

EFECTO DEL NIOBIO SOBRE EL COMPORTAMIENTO DE PRECIPITACIÓN Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN ACERO DE BAJO CARBONO

**Sonia Camero¹, Griselda Torres¹,
Humberto Jiménez²**

*¹Universidad Central de Venezuela.
Facultad de Ingeniería. Escuela de
Metalurgia y Ciencia de los Materiales.*

Correo-e: soniacamero@gmail.com

*²Fundacite Bolívar. Departamento de
Ingeniería Metalúrgica Unexpo-Pzo.*

Correo-e: humbertoj.jimenez@gmail.com

Resumen

Se estudia el efecto del Niobio (0,019 % Nb) sobre el comportamiento de precipitación en bobinas de acero de bajo carbono fabricadas por laminación en caliente en una planta siderúrgica nacional. Las muestras de acero se caracterizaron química y microestructuralmente por Microscopía Óptica (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) y microanálisis químico por Espectroscopia de Rayos X por Dispersión en la Energía (EDS). Además, se evaluaron las propiedades mecánicas (dureza, resistencia a la fluencia, resistencia a la tracción, ductilidad y tenacidad) y posteriormente, las muestras ensayadas a tracción e impacto se sometieron a un análisis fractográfico por MEB. Se determina que la adición de 0,019% de Nb mejora la dureza del acero, por la presencia de precipitados finos de Nb que generan endurecimiento por precipitación. La caracterización por MO y MEB revelaron un refinamiento del tamaño de grano ferrítico y formación de estructuras apoligonales, por la adición del Nb. El análisis por MET evidenció precipitados muy finos, los cuales pueden corresponder a carburos, nitruros y/o carbonitruros de Nb, asociados principalmente a las dislocaciones y a los límites y seno de los subgranos. El Nb precipitado en la ferrita, produce un aumento en la resistencia máxima a la tracción y ductilidad, a través del mecanismo de endurecimiento por precipitación y/o al refinamiento del tamaño de grano ferrítico y una mayor tenacidad, asociada a una mayor energía absorbida. El análisis fractográfico de las muestras ensayadas a tracción mostraron una superficie de fractura dúctil, con “dimples” de menor tamaño en las que tienen Nb y las muestras ensayadas por impacto, exhibieron un comportamiento dúctil a frágil, siendo el modo de fractura mixto en la transición, con “dimples” como resultado de la coalescencia de microhoyuelos y facetas de clivaje.

Palabras Clave: Acero; Niobio; Precipitados; Microestructura; Propiedades mecánicas; Análisis fractográfico.

Niobium Effect on Precipitation Behavior and Mechanical Properties of a Low Carbon Steel

Abstract

The effect of niobium (Nb 0.019%) on the behavior of precipitation in coils low carbon steel manufactured by hot rolling a national steel industry was studied. Steel samples were characterized chemically and microstructurally by Light Microscopy (LM),

Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM) and chemical microanalysis X-ray spectroscopy in energy dispersive (EDS). Moreover, the mechanical properties (hardness, yield strength, tensile strength, ductility and toughness) were evaluated and tested samples tensile and impact were subjected to analysis by SEM fractography. It was determined that the addition of 0.019% Nb improves the strength of steel, by the presence of fine precipitates generated Nb precipitation hardening. LM and SEM characterization revealed the refinement of ferrite grain size and formation of apolygonal structures by addition of Nb. TEM analysis showed very fine precipitates, which may correspond to carbides, nitrides and / or carbonitrides of Nb, mainly associated with dislocations and within the limits and subgrain. Nb precipitated in the ferrite generated an increase in ultimate tensile strength and ductility, through the mechanism of precipitation hardening and/or the refinement of ferrite grain size and a higher tenacity associated with greater energy absorbed. The fractography analysis of tensile test specimens showed ductile fracture surface with dimples smaller in those with Nb and the impact test specimens exhibited a ductile to brittle behavior, being mixed mode fracture in the transition, with dimples as a result of coalescence of the microdimples and with cleavage facets.

Keywords: Steel; Niobium; Precipitates; Microstructure; Mechanical properties; Fractographic analysis.

Introducción

El uso industrial de los elementos microaleantes para la fabricación de aceros de alta resistencia mecánica comenzó en la década de los 60, estimulando a numerosos investigadores a realizar estudios en este tipo de

aceros, conocidos como aceros de alta resistencia y baja aleación, por sus siglas en inglés como “HSLA” - High Strength Low Alloy (Pickering 1975, Meyer *et al.* 1985, WoodHead *et al.* 1985, Béjar *et al.* 2001). La motivación principal de las investigaciones sobre estos aceros se basa en la adición de pequeñas cantidades de elementos aleantes, tales como: Nb, V y Ti (0,001 a 0,10), junto con la aplicación de un tratamiento termomecánico adecuado, haciendo posible alcanzar una excelente combinación de sus propiedades mecánicas (resistencia mecánica, tenacidad, ductilidad) y soldabilidad. (Béjar *et al.* 2001).

Béjar *et al.* (2006), describe que con el tratamiento termomecánico, el acero alcanza temperaturas máximas de 1250 °C, deformándose mediante una serie de pasadas durante su laminación en caliente hasta que la temperatura disminuye a valores mayores a 750 °C. Por otra parte, los elementos microaleantes reaccionan con el carbono, el nitrógeno y el azufre, siempre presentes en el acero, y aun a relativamente bajas temperaturas su afinidad induce a la precipitación de fases. A temperaturas elevadas, en el rango austenítico, los compuestos tienden a disolverse parcial o totalmente en la matriz del acero, siendo así, la disolución y la precipitación fundamentales en las propiedades del acero.

Meyer *et al.* (1985) y Cohen *et al.* (1985), señalan que aunque se presente el endurecimiento por precipitación de finos carbonitruros, los cambios de la subestructura de las mezclas de austenita-ferrita en el embobinado en caliente, también contribuyen a la resistencia mecánica de los aceros. La microestructura final que resulta está constituida por pequeños granos ferríticos, favoreciendo así las propiedades mecánicas del acero:

resistencia a la tensión y al impacto. De esta manera, se puede resaltar que el rol más importante del Nb durante el tratamiento termomecánico es el retraso de la recrystalización de la austenita, lo cual resulta en una mayor densidad de sitios de nucleación para la transformación austenita/ferrita y por lo tanto en un tamaño de grano más fino. (Luton *et al.* 1980, Medina *et al.* 1996, Hutchinson 2008, Vervynckt *et al.* 2009, Vervynckt *et al.* 2011).

Las características descritas que presentan los aceros microaleados, han permitido que éstos sean utilizado en una gama extensa de aplicaciones, con los requisitos más variados en cuanto a propiedades mecánicas se refiere, a saber: planchas para la fabricación de gasoductos, plataformas de extracción de petróleo y en la construcción naval. Recientemente el desarrollo de estos aceros ha sido estimulado por la creciente demanda de materiales para la fabricación de tubos y tuberías o para la ingeniería de puentes, con propiedades mecánicas mejoradas (Vervynckt *et al.* 2012).

En este sentido se ha señalado que el Nb además de refinar el grano ferrítico, también mejora su resistencia mecánica mediante endurecimiento por precipitación, presentándose como carburo, nitruro o carbonitruro de Nb. (Luton *et al.* 1980, Read *et al.* 1990, Kestenbach 1997, Vervynckt *et al.* 2001, Morales *et al.* 2003).

Por otro lado, es conocido que mientras el Nb puede mejorar significativamente tanto la resistencia máxima a la tracción, en muchos casos se ha reportado que dichas adiciones dan como resultado una baja tenacidad y fragilidad en la zona afectada por el calor en estructuras soldadas. Este efecto adverso sobre la tenacidad ha sido explicado por diversos mecanismos, entre los cuales

están: la precipitación de carbonitruros de Nb, formación de bainita superior basta e islas de martensita segregadas, promovidas por el Nb. (Shams N. 1988) En este sentido, se dispone de una extensa literatura que han estudiados el efecto del Nb. Sin embargo, existen controversias entre diferentes investigadores en cuanto a la determinación de los mecanismos que pueden influenciar las propiedades mecánicas de estos aceros. Aunque es bien conocido que hay una contribución significativa por la presencia de NbC sobre las propiedades de resistencia mecánica en aceros estructurales, no es sencillo separar experimentalmente la contribución por la precipitación de la resistencia total, debido a la naturaleza compleja de las microestructuras que desarrolla el acero. Además, el efecto de la presencia del Nb y NbC sobre las propiedades de tenacidad todavía se mantiene en discusión. (Vervynck *et al.* 2012).

