

# Caracterización del estado de recepción de un acero SA 508 Gr.3 Cl.1 en un microscopio electrónico de barrido usando electrones retrodifundidos

## Characterization of the as-received state of a SA 508 Gr.3 Cl.1 steel by backscattered electrons in a scanning electron microscope

Presentación: 08/10/2023

### **Pablo Pelaez**

Gerencia Investigación y Aplicaciones, CNEA, Centro Atómico Constituyentes, Av. Gral. Paz 1499, Buenos Aires, Argentina  
[pablopelaez@cnea.gob.ar](mailto:pablopelaez@cnea.gob.ar)

### **Edgar Fabián Cubilla Rios**

Instituto de Tecnología Sabato, UNSAM - CNEA, Centro Atómico Constituyentes, Av. Gral. Paz 1499, Buenos Aires, Argentina  
[cubilla@tandar.cnea.gov.ar](mailto:cubilla@tandar.cnea.gov.ar)

### **Cinthia Paula Ramos**

Gerencia Investigación y Aplicaciones, CNEA, Centro Atómico Constituyentes, Av. Gral. Paz 1499, Buenos Aires, Argentina  
Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (CNEA-CONICET), Av. Gral. Paz 1499, Buenos Aires, Argentina.  
[ciramos@cnea.gov.ar](mailto:ciramos@cnea.gov.ar)

### **María Inés Luppo**

Gerencia Materiales, CNEA, Centro Atómico Constituyentes, Av. Gral. Paz 1499, Buenos Aires, Argentina  
[luppo@cnea.gov.ar](mailto:luppo@cnea.gov.ar)

### **Claudio Ariel Danón**

Gerencia Materiales, CNEA, Centro Atómico Constituyentes, Av. Gral. Paz 1499, Buenos Aires, Argentina  
[danon@cnea.gov.ar](mailto:danon@cnea.gov.ar)

### **Resumen**

En este trabajo se emplearon técnicas de caracterización metalográfica, como microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido con detección de electrones retrodifundidos y electrones secundarios, para analizar el estado metalúrgico de recepción de un acero SA 508 Gr.3 Cl.1. Se observaron dos tipos de regiones en la microestructura, denominadas *zona segregada* y *zona matriz*, caracterizadas por diferencias en el tamaño, forma y densidad de las segundas fases precipitadas. La llamada zona segregada se asoció a la macrosegregación química producida durante el proceso de colada del acero. El uso de la señal de electrones retrodifundidos permitió revelar diferentes orientaciones cristalinas en la zona matriz y cúmulos de carburos en la zona segregada. Estos resultados se complementaron con un análisis del patrón de difracción de rayos X mediante el método de refinamiento de Rietveld.

Palabras clave: Aceros, SA508, Microscopía, Electrones retrodifundidos, Macrosegregación.

## Abstract

In this work, metallographic characterization techniques such as optical microscopy and scanning electron microscopy with backscattered and secondary electrons detection were employed to analyze the as-received metallurgical state of a SA 508 Gr.3 Cl.1 steel. Two distinct regions were observed within the microstructure, referred to as the *segregated zone* and the *matrix zone*, characterized by differences in size, shape, and density of the precipitated second phases. The so-called segregated zone was associated with the chemical macrosegregation produced during the steel casting process. The use of backscattered electron signals allowed for the identification of distinct crystal orientations within the matrix zone and the presence of carbide clusters within the segregated zone. These results were further complemented by an analysis of the X-ray diffraction pattern by using the Rietveld refinement method.

Keywords: Steels, SA508, Microscopy, Backscattered electrons, Macrosegregation.

## Introducción

La tendencia actual en la industria nuclear se enfoca en aumentar la vida útil de las instalaciones y garantizar la integridad estructural de sus componentes; es menester entonces conocer las propiedades de los materiales utilizados para asegurar la fabricación confiable de esas estructuras. En este contexto, los aceros de baja aleación y bajo carbono, como el SA 508 Gr.3. Cl.1, son ampliamente utilizados debido a su buena resistencia, tenacidad, soldabilidad y costo [1]. En particular, se utilizan en la fabricación de recipientes a presión de reactores nucleares de fisión [2]. Este proceso implica la forja de piezas de gran tamaño, que puede resultar en la aparición de defectos tales como la macrosegregación de elementos de aleación. En la solidificación del acero el soluto se reparte entre el sólido y el líquido, enriqueciendo o empobreciendo las regiones interdendríticas y esto conduce naturalmente a variaciones en la composición en la escala de los micrones; es decir, a una microsegregación. Sin embargo, cuando las variaciones químicas se producen en escalas de longitud que se aproximan a las dimensiones de la pieza fundida -para lingotes grandes pueden ser del orden de los centímetros o metros-, se produce una macrosegregación. A diferencia de la microsegregación, la macrosegregación es prácticamente imposible de remover, debido a las distancias sobre las cuales los solutos involucrados tendrían que difundir. Estudios previos demostraron que cualquier inhomogeneidad química introducida por la macrosegregación conduce a diferentes microestructuras y, por lo tanto, a propiedades mecánicas diferentes, comprometiendo entonces las propiedades deseadas [3].

