

**CARACTERIZACIÓN MECÁNICO-METALÚRGICA
DE LA CONFORMACIÓN EN CALIENTE DEL
ACERO MICROALEADO DE MEDIO CARBONO
38MnSiVS5.**

José María Cabrera Marrero

Memoria de tesis presentada para optar al grado de Doctor Ingeniero Industrial
por la Universitat Politècnica de Catalunya.

Dirigida por el Dr. José Manuel Prado Pozuelo
Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica.
E.T.S. d'Enginyeria Industrial de Barcelona
Universitat Politècnica de Catalunya

Agosto 1995



E.T.S.E.I.B.



IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

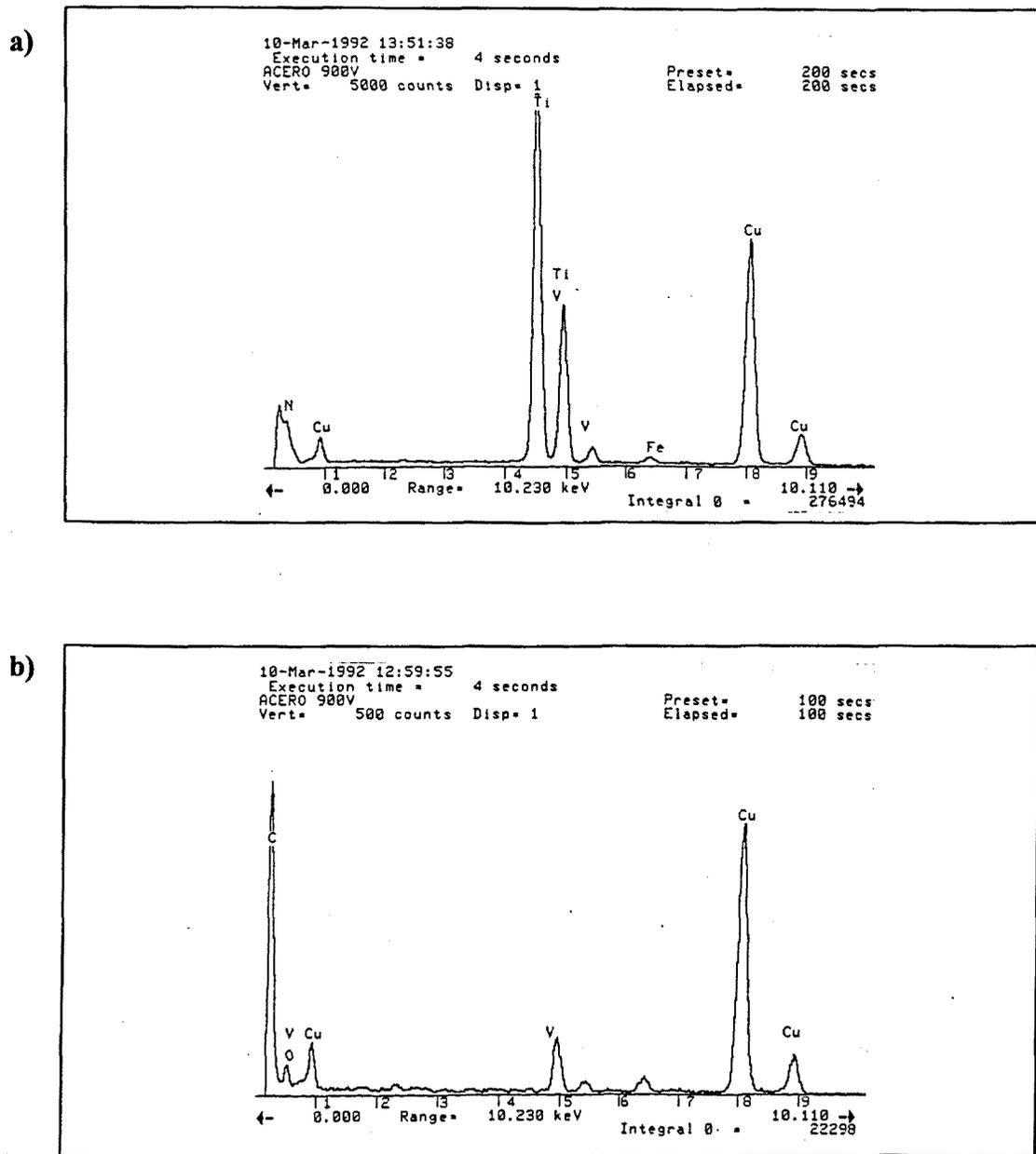


Figura 4.6. Análisis por energía dispersiva de rayos-X de la composición química de a) un precipitado cuboide y de b) precipitados redondeados en una muestra del acero A austenizada a 900°C durante 30 minutos.