Por lo antes expuesto, se hace necesario determinar el efecto del Nb sobre el comportamiento de precipitación de un acero de bajo carbono, considerando los parámetros involucrados en su proceso de fabricación, logrando establecer la coherencia existente con estudios ya realizados, basados en la relación entre las microestructuras desarrolladas y las propiedades mecánicas obtenidas en estos aceros.

Con el presente trabajo se persigue estudiar el efecto del Niobio (0,019% Nb) sobre el comportamiento de precipitación en un acero de bajo carbono fabricado en una planta siderúrgica nacional. Para ello, se realizó la fusión y proceso de conformado mediante una laminación en caliente, obteniendo bobinas de acero de bajo carbono sin Nb y con 0,019% de Nb. Luego, esas bobinas fueron caracterizadas química y microestructuralmente mediante Microscopia Electrónica de Barrido

(MEB), Microscopia Electrónica de Transmisión (MET) y microanálisis químico por Espectroscopia de Rayos X por Dispersión en la Energía (EDS), de manera de definir: naturaleza química, morfología, distribución y tamaño de las fases y/o precipitados que puedan formarse en este acero, con la adición de pequeñas cantidades de Nb. Además, se evalúan sus propiedades mecánicas: dureza, tracción y tenacidad, y se relacionan con las características microestructurales resultantes, considerando los parámetros establecidos para su fabricación. Finalmente, se realiza un análisis fractográfico mediante MEB de las superficies de fractura provenientes de las muestras ensayadas a tracción e impacto.

Metodología experimental

Material

Las muestras del acero de bajo carbono sin Nb y con Nb fueron obtenidas siguiendo las etapas del proceso de fabricación y conformado del acero a nivel de planta: fusión en acería eléctrica y colada continua de planchones (espesor: 175-200 mm), recalentamiento de los planchones en hornos “walking beam” (1250 °C), laminación en caliente de los planchones en siete pasadas (laminador cuarto reversible; T entrada $\approx$ 1200 °C y T salida $\approx$ 1110 °C) para obtener láminas con un espesor 28-30 mm, las cuales prosiguen al laminador continuo en caliente hasta alcanzar un espesor final de 9,5 mm (T entrada $\approx$ 1020-1030 °C y T salida $\approx$ 845-850 °C. Finalmente las bandas son enrolladas a una T $\approx$ 610 $\pm$ 10 °C obteniendo así bobinas, de donde se extrajeron las muestras a estudio.

Análisis Químico

Se realizó análisis químico a las muestras de acero sin y con Nb mediante un horno de inducción LECO CS400, para determinar los contenidos presentes de C y S, mientras que para el P se empleó

un equipo fotométrico U.V. visible. El resto de los elementos químicos fueron determinados en Quantovac ARL 3460 AES.

Caracterización Microestructural

Microscopía Óptica (MO)

Las muestras a ser caracterizadas por Microscopía óptica fueron preparadas metalográficamente siguiendo la técnica convencional de desbaste con papel abrasivo de carburo de silicio (Nº: 400, 500 y 600), pulido (alúmina de 1, 0,3 y 0,05 μ m, utilizando paños de fibra sintética) y ataque químico con el reactivo Nital al 2%. El análisis se realizó en muestras longitudinales y transversales, con respecto a la dirección de laminación. Se determinó el porcentaje de fases presentes y el tamaño de grano ferrítico a través de un analizador de imagen, marca LECO, modelo 2001. Las mediciones del tamaño de grano se realizaron según la norma ASTM E112 2012, reportándose un promedio de 40 lecturas.

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Las muestras a ser caracterizadas por MEB fueron preparadas metalográficamente bajo las mismas condiciones establecidas para MO. Se utilizó un MEB marca Hitachi, modelo S-2400 (20kV) acoplado a un detector de Espectroscopia de Rayos X por Dispersión en la Energía (EDS), de manera de analizar sus características microestructurales y naturaleza química elemental de los microconstituyentes, respectivamente. Las imágenes fueron obtenidas en el modo de electrones secundarios.

Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)

El análisis por MET se llevó a cabo en un microscopio electrónico de transmisión marca Hitachi, modelo H-800 (100 kV). Se cortaron láminas de las bobinas

mediante una cortadora abrasiva y luego se obtuvieron secciones 2cmx2cm y con 1 mm de espesor, con una cortadora con disco de diamante. Estas láminas se desbastaron con papel de SiC (No. 240, 320, 400 y 600) hasta alcanzar espesores de 0,05 mm, a partir de las cuales se troquelaron disco de 3 mm de diámetro. El adelgazado final se llevó a cabo en equipo de electropulido por doble jet, marca Tenupol – 3, usando como electrolito una solución de 80% etanol y 20% ácido perclórico, a 12-18V, 0,15 A y a un intervalo de temperatura entre -10°C y 0 °C. Finalmente, estos discos se limpiaron y secaron. De esta manera se logró adelgazar la muestra haciéndola transparente al haz de electrones. Las imágenes fueron obtenidas en el modo de campo claro.

Caracterización mecánica

Dureza

Los ensayos de dureza Vickers se realizaron con un durómetro marca

Wolpert, modelo Diatestor 2RC, con una precarga de 20 Kg y los valores reportados constituyen el promedio de 10 mediciones realizadas en cada muestra.

Tracción

Los ensayos de tracción se realizaron en probetas longitudinales y transversales, siguiendo la norma ASTM A-37 1980, con las dimensiones indicadas en la Figura 1 y empleando una máquina marca SUZPECAR, modelo CEE-300 (150 Tm de capacidad). Se extrajeron tres probetas por cada bobina según la dirección a ensayar.

Impacto

Los ensayos de impacto se realizaron en probetas longitudinales y transversales, según la norma ASTM E-23 1980, usando una máquina marca MFL, modelo PSW 30/15. Las temperaturas seleccionadas para los ensayos fueron 40, 20, 0, -20 y -40°.

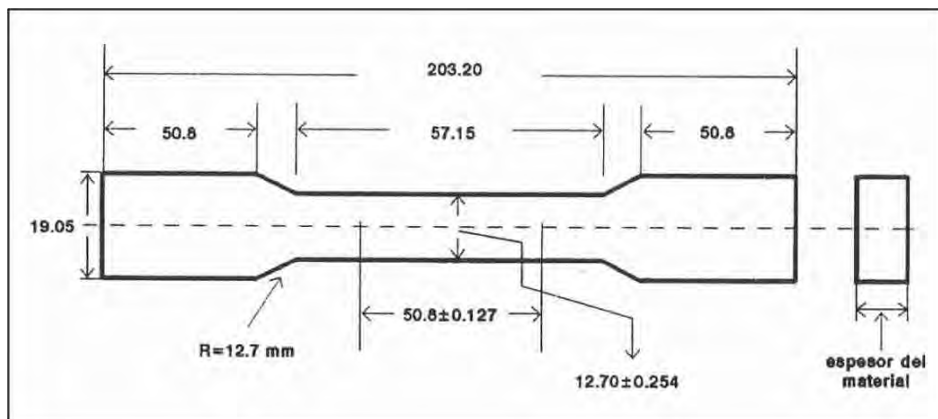


Figura 1. Probeta de tracción según la norma ASTM A370.

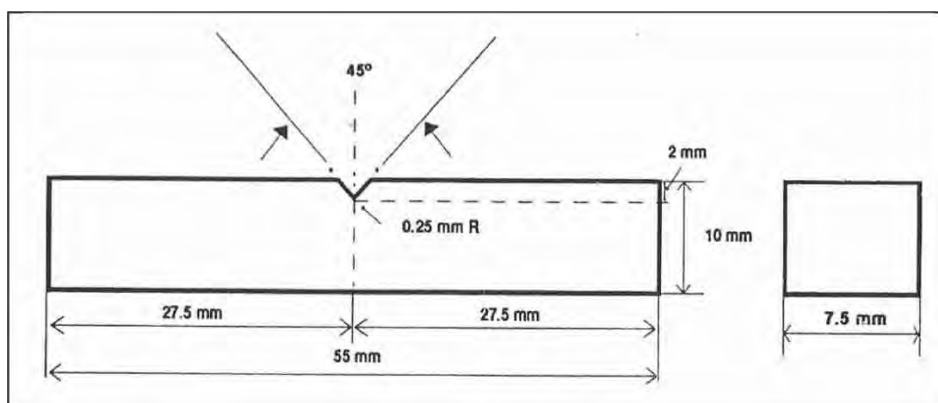


Figura 2. Probeta de impacto según la norma ASTM E- 23.