Se han llevado a cabo diversos estudios sobre la caracterización microestructural de materiales para recipientes a presión construidos a partir de forjados, entre los cuales se destaca el acero SA 508 Gr.3 Cl.1. A partir de ellos se ha concluido que, como resultado de la secuencia de tratamientos termomecánicos a los que se somete al material, se obtiene predominantemente una estructura de bainita superior revenida [4] [5].

En la literatura previa se puede encontrar un estudio sobre la microestructura obtenida en un acero SA 508 al someter al material a ciclos de enfriamiento continuo con velocidades comprendidas entre 0.1 y 1 °C/s [6]. Los autores llegaron a la conclusión de que a velocidades de enfriamiento por debajo de los 0.4 °C/s se formaba una mezcla de ferrita alotriomórfica (fase que puede disminuir la tenacidad), bainita y martensita, con carburos alineados de forma paralela a la dirección del plano de hábito de las placas ferrítico - bainíticas. Por otro lado, a velocidades de enfriamiento de 1 °C/s, las microestructuras estaban constituidas principalmente por bainita. Además, observaron una relación entre la formación de ferrita alotriomórfica y el tamaño de grano austenítico; a medida que este disminuía, aumentaba la proporción de ferrita. Por lo tanto, recomendaron mantener un tamaño de grano austenítico mínimo de 25 µm para evitar la formación significativa de ferrita alotriomórfica a bajas velocidades de enfriamiento.

De igual manera se estudió la variación de la microestructura en el espesor de un recipiente a presión comercial de acero SA 508 Gr.3 Cl.1, sometido a un tratamiento térmico que incluía normalizado a 900 °C por 10 hs, revenido a 650 °C por 8 hs, austenizado a 880 °C por 7 hs, templado en agua y revenido a 650 °C por 9 hs [7].

La microestructura resultante consistió principalmente en bainita revenida, con una pequeña cantidad de martensita revenida en la superficie interior del recipiente.

En este trabajo se realizó una caracterización de la microestructura en el estado de recepción de un acero SA 508 Gr.3 Cl.1, utilizando técnicas de microscopía óptica (OM) y microscopía electrónica de barrido (SEM) con imágenes de electrones secundarios (SE) y electrones retrodispersados (BSE). Además, se obtuvo un patrón de difracción de rayos X (XRD) cuyos resultados fueron analizados mediante el método de refinamiento de Rietveld.

## Desarrollo

El estudio se llevó a cabo en un acero SA 508 Gr.3 Cl.1 forjado cuya composición química se muestra en la Tabla 1. El material fue suministrado con un tratamiento térmico de austenizado a 920 °C por 8 hs y templado en agua, seguido de un revenido a 655 °C durante 12 hs y enfriado al aire.

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>
0,17	1,46	0,06	0,007	0,002	0,15	0,81	0,51
<b>Al</b>	<b>Sn</b>	<b>As</b>	<b>Ti</b>	<b>Sb</b>	<b>B</b>	<b>Ta</b>	<b>Co</b>
0,017	0,006	0,005	0,001	0,0023	0,0002	0,0004	0,011
<b>V</b>	<b>Nb</b>	<b>O</b>	<b>N</b>	<b>H</b>	<b>Ca</b>	<b>Cu</b>	<b>Alsol</b>
0,008	0,003	0,002	0,0068	0,00014	0,001	0,08	0,014

Tabla 1: Composición química del acero SA 508 Gr.3 Cl.1 (% en peso).

Para la preparación metalográfica se incluyó una muestra de 10 mm x 10 mm x 1.5 mm en resina conductora y se la desbastó utilizando papeles abrasivos con diferentes granulometrías (#220, #320, #400 y #600). Posteriormente se realizó un pulido con pasta de diamante en paños de 6 y 1  $\mu\text{m}$  para obtener una superficie lisa y con un mínimo de deformación. Para observar las muestras mediante OM y SEM utilizando electrones secundarios, se realizó un ataque químico con Nital 4% durante 10 s para OM y durante 15 s para SEM, con la finalidad de obtener una mayor resolución. Por otro lado, para la observación utilizando BSE, se realizó un pulido adicional con silica coloidal de 0.05  $\mu\text{m}$  durante 15 min, sin ataque químico posterior. Este pulido final es importante ya que la superficie de la muestra a observar debe quedar sin deformación o alteraciones en su superficie.