4.3.1.2.- ANALISIS CRISTALOGRAFICO.

Con idea de clarificar si se estaba observando TiN en los precipitados cuboides y con objeto de intentar alternativamente la determinación de nitruros de aluminio (de estructura cristalina hexagonal compacta, HCP), y de carburos o nitruros de vanadio (de

estructura cúbica centrada en las caras, FCC) se procedió a estudiar de forma selectiva la cristalografía de los mismos, mediante difracción de electrones, en una muestra del acero A austenizada a 1050°C durante 10 minutos.

De nuevo se tropezó con la dificultad del tamaño del precipitado, y aunque si era posible demostrar que eran cristalinos pues producían difracción de electrones, en general, salvo en los precipitados cuboides (los más grandes, recuérdese) los puntos de difracción obtenidos eran muy escasos como para facilitar su indexado. En el caso de precipitados cuboides tal indexación fue relativamente fácil (véase Fig. 4.7) y pudo determinarse que su estructura cristalina era FCC y el parámetro de red 4.24 Å, prácticamente idéntico al reportado para el TiN puro^(39,40), que es de 4.23 Å.

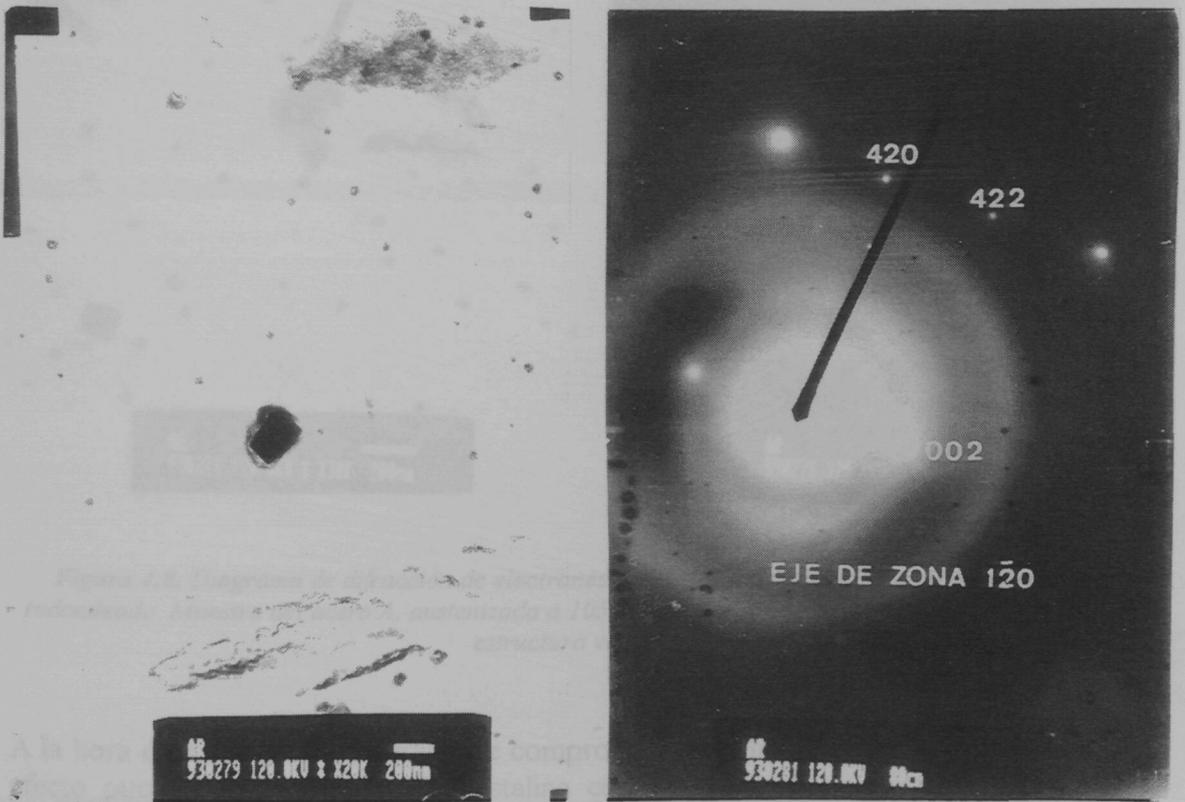


Figura 4.7. Diagrama de difracción de electrones y fotografía correspondiente a un precipitado cuboide. Muestra del acero A, austenizada a 1050°C durante 10 minutos. Estructura determinada FCC con parámetro de red 4.24Å

El siguiente paso que se intentó dar fue la identificación de los precipitados con presencia de aluminio o de vanadio. Por eliminación, estos precipitados son los que tienen morfologías redondeadas, pero con el inconveniente ya apuntado de sus reducidas dimensiones.