Análisis fractográfico por MEB

Las superficies de las muestras fracturadas por tracción e impacto, fueron analizadas por MEB. en la dirección longitudinal y transversal. Además, se realizó un análisis por EDS de las inclusiones presentes en las superficies fracturadas, de manera de determinar su morfología y naturaleza química.

Resultados y Discusión

Análisis Químico

En la Tabla I se presentan los resultados obtenidos del análisis químico de los aceros bajo estudio, cuyos valores de composición química de los elementos constituyentes se encuentran dentro de las especificaciones de la norma ASTM A-242 1979. Se espera que la presencia del Nb influya en las características microestructurales y por consiguiente, en sus propiedades mecánicas resultantes. Además, es bien conocido (Jonas *et al.* 1979, Medina *et al.* 1996,) que los elementos comunes que componen al acero (C, Si, Mn, Mo) y otros elementos, tales como Ti, V, Nb, ejercen una influencia en la cinética de recristalización, formando precipitados, controlando de esta manera la estructura del producto final. La formación de dichos precipitados, ya sea como carburos, nitruros y/o carbonitruros, depende, entre otras

Tabla 1. Análisis químico de los aceros bajo estudio.

Elementos (%)	Acero sin Nb	Acero con Nb
C	0,15	0,13
Mn	0,93	1,11
P	0,011	0,010
S	0,010	0,007
Si	0,17	0,20
Cr	0,008	0,015
Ni	0,019	0,019
Mo	0,005	0,005
Cu	0,008	0,009
Al	0,078	0,062
Nb	-----	0,019

cosas, de sus contenidos presentes en el acero, determinando la temperatura de solubilización de estas partículas y por consiguiente, la cantidad de microaleantes en solución sólida.

Caracterización Microestructural

Microscopía Óptica (MO)

Las Figuras 3 y 4 corresponden a micrografías por MO de muestras de los aceros sin y con Nb, en la dirección longitudinal (SL) y transversal (ST), respectivamente, donde se revela una microestructura constituida por granos de ferrita y perlita, típica de estos aceros.

A partir de estas micrografías resalta la reducción del tamaño de grano de las muestras con Nb, con un tamaño de grano ASTM nominal N° 10 ($D \approx 11\mu\text{m}$), mientras que para el acero sin Nb este resultó en un tamaño de grano ASTM nominal N° 7 ($D \approx 31,2\mu\text{m}$). Estos resultados son coherentes con otras investigaciones (Luton *et al.* 1980, Medina *et al.* 1996, Hutchinson 2008, Vervynckt *et al.* 2009, Vervynckt *et al.* 2011) asociado al efecto que ejerce el Nb sobre el refinamiento del grano ferrítico. Por otra parte, se puede observar la disminución de las colonias de perlita

Tabla 2. Porcentaje de fases presentes en el acero.

Muestra	Ferrita	Perlita
Acero sin Nb	83,6	16,39
Acero con Nb	88,8	11,19

en el acero con Nb, cuando se compara con el acero sin Nb (Tabla 2), lo cual corrobora lo señalado por Shams, 1988, que la presencia de Nb en un acero de bajo carbono reduce considerablemente la cantidad de colonias perlíticas.

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Las Figuras 5 a 7 corresponden a micrografías por MEB, donde se revela la microestructura del acero sin y con Nb, constituida por una matriz ferrítica con granos o colonias de perlita, tanto en la dirección longitudinal como transversal. Se corrobora a través de los microanálisis químicos por EDS (Figuras 5 y 6), la presencia de elementos comunes que caracterizan a este tipo de acero (Fe, Mn y Si), detectados a través de esta técnica.

En la Figura 7 se presenta al detalle esta microestructura para ambas secciones. A partir de estas micrografías resalta el efecto que ejerce el Nb sobre el refinamiento del tamaño del grano ferrítico, lo cual puede ser atribuido a la presencia de precipitados que inhiben el crecimiento del grano austenítico, retardando la cristalización durante el proceso de laminación. Además, se observa una menor presencia de colonias perlíticas y una mayor cantidad de ferrita apoligonal en las muestras del acero con Nb, con respecto a la reportadas en el acero sin Nb, lo cual es coherente con lo expuesto por Shams 1988, quien determinó que pequeñas adiciones de Nb a un acero de bajo carbono, reduce considerablemente las colonias perlíticas y favorece la formación de ferrita apoligonal.

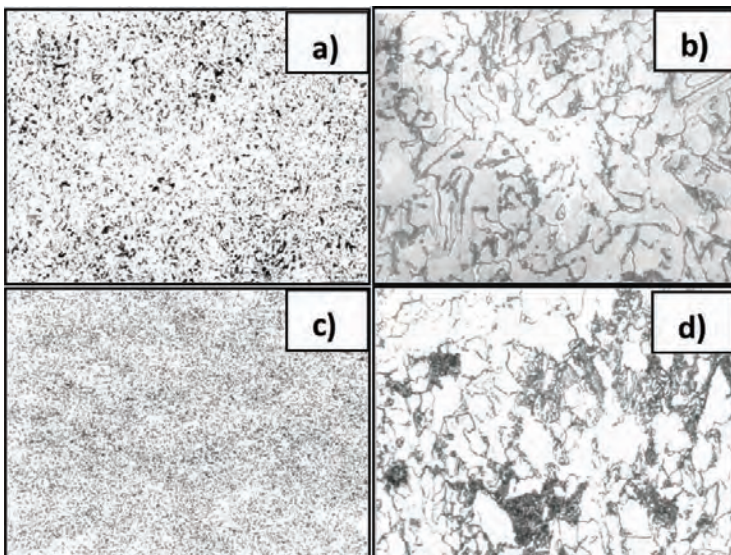


Figura 3. Micrografías por MO de las muestras de acero laminado en caliente (SL):
a) Sin Nb (100X) b) Sin Nb (1000X) c) Con Nb (100X) d) Con Nb (1000X).

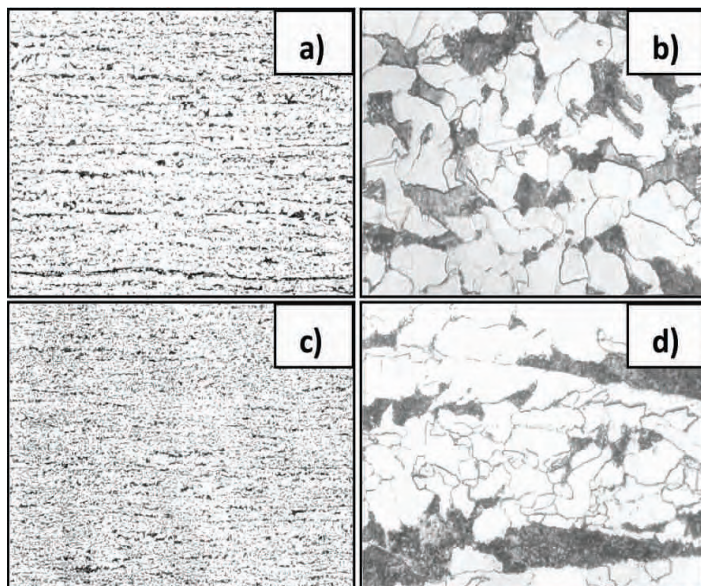


Figura 4. Micrografías por MO de las muestras de acero laminado en caliente (ST):
a) Sin Nb (100X) b) Sin Nb (1000X) c) Con Nb (100X) d) Con Nb (1000X).

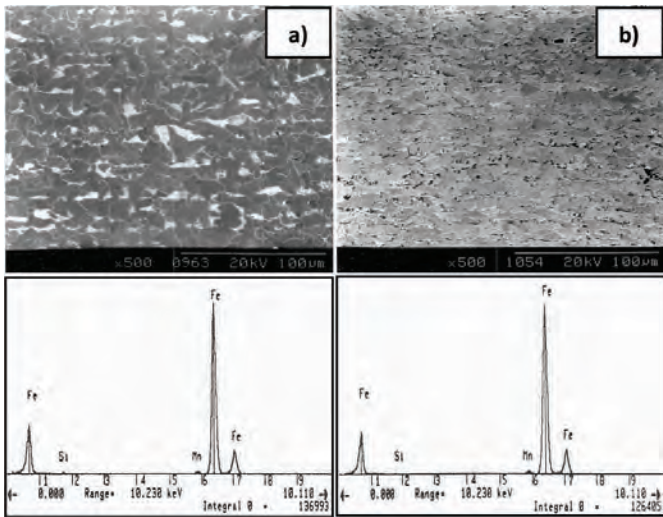


Figura 5. Micrografías por MEB de las muestras de acero laminado en caliente (SL), con sus microanálisis químico por EDS: a) Sin Nb y b) Con Nb.