Para la obtención de información microestructural por medio de la técnica de difracción de rayos X se requieren muestras que presenten una superficie plana, especular y libre de deformaciones. Por este motivo, luego del pulido hasta paño de 1  $\mu\text{m}$  se realizó un pulido electrolítico utilizando el método del tampón. El electrolito empleado fue una solución de butil cellosolve-perclórico 90:10 (Butil cellosolve 90% y ácido perclórico 10%). La tensión aplicada fue de 35 V, procurando que el valor de la corriente no sobrepasara los 0,5 A. El tiempo estimado de pulido fue de alrededor de 3 min. Durante el pulido se mantuvo la solución refrigerada sumergiendo el recipiente que la contenía en agua con hielo.

La muestra fue analizada con un difractómetro Panalytical modelo Empyrean. Este utiliza radiación Cu  $K\alpha$  ( $K\alpha_1 \lambda=1,5406 \text{ \AA}$  y  $K\alpha_2 \lambda= 1,5443 \text{ \AA}$ ). El barrido en  $2\theta$  se realizó entre  $30^\circ$  y  $130^\circ$  con un paso de  $0,026^\circ$  y un tiempo equivalente por paso de 75 s. Se tomaron 20 difractogramas en un tiempo total de 20 min, que fueron luego superpuestos con el fin de obtener una mejor estadística de conteo.

Para llevar a cabo el refinamiento mediante el método de Rietveld se utilizó el programa MAUD [8].

## Resultados

### Caracterización metalográfica

La Figura 1 muestra la microestructura del acero SA 508 Gr.3 Cl.1 observada mediante OM. En ella se aprecia una mezcla no uniforme de carburos y ferrita. Además, se pueden identificar dos tipos de regiones bien definidas, denominadas zona matriz (ZM) y zona segregada (ZS). En la ZM, se encuentran estructuras similares a las descritas por diferentes autores como bainita superior (BS) revenida [9-11]. También se distinguen dos subclases de zonas que difieren en la distribución de carburos, zonas con alta densidad de precipitados y otras con una densidad más baja. Esto último resulta en una distribución poco uniforme de carburos en la ZM. Por otro lado, en la ZS se observa una estructura más fina que podría relacionarse con la presencia de bainita inferior (BI) revenida, como se menciona en otros estudios [12]. La ZS se visualiza como más oscura en la imagen tomada con OM y parece tener una mayor densidad de carburos distribuidos de manera más uniforme que aquellos correspondientes a la ZM.

Por otro lado, se realizaron observaciones a diferentes aumentos en las ZM y ZS, tal como se muestra en la Figura 2. Estas imágenes revelan las diferencias en la distribución de los carburos entre ambas zonas, así como la presencia de grupos discretos con una alta densidad de precipitados en la ZM.

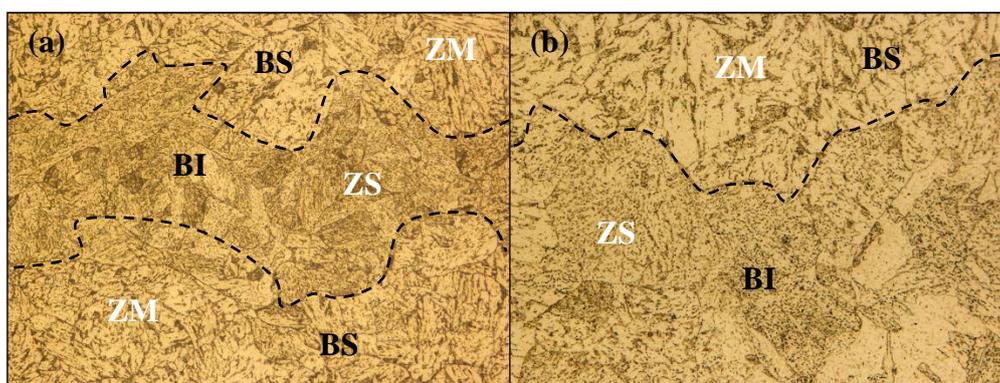


Figura 1: Micrografías ópticas del estado de recepción del acero SA 508: (a) Zona Matriz (ZM) y Zona Segregada (ZS), (b) ampliación de la ZS. Bainita superior revenida y bainita inferior revenida son referidas como BS y BI, respectivamente.