La obtención de diagramas de difracción con precipitados tan pequeños es extraordinariamente compleja y requiere trabajar prácticamente "a ciegas".

En la Fig 4.8 se muestra los diagramas de difracción obtenidos, para la misma muestra de la Fig. 4.7 y para lo que aparentaba ser un precipitado redondeado.

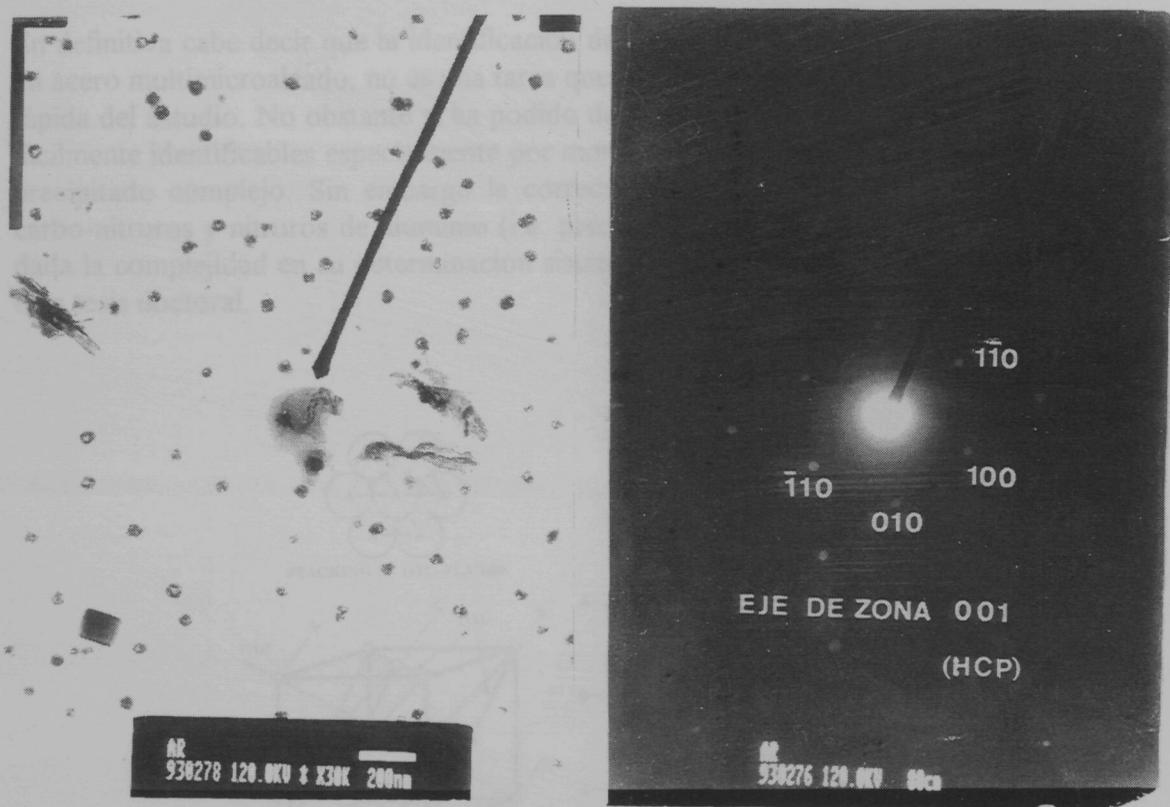


Figura 4.8. Diagrama de difracción de electrones y fotografía correspondiente a un precipitado redondeado. Muestra del acero A, austenizada a 1050°C durante 10 minutos. (Para la discusión de la estructura ver texto)

A la hora de indexar este diagrama se comprobó que había un grado de indefinición. En efecto puede ser una estructura cristalina cúbica con eje de zona [111] o bien una hexagonal con eje de zona [001]. En la Fig. 4.9 puede verificarse como en estos ejes de zona la ordenación cristalina es la misma para ambas estructuras.