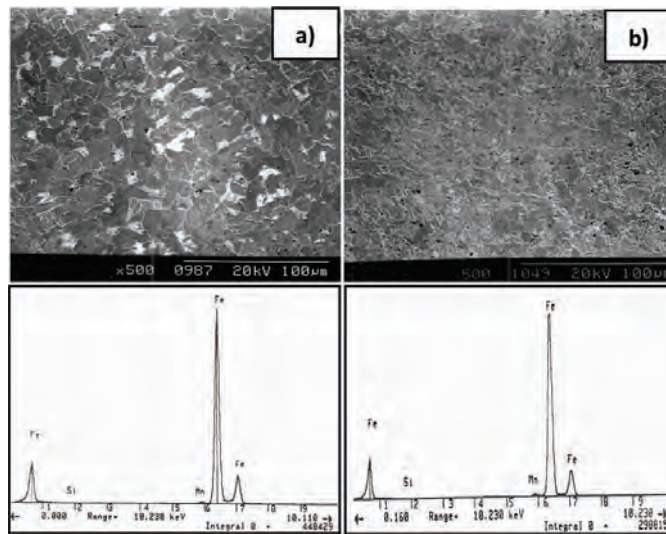


Figura 6. Micrografías por MEB de las muestras de acero laminado en caliente (ST), con sus microanálisis químico por EDS: a) Sin Nb y b) Con Nb.

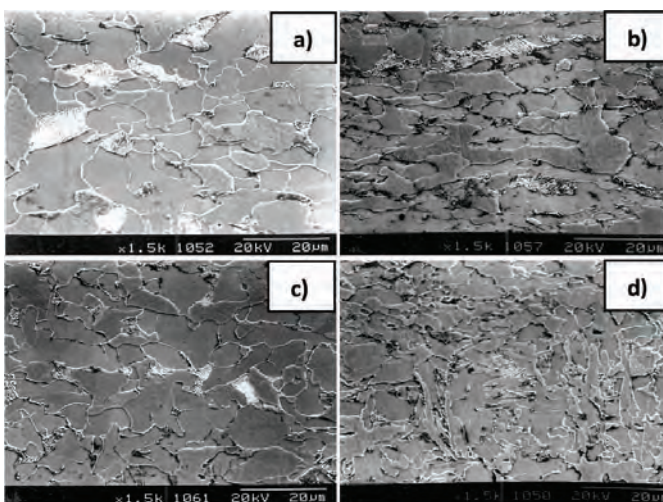


Figura 7. Micrografías por MEB de las muestras de acero laminado en caliente de la sección longitudinal: a) Sin Nb; b) Con Nb y de la sección transversal: c) Sin Nb; d) Con Nb. Se observa la presencia de ferrita más apoligonal en las muestras con Nb.

Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)

Las Figuras 8 a 11 corresponden a micrografías obtenidas por MET de las muestras del acero sin y con Nb. En ambos aceros se observa la presencia de dislocaciones tanto en el límite como en el seno de los subgranos (Fig. 8). Se revela la típica estructura de subgranos equiaxiales característica de un acero deformado, resaltando una alta densidad de dislocaciones en los límites y dentro de las celdas, en las muestras con Nb, mientras que en las muestra sin Nb la densidad de dislocaciones resultó ser menor (Fig. 9a y 9b). Además, se revela una precipitación heterogénea en la ferrita, siendo escasa en la matriz, mientras que los límites de los subgranos y las dislocaciones destacan como los sitios preferenciales para su nucleación, lo cual es consistente con investigaciones realizadas Shams 1988.

En la Figura 10 se distingue claramente que los precipitados se asocian a los límites de grano y a las dislocaciones, presentando morfologías globulares o redondas con un diámetro promedio de $\approx 0,04 \mu\text{m}$, los cuales podrían corresponder a carburos y/o nitruros de Nb. De acuerdo a la literatura revisada (Luton *et al.* 1980, Read *et al.* 1990, Shams 1988) estos precipitados anclan los límites de grano inhibiendo su crecimiento, lo cual se traduce en un aumento en las propiedades mecánicas en el acero con Nb, asociado al refinamiento de grano y al endurecimiento por precipitación.

La Figura 11a y 11b muestra detalles de la fase perlítica en los aceros sin Nb y con Nb, respectivamente. A partir de estas micrografías, se determina el espesor de lámina y la distancia interlaminar de la perlita, con la finalidad de relacionarlos con las características de la tenacidad en estos aceros. Investigaciones han determinado que un menor espaciado interlaminar disminuye la tenacidad,

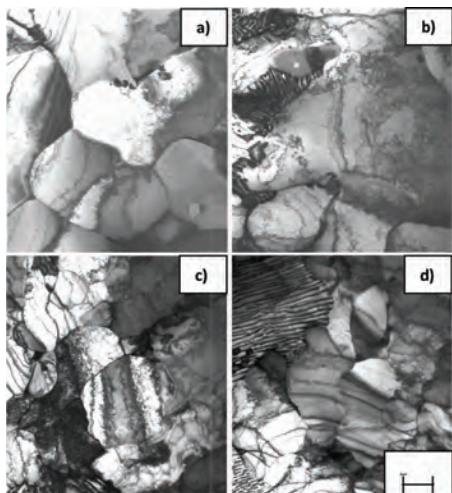


Figura 8. Micrografías por MET de las muestras de acero laminado en caliente (SL): a) Sin Nb y c) d) Con Nb, donde se presenta una mayor densidad de dislocaciones en los límites y dentro de las celdas.

mientras que una disminución del espesor de las láminas de cementita la mejora, al disminuir el tamaño de las fisuras producidas por fractura de las mismas. (Pickering 1971). En este estudio, los espesores promedios de las láminas de cementita fueron aproximadamente $0,070 \mu\text{m}$ en el acero sin Nb y $0,049 \mu\text{m}$ para el acero con Nb, lo cual indica que las muestras con Nb

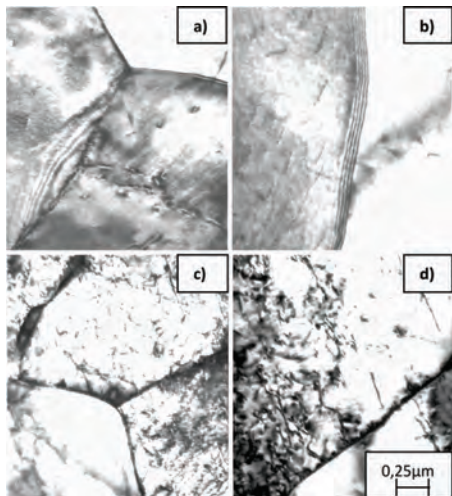


Figura 9. Micrografías por MET de las muestras de acero laminado en caliente (SL): a) b) Sin Nb y c) d) Con Nb, donde se presenta una mayor densidad de dislocaciones en los límites y dentro de las celdas, así como precipitados finos en los límites y asociados a las dislocaciones ($1\text{cm} \approx 0,25\mu\text{m}$).

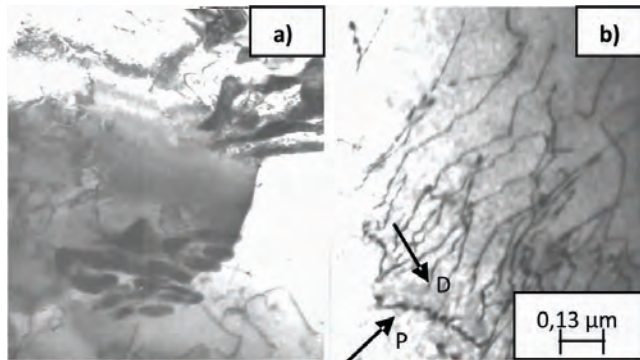


Figura 10. Micrografías por MET de las muestras de acero laminado en caliente (SL) con Nb, donde se observan: a) Dislocaciones, granos de ferrita y perlita fragmentada. b) Precipitados (P) muy finos asociados a las dislocaciones ($1\text{cm} \approx 0,25\mu\text{m}$).

