

Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACION	
Nº 1	AÑO 1985

CARACTERIZACION DE INCLUSIONES EN ACEROS MEDIANTE
TECNICAS DE MICROANALISIS DE LAMINAS DELGADAS

Estela Rodríguez y Raúl Versaci*

RESUMEN

Se extrajeron inclusiones de una probeta de acero calmado con aluminio utilizando la técnica de réplica de carbono y se analizaron empleando un microscopio electrónico de barrido equipado con un espectrómetro dispersivo en energías.

Utilizando la relación propuesta por Lorimer (4) se transformaron los valores de intensidad de Rx en porcentajes en peso de cada elemento y con ellos se calcularon las fases presentes en inclusiones de un tamaño desde 0.1µm a 10µm aproximadamente.

Los resultados obtenidos son satisfactorios e indican a la técnica como una buena alternativa para profundizar en el estudio de inclusiones en aceros.

INTRODUCCION

El estudio de inclusiones en aceros por microscopía óptica es necesario como un primer paso para obtener información general, sobre las dimensiones forma y distribución de las mismas, a partir de un cierto tamaño. En cuanto a la identificación de fases por esta técnica es somera, pero dada su simplicidad es habitual en la práctica de acería.

* Investigadores Comisión Nacional de Energía Atómica-Dto. Materiales.

Para profundizar en el conocimiento de inclusiones en diferentes aspectos tales como, mecanismos de formación, comportamiento frente a la corrosión, influencia en las propiedades mecánicas, procesos de acería, etc. es preciso recurrir a las técnicas de microanálisis de Rx para la caracterización de la o las fases presentes en una inclusión.

Cuando las inclusiones no han sido separadas de la matriz, como ocurre habitualmente en la literatura (1) (2) (3), el principal inconveniente es la radiación proveniente de la matriz que se suma a la propia de la inclusión. Esta dificultad invalida cualquier cálculo estequiométrico.

El presente trabajo ofrece la alternativa de analizar inclusiones extraídas de la matriz desde $0.1\mu\text{m}$ hasta $10\mu\text{m}$ aproximadamente, mediante un espectrómetro de Rx, asociado a un microscopio electrónico de barrido empleando el mismo formalismo que para el caso de láminas delgadas. Los datos obtenidos servirán para inferir los compuestos químicos presentes mediante cálculos estequiométricos simples.

TECNICAS EXPERIMENTALES

Se emplea una probeta de acero calmado con aluminio de la siguiente composición química, expresado en porcentaje en peso:

C: 0.14, S: 0.006, Si: 0.25, Al^{*}: 0.05, Mn: 1.11, Ca < 0.005, Cr: 0.002

* El contenido de aluminio indicado, es la diferencia entre el aluminio total y el que está combinado como Al_2O_3 .

Las probetas se pulen hasta $3\mu\text{m}$ con pasta de diamante y se atacan con una solución de bromo en metanol, la cual disuelve la matriz dejando las inclusiones en relieve, luego se deposita carbón, se marcan y se despegan con la misma solución. Debe tenerse la precaución de que el metanol utilizado sea de extrema pureza, a fin de evitar presencia de agua, pues el ácido HBr disuelve los sulfuros habituales en aceros.

Para el análisis de pequeñas partículas o de láminas delgadas Lorimer(4)

propuso la siguiente relación entre intensidades y composiciones:

$$\frac{C_x}{C_y} = K_{xy} \frac{I_x}{I_y}$$

C_x C_y - Concentraciones
 I_x I_y - Intensidades de Rx
 K_{xy} - Cte.

En primera aproximación se supone que los efectos de número atómico, absorción y fluorescencia son despreciables, debido al tamaño del volumen que produce la emisión de Rx.

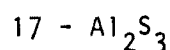
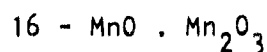
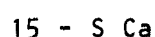
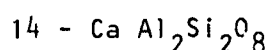
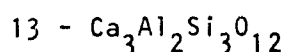
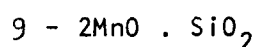
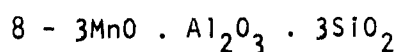
Los valores de K_{xSi} fueron calculados según el método propuesto por Schereise (5). Estos valores se los compara con los obtenidos experimentalmente utilizando minerales o aleaciones de composición conocida.

OBSERVACIONES

Se analizó la composición química de aproximadamente 13 inclusiones, cu yos datos de forma, tamaño de partícula, zona analizada y valores porcentuales de cada elemento se indican en la tabla I. Debe tenerse en cuenta que se omite el oxígeno en la determinación.