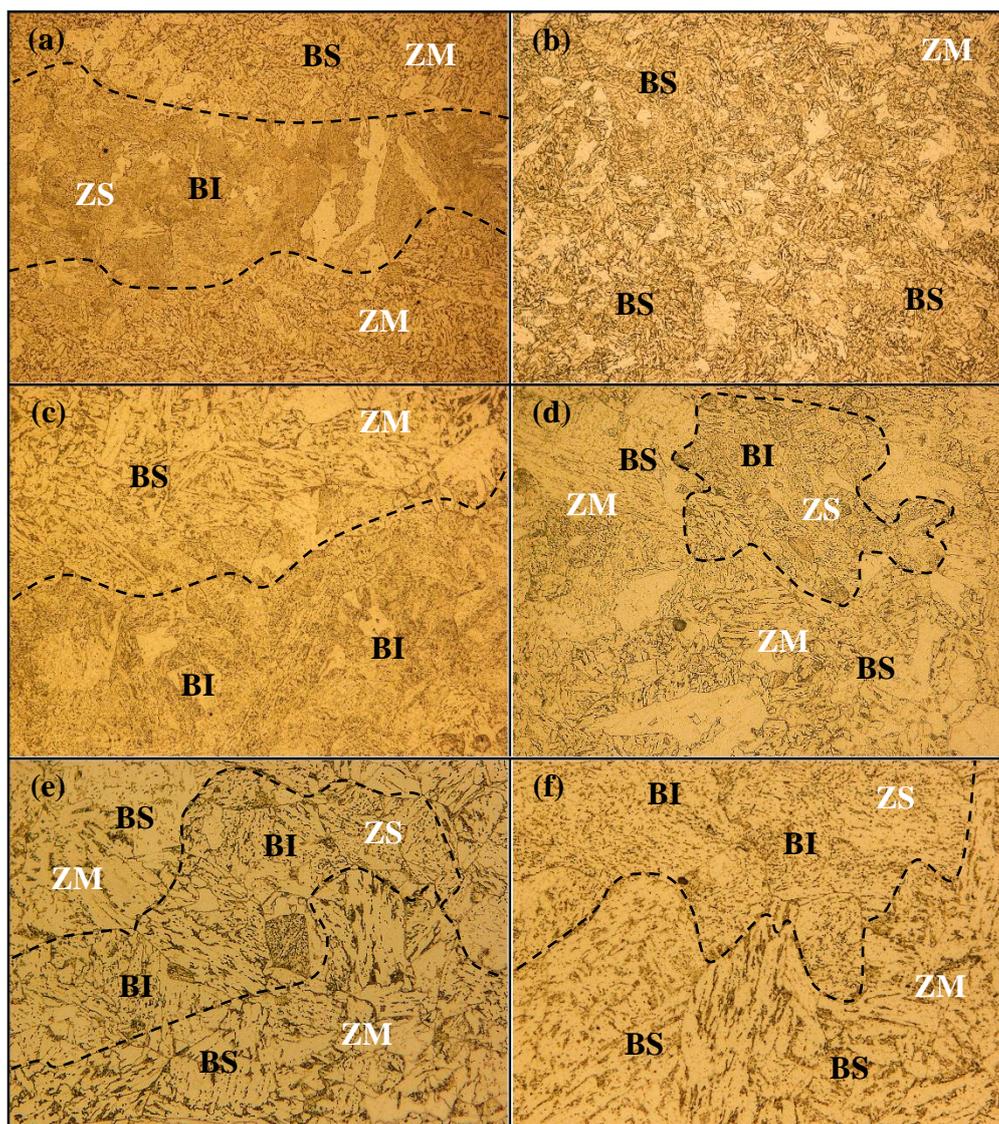


Figura 2: Micrografías ópticas del acero SA 508 a distintos aumentos: (a) y (b) X 20, (c) y (d) X 50, (e) y (f) X 100. Las líneas punteadas indican la separación entre la ZM y la ZS.

En la Figura 3 se distinguen las morfologías de la ZM y de la ZS mediante SEM con electrones secundarios. En la ZM se pueden identificar diversas regiones aisladas con una densidad más elevada de precipitados, tanto dentro como en los bordes de los granos ferríticos (Fig. 3(a)). Por otro lado, en la ZS (Fig. 3(b)), se aprecia un aumento en la densidad de carburos, que además están distribuidos de manera más homogénea en comparación con aquellos de la ZM (Fig. 3(a)).