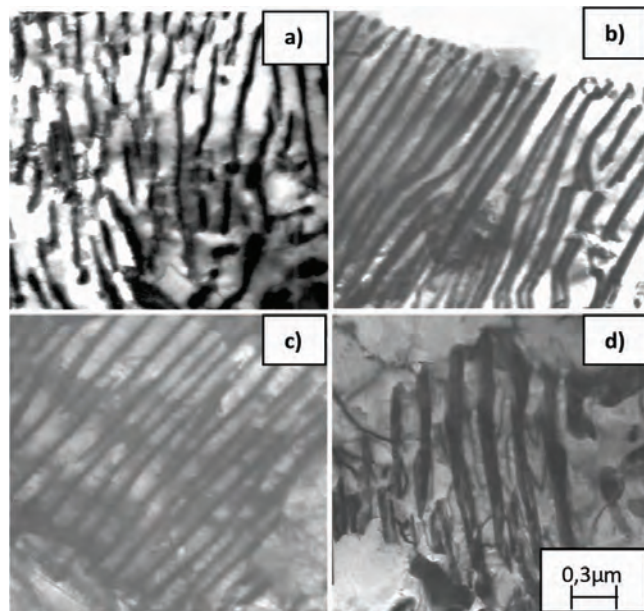


Figura 11. Micrografías por MET de las muestras de acero laminado en caliente (SL): a) b) Sin Nb y c) d) con Nb, donde se observan detalles de la perlita ($1\text{cm} \approx 0,3\mu\text{m}$).

deberían exhibir una mayor tenacidad. Sin embargo, los valores de la distancia interlamina promedio, fueron $0,078 \mu\text{m}$ para el acero sin Nb y $0,105 \mu\text{m}$ para el acero con Nb, es decir no presentan una diferencia significativa, por lo tanto, esta característica no determina el comportamiento de la tenacidad de estos aceros.

Caracterización mecánica

Dureza

La Tabla 3 muestra los valores obtenidos del ensayo de dureza con su respectiva desviación estándar promedio.

A partir de los resultados de dureza, se

observa que en las muestras de acero con Nb los valores de dureza resultaron mayor, lo cual puede ser atribuido al endurecimiento por precipitación, que ocurre por la cantidad de Nb que permanece en solución después de la laminación, pues un material puede endurecer por precipitación por la adición de elemento aleante, el cual puede precipitar formando una segunda fase. Además, se sabe que la

Tabla 3. Valores promedios de Dureza Vickers del acero sin y con Nb.

Muestra	Dureza Vickers
Acero sin Nb	$114,6 \pm 3,81$
Acero con Nb	$138 \pm 4,01$

dureza está relacionada a una mayor resistencia que ofrecen las dislocaciones a su movimiento, de acuerdo con el mecanismo de endurecimiento propuesto por Orowan (Gawne *et al.* 1985).

Tracción

En la Tabla 4 se presentan los resultados obtenidos de los ensayos de tracción de las muestras de los aceros sin Nb y con Nb. A partir de estos valores se puede apreciar que el esfuerzo de fluencia, el esfuerzo máximo a la tracción y el porcentaje de alargamiento es mayor en el acero con Nb, cuando se compara con los del acero sin Nb.

Este incremento en las propiedades mecánicas, puede ser atribuido al efecto que ejerce el Nb a través del refinamiento del tamaño de grano ferrítico. Además, la mejora de dichas propiedades podría ser explicada por la presencia del Nb, el cual permanece en solución sólida luego de la laminación, precipitando en la ferrita ya sea como carburos, nitruros y/o carbonitruros finos, originando un aumento en la resistencia mecánica a través del mecanismo de endurecimiento por precipitación.

Impacto o Charpy

En la Tabla 5, se presentan los valores de energía absorbida por impacto a diferentes temperaturas de las muestras de los aceros sin y con Nb, donde se aprecia que los valores de energía absorbida en el acero con Nb son mayores que los reportados para

el acero sin Nb. Es conocido, que la tenacidad representa la capacidad que tiene un material para ser deformado plásticamente y para absorber energía antes y durante la fractura. Por lo tanto, un material con alta tenacidad derivada del ensayo de impacto, está caracterizado por la gran capacidad para absorber energía en la ruptura de la probeta. Este comportamiento se asocia a las características microestructurales inherentes en el acero con 0,019% Nb, las cuales producirían un retardo en los eventos de nucleación y propagación de las grietas, siendo esto consistente con otras investigaciones (Shams 1988). Por otra parte, se pudo seguir el cambio del comportamiento dúctil a frágil en función de la temperatura, a través del análisis fractográfico por MEB de las superficies fracturadas de las probetas ensayadas a impacto.

La temperatura de transición dúctil a frágil en el acero, constituye un factor decisivo cuando se seleccionan materiales tomando en cuenta su tenacidad a la entalla o tendencia a la fractura frágil. Es de hacer notar, que una de las características más importantes es que el cambio de comportamiento dúctil a frágil no ocurre a una temperatura definida, sino sobre un intervalo de temperaturas, por lo que es difícil determinarla con precisión, aun considerando los diversos criterios que se han adoptado para esto. Es posible definir la temperatura a partir de las curvas de transición dúctil-frágil, en términos de la energía absorbida que

Tabla 5. Valores de energía absorbida por impacto de los aceros bajo estudio.

Temperatura (°C)		Acero sin Nb	Acero con Nb
40	SL	127,04	145,02
	ST	39,57	55,43
-20	SL	114,12	142,57
	ST	42,18	57,40
0	SL	129,33	147,15
	ST	45,45	58,04
-20	SL	99,41	141,02
	ST	55,92	83,71
-40	SL	39,24	129,98
	ST	15,53	43,00
Desviación estándar promedio	SL	±33,06	±5,96
	ST	±13,32	±13,27

resulta del ensayo de impacto, utilizando el criterio de la energía promedio, la cual corresponde a la mitad de la diferencia entre la necesaria para fracturar una probeta completamente dúctil y la necesaria para fracturar una probeta completamente frágil. Otro criterio empleado se basa en la temperatura a la cual se rompe una probeta Charpy con una cantidad de energía fija, generalmente de 15 a 20 lb.pie.

Las Figuras 12 y 13, corresponden a las curvas de transición de la fractura dúctil a frágil obtenidas en el ensayo Charpy. Como ya ha sido descrito, a partir de estas curvas, es posible estimar el grado de tenacidad en los aceros, determinando la temperatura de transición a través del criterio de la energía promedio. Así, en las muestras sin Nb la temperatura de transición obtenida corresponde a 20 °C. Como se puede observar, estos valores son muy similares en ambos aceros, sin embargo, los valores de energía absorbida indican que la tenacidad es mayor en el acero con Nb. Esto es debido, principalmente, a que los ensayos de impacto sobre las probetas

Tabla 4. Propiedades mecánicas del acero sin Nb y con Nb.

Muestra de acero	Esfuerzo fluencia S_o (Kg/cm ²)	Esfuerzo máximo $S_{máx}$ (Kg/cm ²)	Alargamiento (%)
Sin Nb-SL	31,8	46,6	31,0
Sin Nb-ST	33,0	46,2	29,0
Con Nb-SL	44,7	53,9	49,0
Sin Nb-ST	53,8	53,8	40,0

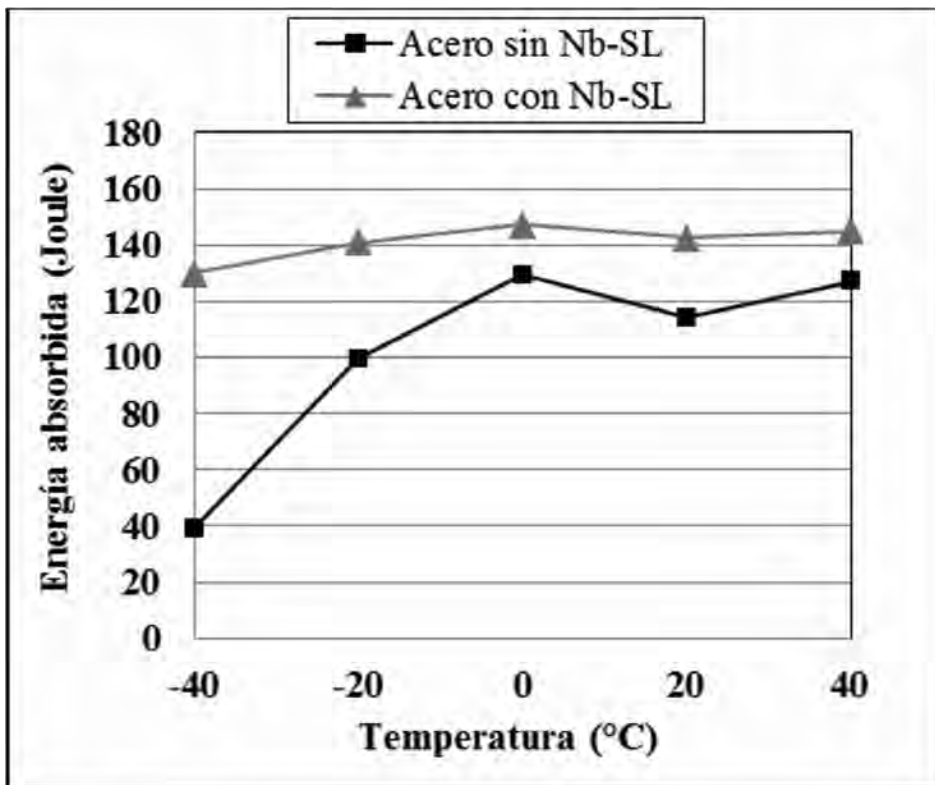


Figura 12. Micrografías por MET de las muestras de acero laminado en caliente (SL): a) b) Sin Nb y c) d) con Nb, donde se observan detalles de la perlita ($1\text{cm} \approx 0,3\mu\text{m}$).

