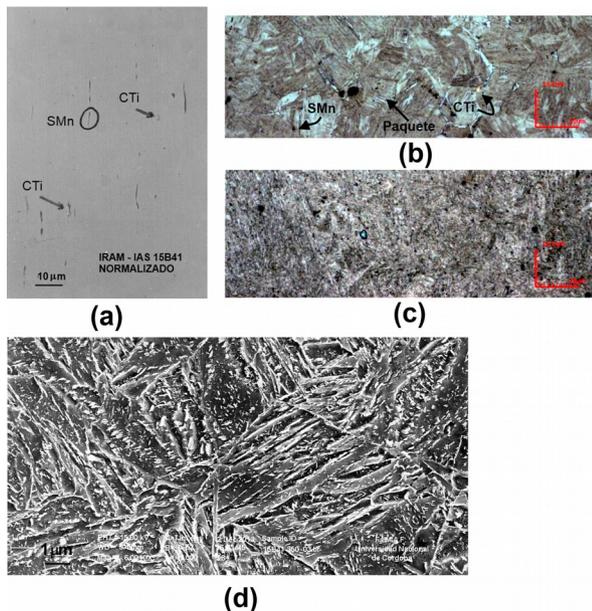
Los resultados de ensayos de tracción sobre probetas entalladas a temperatura ambiente muestran una correlación con el resultado anterior. Se observó que cuando se realiza el test tensil a una velocidad de deformación baja el comportamiento del acero es dúctil y cuando estamos frente a la presencia de entallas (velocidades de deformación localizadas en la entalla muy altas, que inhiben la fluencia plástica, más triaxialidad de tensiones), la tensión de fluencia medida es prácticamente la tensión de fractura del material. Como éste se encuentra fragilizado por revenido [4], se rompe rápidamente y el tipo de fractura predominante observado es idéntico al que se muestra luego del ensayo de choque. Este resultado muestra que para el acero de este estudio el valor de tensión de fractura es independiente de la velocidad de deformación. Por otro lado, el resultado anterior y muchos aspectos de la transición dúctil – frágil, incluyendo el efecto de entallas, puede ser discutido en términos de la hipótesis de Orowan-Ludwig-Davidenkoff [5], que afirman que la fractura frágil ocurre cuando la tensión de fluencia alcanza un valor crítico e iguala a la tensión de fractura. Este hecho toma significancia porque se asume que la fluencia plástica ( $\sigma_{0.2}$ ) y la fractura frágil ( $\sigma_f$ ) son procesos independientes y por lo

tanto se pueden describir de manera separada. Siguiendo el concepto de Orowan-Ludwig-Davidenkov y según los valores tabulados en la **Tabla 2** el acero 15B41 parece tener una transición dúctil – frágil para alguna velocidad de deformación crítica. Y en términos de la fractura, su caracterización parece ser similar a la descrita por el efecto de restricción de plasticidad debido a una disminución de la temperatura de ensayo, coincidiendo el tipo de fractura frágil (intergranular con respecto al grano de austenita previa)

**Tabla 2: Características de tensión de fluencia y fractura para el acero IRAM – IAS 15B41 fragilizado por revenido de una etapa y que fuera ensayado por tracción**

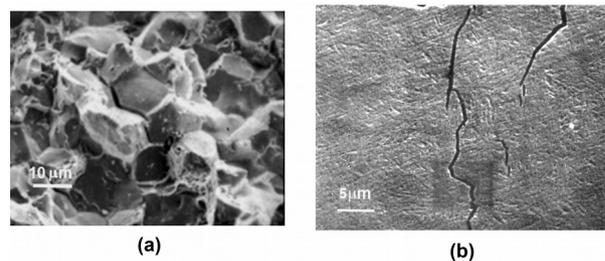
Test Tensil	$\sigma_{0.2}$ [Mpa]	$\sigma_F$ [Mpa]	Fractura
Sin entalla $V_{Travesaño} = 0,2 \text{ mm} / \epsilon$ ( $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ )	1350	2000	Dúctil
Con entalla $V_{Travesaño} = 0,2 \text{ mm} / \epsilon$	1980	1980	Intergranular 50 %
Con entalla $V_{Travesaño} = 50 \text{ mm} / \epsilon$	1990	1990	Intergranular 70 %
Charpy			Intergranular 85 %

El estudio metalográfico permitió revelar los aspectos más significativos de la microestructura correspondiente al acero en estudio. El acero normalizado muestra que las inclusiones presentes son Sulfuros de Manganeso (SMn) alargados y Carbonitruros o Carburos de Titanio (CTi) prismáticos. La observación con el microscopio óptico confocal permite ver que la martensita de temple se acomoda en paquetes de listones dentro de los granos de austenita previa y que la microestructura de revenido muestra la recuperación parcial de la ferrita y una profusa precipitación de Carburos. Cuando se observa con el microscopio electrónico se ven a los carburos precipitados tanto en borde de grano de austenita previa como en el borde e interior de los listones. En la Figs. 2 (a)-(b)-(c)-(d) se exponen fotografías de estas microestructuras.