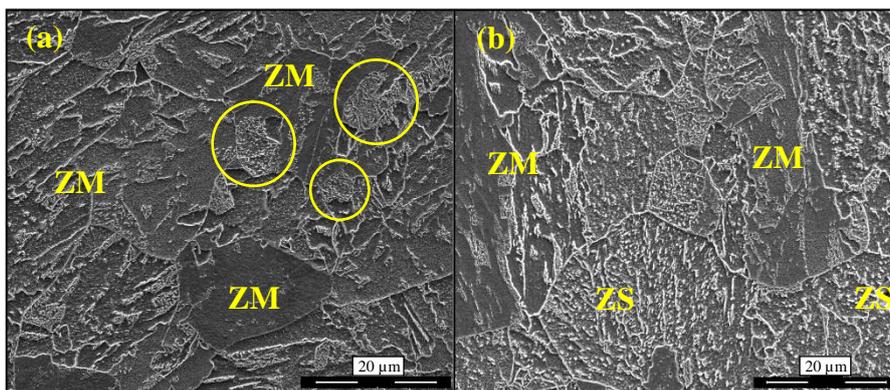


Figura 3: Micrografías SEM: (a) conglomerados de carburos en ZM señalados en amarillo y (b) carburos en ZS.

La Figura 4 muestra una serie de micrografías con diferentes niveles de aumento. En la Fig. 4(a) se muestran en detalle las áreas que exhiben una distribución más y menos uniforme de carburos dentro de los granos ferríticos en la ZM. En la Fig. 4(b), se observa una disposición de carburos que sugiere una posible orientación preferencial con respecto a las placas bainíticas. Estas observaciones coinciden con resultados reportados previamente por otros autores [11]. También se observan regiones en la ZM donde los carburos adoptan una forma alargada. Las Figs. 4(c) y 4(d) muestran diferentes aumentos de la ZS, donde también se observan diversas morfologías y tamaños de los carburos.

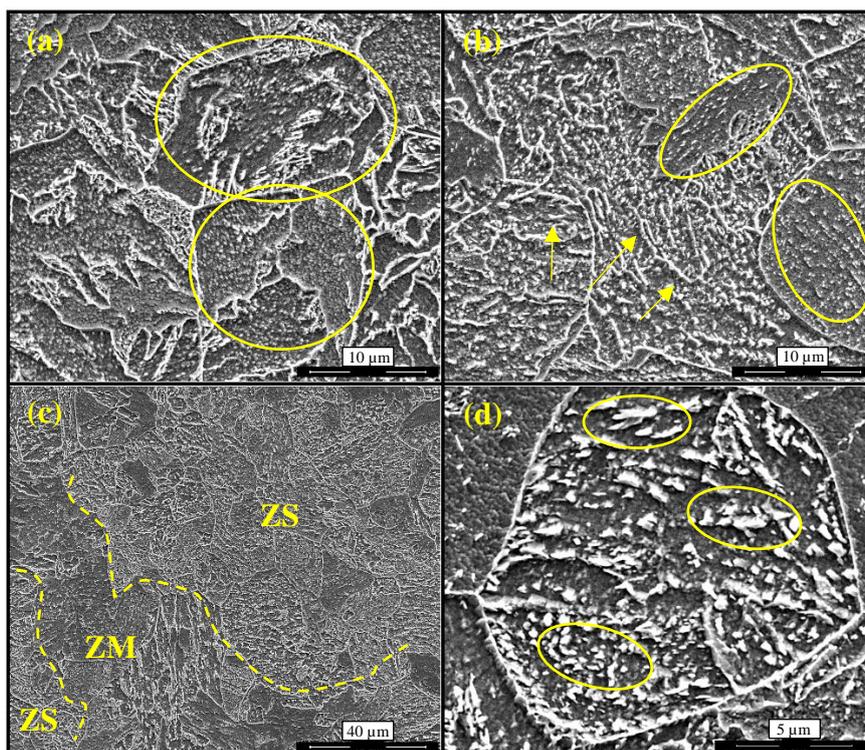


Figura 4: Micrografías SEM: (a) Variaciones en la distribución de carburos dentro de la ZM y (b) configuración de carburos que sugiere una orientación preferencial y presencia de carburos alargados, c) vista general de la ZM y ZS y d) diferentes morfologías de precipitados dentro de la ZS.