En base a datos termodinámicos y diagramas de equilibrio (6) entre las posibles fases (teniendo en cuenta los elementos detectados) se pueden men cionar :

- 1 - Al_2O_3
- 2 - SiO_2
- 3 - $MnOAl_2O_3$
- 4 - $MnO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$
- 5 - $2MnO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$
- 6 - $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$
- 7 - $MnO \cdot SiO_2$



Considerando en las mediciones las relaciones entre elementos por ejemplo Mn/S, Si/Al etc. se predicen las fases más probables.

En la serie de mediciones, tabla I, pueden hacerse las siguientes consideraciones: en las mediciones B, D, G, K, L, LL, en general las fases más probables serían MnS y $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, en proporciones variables. Si bien en algunas la relación Mn/S excede al valor 1.7 correspondiente al MnS el excedente de manganeso estaría combinado como óxido. Lo mismo puede decirse de la relación Si/Al en las mediciones G y L, alrededor de 5.2, también en la C e I, aunque en otras proporciones, además de las dos fases mencionadas el excedente de aluminio se habría combinado como alúmina.

Las mediciones A y E, fueron realizadas en el centro de dos inclusiones de aproximadamente $10\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$ de diámetro mayor y menor respectivamente. En ambas mediciones las fases más probables son MnS y Al_2O_3 , esta última en gran proporción, esta observación estaría de acuerdo con predicciones teóricas en cuanto a que la alúmina actúa como núcleo en la formación de sulfuros.

En la medición C, la relación Si/Al correspondería a $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ y Al_2O_3 . En cuanto a la relación Mn/S puede decirse que el 45.89% de manganeso está combinado como óxido y el resto como MnS.

Solo se detectó calcio en las mediciones H , e I , en la H , las fases posibles son Al_2O_3 , OCa , CaS , y en la I , donde el calcio está en menor proporción que la anterior, las fases posibles son MnS , CaS y Al_2O_3 . Teniendo en cuenta que este acero no ha sido tratado con calcio (menor que 0.005% en peso), las inclusiones H , I serían provenientes de refractarios u otras contaminaciones exógenas, por esa razón no se hace incapié en su análisis en las conclusiones.

RESUMEN

Podría decirse que en la mayoría de las inclusiones, descartando los carburos, los compuestos presentes serían MnS y $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$. En varias mediciones aparece además Al_2O_3 en proporciones variables. La presencia de esta última fase junto con $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ está de acuerdo con lo citado por otros autores (7).

Con respecto al manganeso podría decirse que la proporción del mismo que está combinado como óxido es muy baja, casi siempre está en la forma de MnS . Esto nos daría idea de las condiciones de desoxidación del acero.

No aparece FeS , el cual tiene relación con la velocidad de enfriamiento.

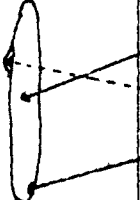
También es importante destacar que a pesar de que las inclusiones grandes presentan una gran deformación plástica, a diferencias de las pequeñas de $1 \mu m$ que no la presentan, no se pudo apreciar diferencias en la composición química que justifique tal diferencia de comportamiento. Son más relevantes en la deformación plástica de estas inclusiones las fuerzas de fricción, que son mayores en las inclusiones grandes, que la composición química.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 1 - Ito Y., Yonezawa N., and Matsubara K., Transactions ISIJ, vol.120 (1980) 19-25.
- 2 - Takada H., Bessho J., Ito T., Transactions ISIJ vol. 18 (1978) 564-573
- 3 - Baker T., and Charles J., Journal of the iron and steel Institute. September 1972. 702-706

- 4 - Cliff G., and Lorimer G., J. Micros. (London) 103, (1975), 20
- 5 - Schreiber T.P. and Wins A., Ultramicroscopy 6 (1981) 323-334.
- 6 - Kiessling R., and Lange N., Non-Metallic inclusions in steel. Part.II (1966)

TABLA I

Medición	tamaño (en μm)	morfología	porcentajes en peso					
			aluminio	silicio	azufre	manganeso	hierro	calcio
A'	10 μm x 3 μm		12.0	0.9	31.6	55.5	-	-
B'			6.1	1.8	27.5	64.6	-	-
C'	1 μm	esférica	8.0	1.5	5.3	85.1	-	-
D'	1 μm	esférica	3.5	1.1	35.6	59.7	-	-
E'	12 μm x 2 μm		21.7	0.90	25.9	51.5	-	-
F'			2.9	0.85	35.2	61.1	-	-
G'			4.2	0.8	32.3	62.7	-	-
H'	3 μm	esférica	11.0	-	14.2	-	-	74,8
I'	3.5 μm	esférica	65.1	0.8	17.1	14.4	-	2.6
J'	1 μm	esférica	carburo					
K'	1 μm	esférica	2.9	1.1	38.9	57.1	-	-
L'	3 μm	esférica	4.3	0.9	36.2	58.6	-	-
L.L.'	0.1 μm	esférica	24.3	6.8	34.4	34.5	-	-