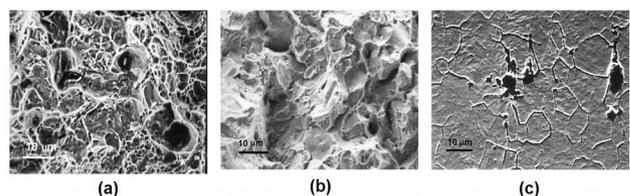


**Figura 2: Características microestructurales del acero IRAM – IAS 15B41 Templado y Revenido a 350°C por 1 hora: (a) Microscopía óptica del acero normalizado. (b) Microscopía Confocal de la martensita de temple. (c) Microscopía confocal de la martensita revenida. (d) Microscopía electrónica de barrido de la martensita revenida.**

Para un acero como el de este trabajo la tetragonalidad de la martensita desaparece completamente cuando es revenido a una temperatura superior a los 300°C [6], acompañada por la precipitación de los carburos de Fe y un reordenamiento y/o aniquilación de la subestructura de dislocaciones. Debido a esta complejidad es difícil determinar la característica principal de la microestructura que dominará la fractura frágil del acero 15B41 revenido a 350°C. Sin embargo, la observación de las probetas rotas en los distintos ensayos mecánicos realizados permite inferir que la fractura dúctil se inicia por nucleación de cavidades alrededor de las inclusiones de mayor tamaño (SMn) y la continuidad de este modo es debido al crecimiento y coalescencia de cavidades más pequeñas nucleadas sobre la profusa precipitación de carburos. Por otro lado, los sulfuros no parecen intervenir en la iniciación de grietas rápidas; para este modo de fractura el borde de grano de austenita previo es tanto el lugar dónde se inicia la grieta como por dónde se propaga. Este hecho es debido al efecto fragilizante producido por el revenido. En Figs. 3 (a)-(b) se muestra la fractura intergranular que resulta del choque a temperatura ambiente, por debajo de la TTDB, y también grietas secundarias observadas sobre un corte perpendicular a la superficie de fractura, claramente el camino de la grieta secundaria no involucra Sulfuros de Manganeso. En la Fig. 4(a) se muestra la fractura dúctil que resulta del ensayo de tracción a velocidades lentas y en la Fig. 4(b) la aparición de la fractura intergranular debido a la entalla. En la Fig. 4(c) se muestra una fotografía de un corte longitudinal, en la zona de estricción, de la probeta de tracción rota a velocidad lenta, dónde mediante el ataque químico se han resaltado los bordes de grano. Pueden verse claramente cavidades grandes que han nucleado sobre los sulfuros. También puede decirse que para la microestructura del revenido de 350°C, el borde de grano de austenita previo parece jugar un rol importante para el inicio de todos los mecanismos de fractura, ya que en esta fotografía muchos huecos están asociados a él.



**Figura 3: Fractura del acero ensayado por choque a temperatura ambiente. (a) Fractura intergranular (fotografía correspondiente al trabajo de Referencia [4]). (b) Grietas secundarias por bordes de grano de austenita previo al temple.**



**Figura 4: Fractura del acero ensayado por tracción a temperatura ambiente. (a) Fractura dúctil (velocidad de travesaño 0.2 mm / 's). (b) Fractura frágil intergranular debido a la entalla (velocidad de travesaño 0.2 mm / 's) (c) Cavidades nucleadas sobre las inclusiones de mayor tamaño y asociadas a borde de grano de austenita previo al temple.**

---

#### 4. Conclusiones

Se caracterizó la transición dúctil – frágil del acero al Boro IRAM – IAS 15B41 templado y revenido a 350°C.

Medir la temperatura de transición usando el criterio del 50% de fractura dúctil observada luego de los ensayos de choque en el rango de temperaturas de -180°C a 300°C es equivalente a hacerlo usando el criterio del punto de inflexión de la curva de energías absorbidas.

Las inclusiones de mayor tamaño (SMn) son responsables del inicio de la fractura dúctil, que se propaga por crecimiento y coalescencia de otras cavidades que nuclean sobre los pequeños carburos precipitados mientras que, la fractura frágil, es mayoritariamente intergranular con respecto al grano de austenita previo al temple. Debido al efecto fragilizante del revenido se inicia por la separación de estos bordes de grano y continúa extendiéndose de la misma manera.

#### Agradecimientos

Se agradece al Instituto de Tecnología Industrial INTI - Córdoba y a la Universidad Nacional de Córdoba por el apoyo a la realización del presente estudio.

#### REFERENCIAS

---

- [1] X. Zhang, J. , Knott, “The statistical modelling of brittle fracture in homogeneous and heterogeneous steel microstructures”, *Acta mater.* **48** (2000) 2135–2146.
- [2] A. Rosenfield, D. Shetty, A. Skidmore, “Fractographic observations of cleavage initiation in the ductile–brittle transition region of a reactor–pressure–vessel steel”, *Met. Trans. A* **14** (1983) 1934–1937.
- [3] A. Rosenfield, D. Shetty, “Cleavage fracture of steel in the upper ductile–brittle transition region”, *Engng Fract Mech* **17** (5) (1983) 461–470.
- [4] D. Lescano, R. Mancini and C. Lanzillotto, “Evaluation of tempered martensite embrittlement in AISI 15B41 steel”, *Journal of Materials Science Letters* **14** (1995) 1241.
- [5] Orowan, E., “Classical and Dislocation Theorie of Brittle Fracture”, *Fracture*, Wiley, New York, USA, (1959).
- [6] G.Krauss, *Conf. Phase Transformations in Ferrous Alloys*, The Metall. Society of AIME, Philadelphia (1983) 101.