Por último, en la Figura 5 se muestran las imágenes obtenidas mediante BSE. Los distintos tonos de grises presentes en la imagen denotan el contraste debido a la orientación cristalina de la red. Las zonas claras se atribuyen a áreas donde los cristales están orientados de manera que su red cristalina dispersa más electrones hacia el detector. Esto puede ocurrir cuando los planos de la red están alineados de manera que maximizan la dispersión de electrones. En las zonas más oscuras, en cambio, sucede lo contrario; es decir, corresponden a áreas en las cuales la orientación de los cristales es tal que dispersan menos electrones hacia el detector. Las

diferencias de contraste en la imagen BSE indican la presencia de una subestructura con un nivel de detalle mayor que el que denotan las imágenes de SE. Dentro de un ex-grano austenítico se observan variaciones de tonos de grises atribuidas a las diferentes orientaciones cristalinicas de la estructura acicular de la bainita revenida, zonas marcadas en blanco en la Fig. 5(b). Como se observa en la Fig. 5(c), los carburos aparecen como partículas oscuras dispersas en la matriz, demarcando en ciertos casos los viejos bordes de grano austenítico y sugiriendo, en algunas zonas, una posible orientación preferencial.

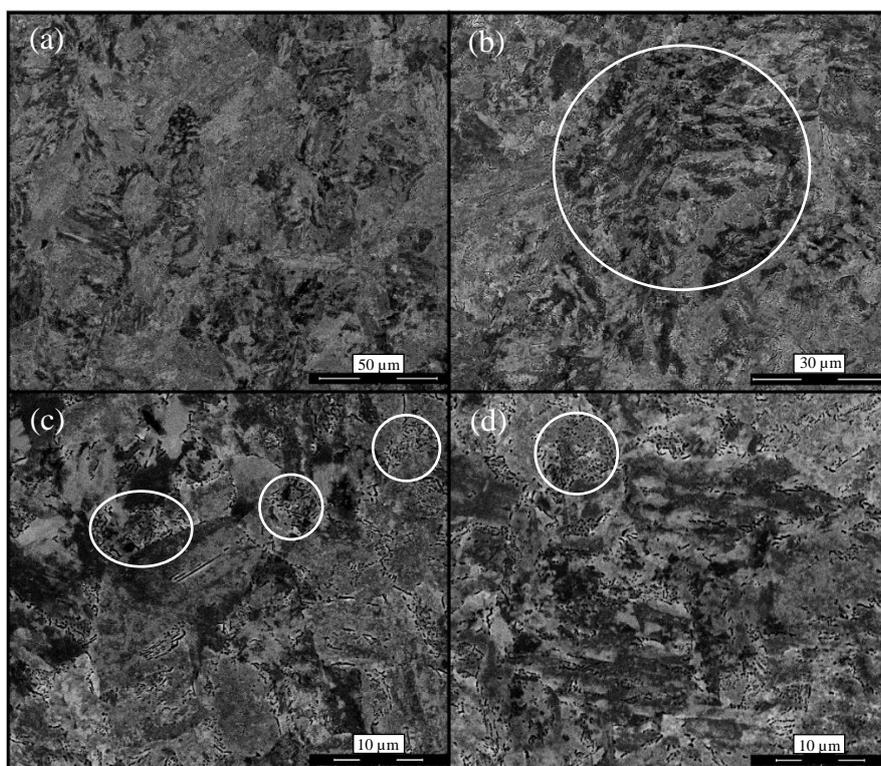


Figura 5: Micrografías utilizando BSE: (a) contraste por orientación cristalinica, (b) contraste de grises debido a las diferentes orientaciones cristalinicas de la estructura acicular de la bainita revenida, (c) conglomerados de carburos cerca de los bordes de grano austenítico y (d) mayor magnificación de la zona con alto contraste por orientación cristalinica.

#### Difracción de rayos X

Se identificó la fase mayoritaria  $\alpha\text{Fe}$ , tal como se puede observar en la Figura 6.