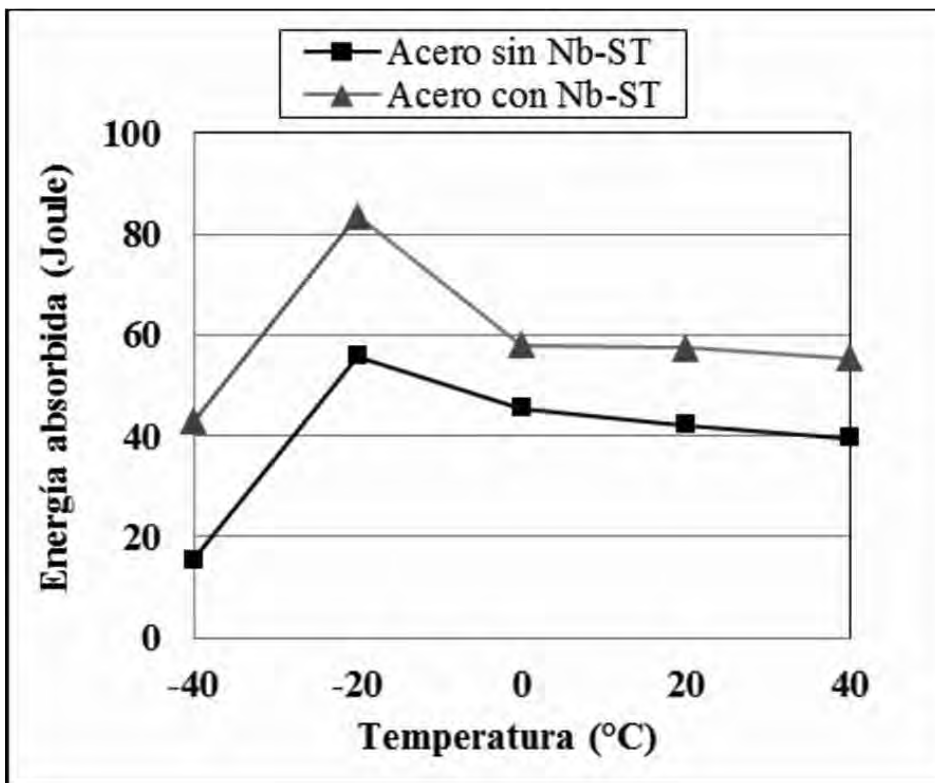


Figura 13. Micrografías por MET de las muestras de acero laminado en caliente (SL): a) b) Sin Nb y c) d) con Nb, donde se observan detalles de la perlita ($1\text{cm} \approx 0,3\mu\text{m}$).

entalladas presentan mucha dispersión, particularmente en las proximidades

de la temperatura de transición. La mayor parte de esta dispersión podría

estar asociada a variaciones locales de las propiedades del acero, y también a la dificultad para preparar entallas perfectamente reproducibles.

Análisis fractográfico por MEB

Superficies de fractura de muestras ensayadas por tracción

La Figura 14(a-d) muestra las superficies de fractura de las probetas ensayadas a tracción por MEB, correspondientes a la sección longitudinal (Figura 14a y 14b) y sección transversal (Figura 14c y 14d), sin y con Nb, respectivamente.

El análisis fractográfico revela que en todas las muestras ensayadas a tracción se puede observar una superficie de naturaleza dúctil, donde resalta la presencia de hoyuelos o “dimples” de diferentes tamaños. Sin embargo, es de hacer notar que en las superficies de las muestras del acero sin Nb, los hoyuelos se presentan de mayor tamaño y con grietas pronunciadas, originadas por la coalescencia de los microhoyuelos. Mientras que, las muestras del acero con Nb exhiben una superficie con hoyuelos de menor tamaño y distribuidos uniformemente, así como una menor densidad de grietas. Esta mayor variedad en el tamaño de los hoyuelos observados en las muestras del acero sin Nb, indica que la nucleación y crecimiento de los mismos pueden ocurrir de manera simultánea, es decir grandes deformaciones en un cuello localizado entre dos cavidades preexistentes, pueden nuclear otra cavidad central (Newmann 1967).

Es conocido que este tipo de fractura está estrechamente asociado con la formación de pequeñas cavidades en la sección reducida de las probetas, sobre un plano que es macroscópicamente normal al eje del esfuerzo de tensión aplicado. A medida que progresa la deformación, se produce la coalescencia de estas cavidades, conduciendo a un modo de fractura dúctil, como se observa

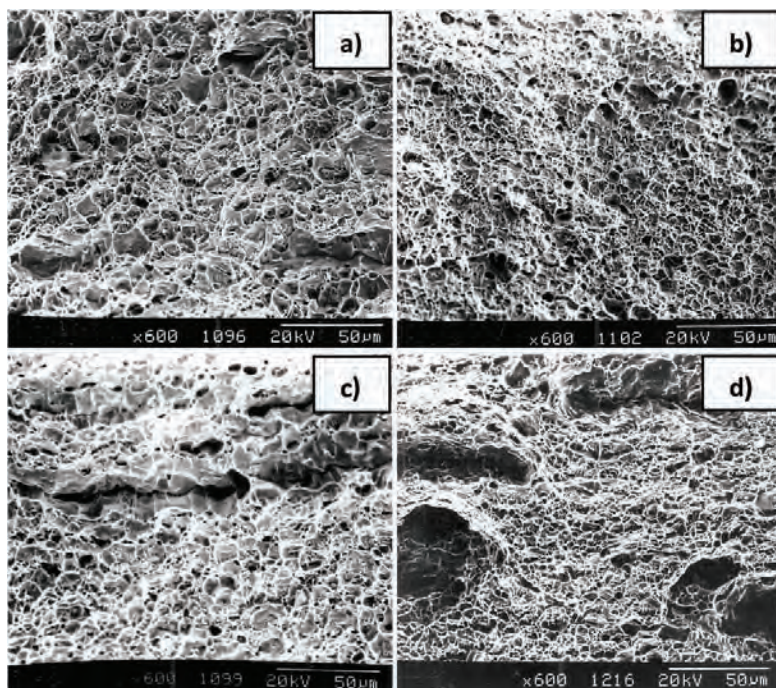


Figura 14. Fractografías por MEB mostrando la superficies de la probetas del acero de la sección longitudinal: a) Sin Nb, b) con Nb y sección transversal: c) Sin Nb y d) con Nb. Nótese la presencia de microhoyuelos en todas las superficies, así como la coalescencia de los mismos.

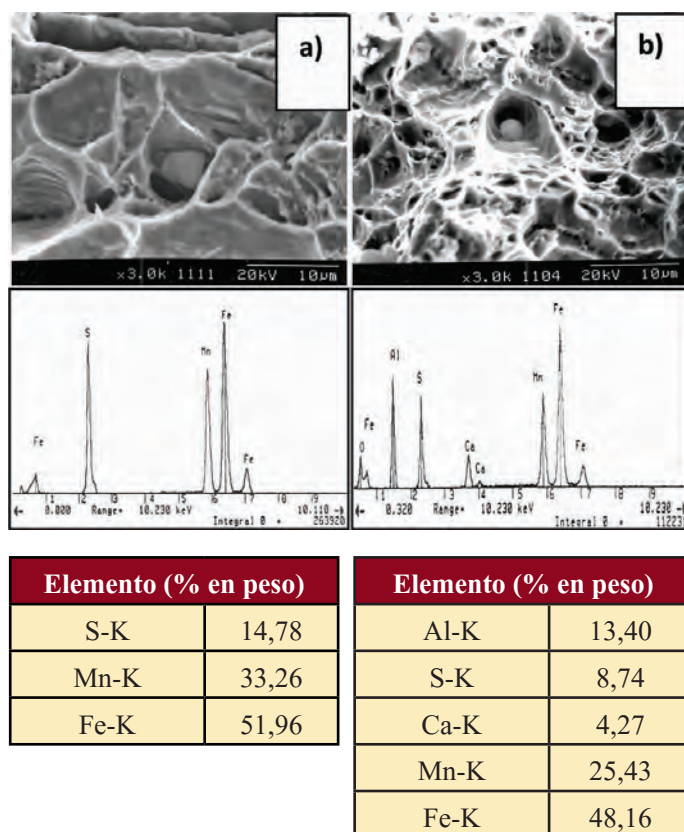


Figura 15. Fractografías por MEB de la superficie de una probeta traccionada del cero (SL): a) Sin Nb y b) Con Nb, mostrando la presencia de inclusiones con sus microanálisis químicos puntuales por EDS.

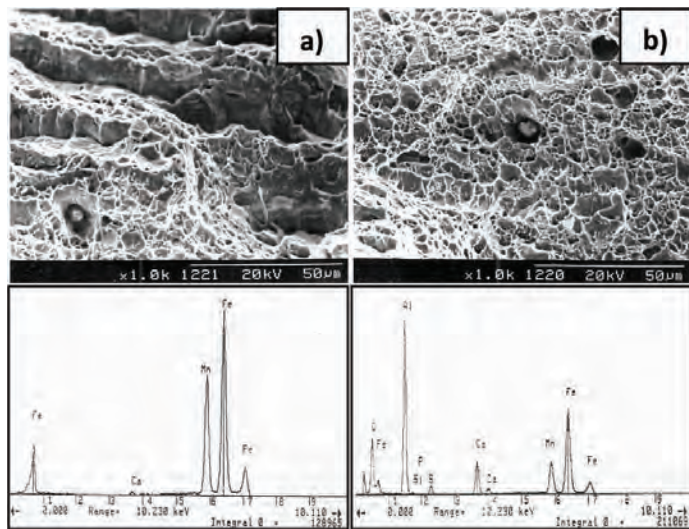
en las micrografías de la Figura 14.

Por otra parte, es sabido (Metals Handbook 1974) que la iniciación de estos microhoyuelos depende de la existencia de heterogeneidades o defectos presentes originalmente en el material o creados durante la deformación plástica. El tamaño de estos microhoyuelos está determinado por el tamaño de las inclusiones, precipitados, partículas, etc., así como por la distancia entre huecos vecinos y densidad de partículas de precipitados.

La Figura 15 (a-b) corresponde a fractografías por MEB de las probetas de los aceros provenientes de la sección longitudinal, sin Nb y con Nb, respectivamente, mientras que la Figura 16(a-b) pertenecen a fractografías por MEB de las probetas de los aceros de la sección transversal, sin Nb y con Nb, respectivamente. En todas las superficies analizadas se encontraron escasas inclusiones con morfología globular y angular, alojadas en los hoyuelos o “dimples”. Estas inclusiones fueron identificadas mediante microanálisis químico por EDS como partículas constituidas principalmente: Al, Al-Ca y Si, combinadas con otros elementos químicos tales como: S, Mn y P. La presencia de estas inclusiones es característica de aceros completamente calmados, los cuales son desoxidados con Al y Si, y tratados con Ca para controlar las morfologías de inclusiones de sulfuros.

Superficies de fractura de muestras ensayadas por impacto

El análisis fractográfico fue realizado a todas las superficies de la probetas ensayadas por impacto (sección longitudinal y transversal), en los aceros sin Nb y con Nb, fracturadas en un intervalo de temperaturas de 40°C a -40°C.



Elemento (% en peso)		Elemento (% en peso)	
S-K	0,49	Al-K	33,80
Mn-K	35,90	Si-K	0,53
Fe-K	63,61	P-K	0,19
		S-K	1,51
		Ca-K	6,67
		Mn-K	14,84
		Fe-K	42,46

Figura 16. Fractografías por MEB de la superficie de una probeta traccionada del cero (ST): a) Sin Nb y b) con Nb, mostrando la presencia de inclusiones con sus microanálisis químicos puntuales por EDS.

A partir de este análisis, fue posible seguir el cambio en el modo de fractura de los aceros en función de la temperatura, mostrando de esta manera, la transición del comportamiento dúctil a frágil, como se revela en las Figuras 17 y 18, sin Nb y con Nb, respectivamente, para la sección transversal.

Es de hacer notar que la temperatura de transición dúctil a frágil, determinada a partir de las curva de impacto, coinciden con el cambio en el aspecto de la superficie de fractura revelada por el análisis fractográfico por MEB. Así, en las micrografías presentadas en las Figuras 17 y 18, se aprecia la típica fractura mixta que presentan los aceros sometidos a este ensayo, la cual está constituida por zonas con características

dúctiles, exhibiendo “dimples” como resultado de la colaescencia de los microhoyuelos y por zonas con características frágiles caracterizadas por planos clivados.

Conclusiones

- Se determinó que la composición química de las muestras sin Nb y con Nb, se encuentra dentro de las especificaciones de la Norma ASTM A-242, definiéndose el acero bajo estudio como un acero de alta resistencia y baja aleación, caracterizado por presentar una amplia gama de aplicaciones, principalmente, en tuberías y partes estructurales.

- El análisis mediante MO y MEB revelaron que la adición de 0,019% de

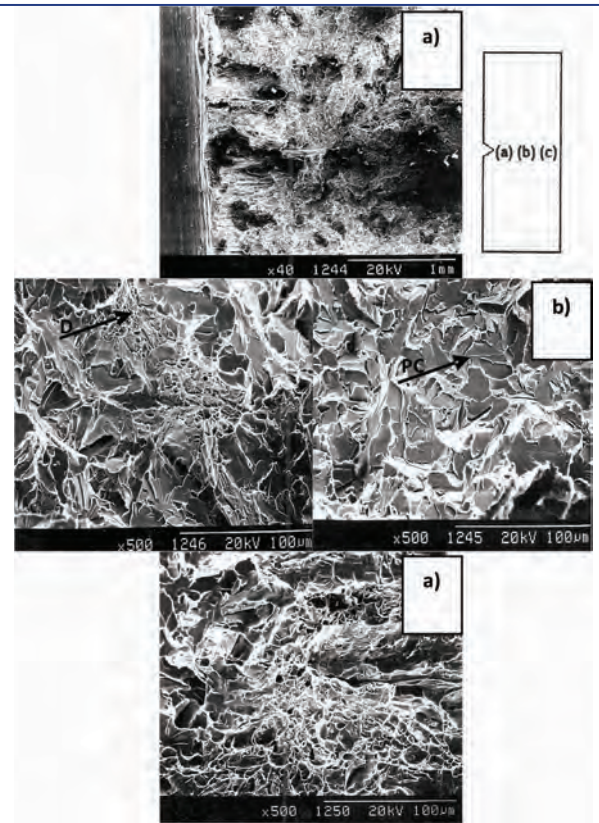


Figura 17. Fractografías por MEB mostrando la superficie de una probeta ensayada por impacto (- 40°C) del acero con Nb (ST):

- a) Vista general del entalle.
- b) Detalle en el centro de la superficie fracturada: “Dimples” (D) y planos clivados (PC).
- c) Detalle en la zona opuesta al entalle.

Nb ejerce un efecto significativo sobre el refinamiento del tamaño de grano ferrítico, así como también favorece la formación de ferrita apoligonal.

- El análisis del nivel de inclusiones por MEB-EDS, reveló una escasa presencia de partículas de segunda fase con una morfología globular y angular, de composición química compleja, constituidas principalmente por: Al, Al-Ca y Si, combinadas con: S, Mn y P, típicas de los aceros calmados y desoxidados.