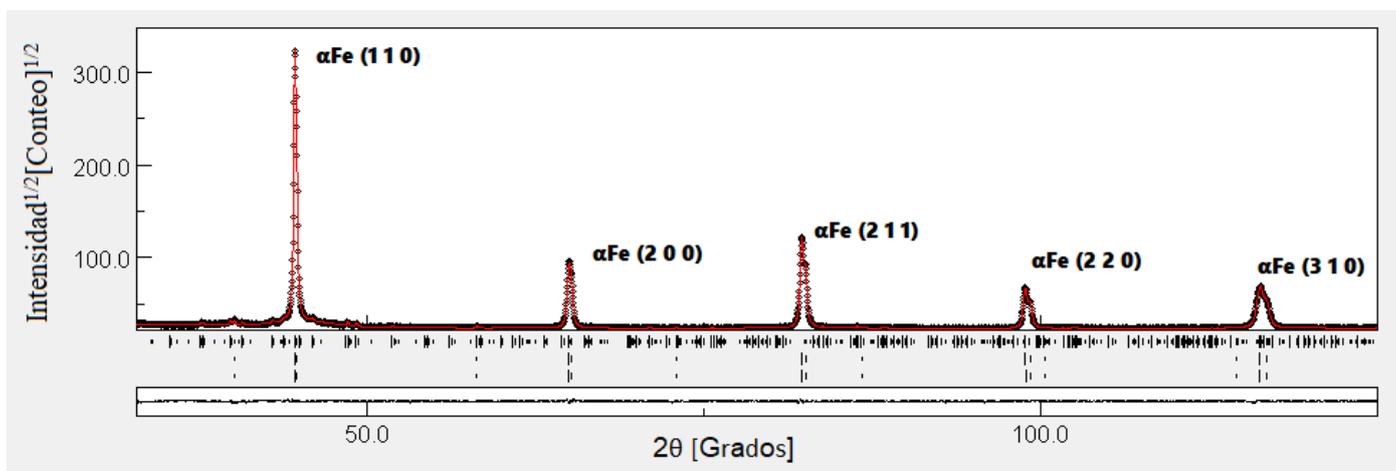


Figura 6: Difractograma con los picos característicos de la fase alfa del hierro ( $\alpha\text{Fe}$ ).

Se advierte además la presencia de una fase minoritaria; por lo tanto, se decidió estudiar el intervalo en  $2\theta$  entre  $36^\circ$  y  $52^\circ$  para observar en detalle los picos de menor intensidad. De este modo se pudo identificar la fase segregada,  $\text{Fe}_3\text{C}$ , como se observa en la Figura 7.

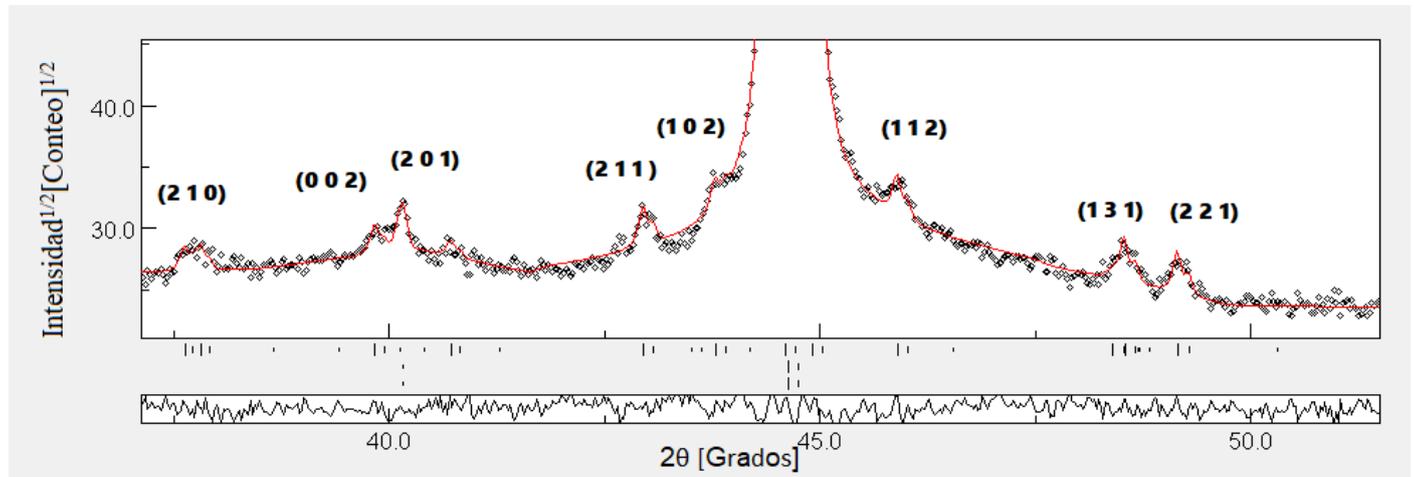


Figura 7: Difractograma con los picos característicos de la fase segregada cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) en la región en  $2\theta$  entre  $36^\circ$  y  $52^\circ$ .

El análisis de los resultados indica que la fracción volumétrica aproximada para la fase matriz  $\alpha\text{Fe}$  ronda el 97%, mientras que el 3% restante corresponde a la fase segregada  $\text{Fe}_3\text{C}$ .