- El análisis por MET reveló en el acero con Nb, una mayor densidad de dislocaciones en los límites y seno de los subgranos, así como la presencia de precipitados globulares muy finos

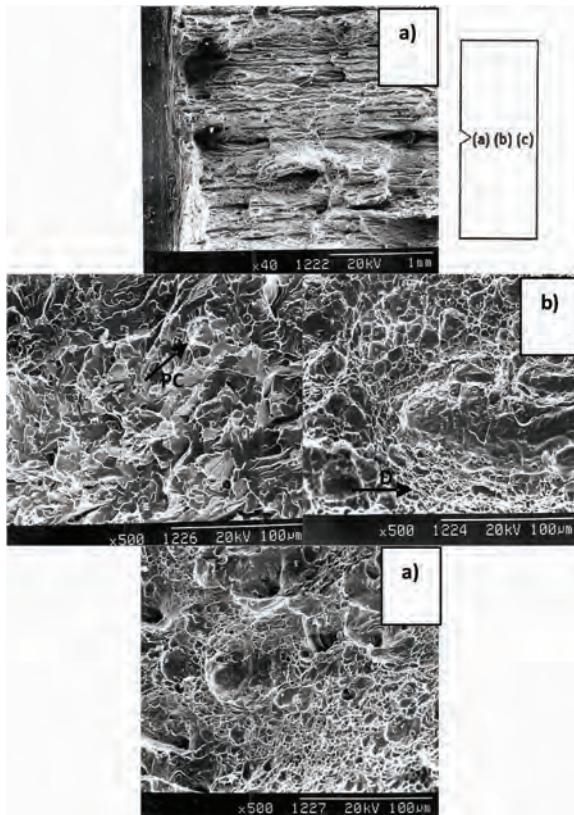


Figura 18. Fractografías por MEB mostrando la superficie de una probeta ensayada por impacto (- 40°C) del acero con Nb (ST):

- a) Vista general del entalle.
- b) Detalle en el centro de la superficie fracturada: “Dimples” (D) y planos clivados (PC).
- c) Detalle en la zona opuesta al entalle.

($D \approx 0,04 \mu\text{m}$), los cuales pueden corresponder a carburos, nitruros y/o carbonitruros, asociados a las dislocaciones, límites y seno de los subgranos. Además, se encontró que un espesor menor de las láminas de cementita mejora su tenacidad.

- Se determinó la máxima dureza en el acero con Nb, asociado a la presencia de partículas precipitadas.

- El Nb precipitado en la ferrita, produjo un aumento en la resistencia máxima a la tracción y en la ductilidad, a través del mecanismo de endurecimiento por precipitación y/o al refinamiento del tamaño de grano ferrítico.

- La presencia de Nb, promueve un

incremento y una mayor uniformidad en la energía absorbida durante el ensayo Charpy en probetas con entallas longitudinal y transversal al sentido de laminación, en el rango de temperatura ensayado, lo que es indicativo de una mayor tenacidad.

- Las muestras ensayadas por tracción exhiben una superficie de fractura completamente dúctil, caracterizada por la presencia de hoyuelos o “dimples” de menor tamaño en las muestras con Nb.

- El análisis fractográfico permitió seguir el comportamiento dúctil a frágil en las muestras ensayadas por impacto, determinándose que el modo de fractura en la transición es mixto, caracterizado por la presencia de “dimples” y facetas

de clivaje, a una temperatura de ensayo de - 40°C.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer a la Empresa SIDOR S.A, por todo el apoyo brindado para llevar a cabo esta investigación a nivel de Planta y al Consejo de Desarrollo Científico y Humanístico (CDCH) de la Universidad Central de Venezuela por el financiamiento otorgado a través de un proyecto, haciendo posible realizar la caracterización microestructural a través del Centro de Microscopía Electrónica de la Facultad de Ingeniería-UCV.

Referencias

- BÉJAR L., HERNÁNDEZ C. A., MANCILLA J.E., HERNÁNDEZ B. (2001). “Estudio comparativo micrográfico de precipitados en aceros microaleados al Nb”. Jornadas SAM-CONAMET-AAS:125-132.
- CHARLEUX M., POOLE W. J., MILITZER M., DESCHAMPS A., (2001). “Precipitation behavior and its effect on strengthening of an HSLA - Nb/Ti steel” Metallurgical and Materials Transactions A. 32(7):1635-1647.
- COHEN M., HANSEN S. S. (1985). “On the Fundamental of HSLA Steels” Proceeding of an International Conference on HSLA Steels: Metallurgy and Application, HSLA Steels’85, Nov., Beijing, China.
- GAWNE D. T., LEWIS G. M. H. (1985). “Strengthening mechanisms in high-strength microalloyed steels”. Materials Science and Technology 1(3):183-191.
- HUTCHINSON, C. R., ZUROB H. S., CHAD W. SINCLAIR C. W.,

- BRECHET Y. J. M. (2008) "The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain boundary motion in Nb-steels". *Materials Science Forum*.59(6):635-637.
- JONAS J.J., WEISS I (1979). "Effect of Precipitation on Recrystallization in Microalloyed Steels". *Metals Science*, 13:238-245.
- KESTENBACH H. J. (1997) "Dispersion hardening by niobium carbonitride precipitation in ferrite". *Materials Science and Technology*.13(9):731-739.
- LUTON M.J., DORVEL R., PETKOVIC R. A. (1980). "Interaction between deformation, recrystallization and precipitation in Niobium steels". *Metallurgical Transactions A*, 11A, March, 411-420.
- MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A 06/2011; 528(16):5519-5528.DOI:10.1016/J.MSEA.2011.03.087• 2.57 Impact factor.
- MEDINA S. F., MANCILLA J. E. (1996). "Static recrystallization modeling of hot deformed microalloyed steels at temperatures below the critical temperature". *ISIJ International*. 36(8):1077-1083.
- MEDINA S. F., MANCILLA J. E. (1996). "Influence of elements in solution on static recrystallization kinetics of hot deformed steels". *ISIJ International*, 36 (8), 1063-1069.
- METALAS HANBOOK (1974). "Fractography and atlas of fractographs", American Society for Metals, ASM, 9: 1-499.
- MEYER L., STRASBURGER C., SCHNEIDER C. (1985). "Effect and present application of the microalloying elements Nb, V, Ti, Zr and B in HSLA steels". *Proceedings of HSLA'85*. Beijing, China. ASM-International:29-39.
- MORALES, E. V., GALLEGOS J., KESTENBACH H. J. (2003). "On coherent carbonitride precipitation in commercial microalloyed steels". *Philosophical Magazine Letters*.83(2-2):79-87.
- NEWMANN P. (1967). "Materials Science and Engineering". 25,217.
- PICKERING F. B. (1975) "High-strength, low alloy steels-A decade of progress". *Proceedings of Microalloying '75*. Union Carbide. EUA: 9-31.
- PICKERING F. B. (1971) "The effect of composition and microstructure on ductility and toughness, in toward improved ductility and toughness". *Climax Molybdenum Development Co., Japan*: p 9-31.
- READ S., GIBBS R.K., PARKER B. A. (1990). "Extraction and characterization of precipitates formed in a Niobium HSLA steel". *Materials Forum*. 14.304-307.
- SHAMS N. (1988) "Fracture toughness in Niobium treated steels" *Journal of Metals*, March, 14-17.
- STANDARD METHODS AND DEFINITIONS FOR MECHANICAL TESTING OF STEEL PRODUCTS, ASTM-A370 (1980). *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.01:1-56.
- STANDARD METHODS AND DEFINITIONS FOR MECHANICAL TESTING OF STEEL PRODUCTS, ASTM-E23. (1980). "Metals Test Methods and Analytical Procedures: Methods for notched bar impact testing of metallic materials". *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.01:1-56.
- STANDARD SPECIFICATION FOR HIGH-STRENGTH LOW-ALLOY STRUCTURAL STEEL. (1979) ASTM A- 242. *Annual Book of ASTM Standards*, Part 4: 212-213.
- STANDARD TEST METHODS FOR DETERMINING AVERAGE GRAIN SIZE, ASTM E112. (2012):1-27
- VERVYNCKT S., THIBAUX P., VERBEKEN K. (2012) "Effect of Niobium on the microstructure and mechanical properties of hot rolled microalloyed steels after recrystallization-controlled rolling". *Metals and Materials International*.18(1),37-46.
- VERVYNCKT S., VERBEKEN K., THIBAUX P., HOUBAERT, Y. (2011) "Recrystallization-precipitation interaction during austenite hot deformation of a Nb microalloyed steel". *Materials Science and Engineering A* 528(16):5519-5528.
- VERVYNCKT S., VERBEKEN K., THIBAUX P., (2009) "Austenite recrystallization-precipitation interaction in Niobium microalloyed steels". *ISIJ International*, 49(6):911-920.
- WOODHEAD J. H., KEOWN S. R. (1985). "The history of microalloyed steels". *Proceedings of HSLA'85*, Beijing, China. ASM-International:15-28.