## Conclusiones

Se observaron regiones segregadas con una distribución homogénea de precipitados, lo que sugiere una posible macrosegregación durante la solidificación del acero. Además, se identificaron áreas con una menor densidad de carburos, de morfología alargada y con una orientación preferencial, que se atribuyen a la matriz. Por otro lado, la técnica de contraste utilizando la señal BSE proporcionó información cualitativa preliminar sobre la existencia de estructuras con diferentes orientaciones dentro de un mismo ex-grano austenítico.

De las observaciones realizadas mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, las microestructuras en la zona matriz sugirieron la presencia de una mezcla no uniforme de ferrita y carburos, lo cual coincide con el tipo de microestructura reportada en la literatura, es decir, bainita superior revenida. Por otro lado, las zonas segregadas, que presentaron una estructura más fina y una mayor densidad de precipitados uniformemente distribuidos en comparación con la zona matriz, resultaron similares a las informadas por investigaciones previas sobre bainita inferior revenida. El aumento en la densidad de precipitados en la ZS podría estar relacionado con un mayor contenido de carbono (C), lo que podría resultar en una mayor dureza con una menor tenacidad en estas zonas del material. Esto podría dar como resultado una inhomogeneidad en las propiedades mecánicas deseadas en comparación con un material sin macrosegregación.

Por último, el refinamiento a través del método de Rietveld proporcionó información sobre los parámetros estructurales y las fases presentes en el material. Sin embargo, es importante destacar que estos resultados son preliminares y deben complementarse con otras técnicas de caracterización, ya que podrían existir fases segregadas en escasa cantidad que la difracción de rayos X no puede revelar.

## Referencias

- [1] Zinkle, S.J. y Was, G.S. (2013). Materials challenges in nuclear energy. *Acta Materialia*. 61:735-758, 2013.

- [2] Goldberg, S. M. y Rosner, R. (2011). Nuclear reactors: Generation to generation, American Academy of Arts & Sciences.
- [3] Maidorn, C. y Blind, B. (1985). Solidification and Segregation in Heavy Forging Ingots. Nuclear Engineering and Design, 84, pp. 285-296.
- [4] H. Pous-Romero. (2014). Quantitative basis for the structure and properties of a critically-important pressure vessel steel, PhD. Thesis, University of Cambridge, UK.
- [5] Lee, B.S. Kim, Yoon, M. C. y Hong, J. H. (2010). Characterization of high strength and high toughness Ni-Mo-Cr low alloy steels for nuclear application, Int. J. Press. Vessel Pip., vol. 87, pp. 74–80.
- [6] Pous-Romero, H. y Bhadeshia, H. K. D. H. (2014). Continuous cooling transformations in nuclear pressure vessel steels, Metall. Mater. Trans. A, vol. 45, pp. 4897–4906.
- [7] Hong, S. Song, J. Kim, M. C y Lee, B. S. (2016). Effects of microstructural variation on Charpy impact properties in heavy-section Mn-Mo-Ni low alloy steel for reactor pressure vessel, Met. Mater. Int., vol. 22, pp. 196–203.
- [8] Lutterotti, L. (2000). Maud: A Rietveld Analysis Program Designed for the Internet and Experiment Integration. Acta Crystallographica Section A - ACTA CRYSTALLOGR A. 56. 10.1107/S0108767300021954.
- [9] Im, Y. R. Lee, B. J. Oh, Y. J. Hong, J. H y Lee, H. C. (2004). Effect of microstructure on the cleavage fracture strength of low carbon Mn-Ni-Mo bainitic steels, J. Nucl. Mater., vol. 324, pp. 33–40.
- [10] Lee, S. Kim, S. Hwang, B. Lee, B. S y Lee, C. G. (2022). Effect of carbide distribution on the fracture toughness in the transition temperature region of an SA 508 steel, Acta Mater., vol. 50, pp. 4755–4762.
- [11] Kim, S. Lee, S. Im, Y. R. Lee, H. C. Kim, S. J y Hong, J. H. (2004). Effects of alloying elements on fracture toughness in the transition temperature region of base metals and simulated heat-affected zones of Mn-Mo-Ni low-alloy steels, Metall. Mater. Trans. A, vol. 35A, pp. 2027–2037.
- [12] Pickering, E. J y Bhadeshia, H. K. D. H. (2014). Macrosegregation and microstructural evolution in a pressure vessel steel, Metall. Mater. Trans. A, vol. 45, pp. 2983–2997.