En caso de ser FCC se obtendría un parámetro de red de 7.73 Å que en literatura no ha podido determinarse a que corresponde. Caso de ser BCC el parámetro de red sería 3.81 Å que se corresponde con un nitrato de cobre. Finalmente, caso de ser hexagonal sólo puede determinarse el parámetro a con un valor de 3.16 Å. En bibliografía^(39,40) se da un valor de $a=3.114$ Å y $c=4.968$ Å para el nitrato de aluminio. Dado que no es de esperar la aparición de nitrato de cobre, cabe pensar que el precipitado podría identificarse como un nitrato de aluminio (es cierto que la rejilla de cobre se sumergía en ácido nítrico, pero esto daría lugar en todo caso a un nitrato, no a un nitrato).

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

Una correcta determinación hubiese requerido cambiar el ángulo de la muestra respecto al haz de electrones incidentes, para obtener otra familia de planos que no fuese tan ambigua como la aquí obtenida.

En definitiva cabe decir que la identificación de los precipitados presentes, en el caso de un acero multimicroaleado, no es una tarea que permita una sistematización más o menos rápida del estudio. No obstante si ha podido determinarse que los nitruros de titanio son fácilmente identificables especialmente por morfología, y que tienen un cierto carácter de precipitado complejo. Sin embargo la correcta y completa identificación del resto de carbo-nitruros y nitruros de aluminio (i.e. precipitados redondeados) es una tarea difícil dada la complejidad en su determinación sistemática. Este tema por sí sólo daría lugar a otra tesis doctoral.

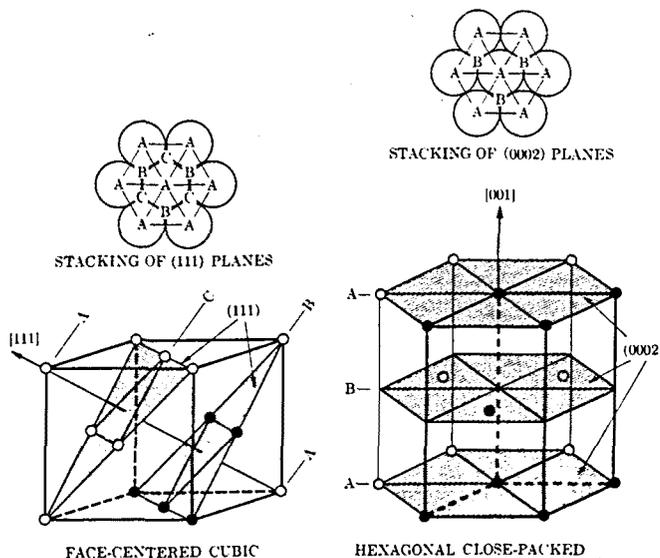


Figura 4.9. Igualdad de ordenamiento cristalino en estructuras cúbicas con eje de zona $[111]$ y estructuras hexagonales con eje de zona $[001]$.

4.3.1.3.- EVOLUCION EXPERIMENTAL DEL TAMAÑO DE LOS PRECIPITADOS

El último punto de estudio, y dónde éste fue más profundo, fue la caracterización del tamaño de los precipitados. Tal determinación no resultó sencilla puesto que la técnica experimental no permite una completa garantía de saber si se están extrayendo todos los precipitados. Por norma general cuando la extracción aparentaba ser escasa, o era infructuosa, se procedía a repetir el proceso experimental. Aún así en algunas situaciones fue imposible obtener respuesta positiva.

El análisis de los resultados obtenidos exige también un alto grado de atención. En efecto, las distribuciones de los precipitados analizados engloba a los precipitados de morfología redondeada (los más pequeños) con los cuboides (i.e. los más grandes y más escasos). Se procedió en un primer análisis a la separación de ambas familias, a la vista de las fotografías y de las distribuciones de tamaño de precipitados. Las tablas 4.1 y 4.2 muestran los resultados obtenidos. Puede apreciarse que en general los precipitados considerados como "grandes" suelen ser poco frecuentes. En algunas situaciones ni tan

siquiera fueron detectados. Por otra parte también ocurrió lo contrario, es decir, a veces cuando sí se detectaron precipitados grandes, los pequeños no consiguieron ser evidenciados. Cabe indicar, como muestra la Fig. 4.10, que cuando el número de precipitados era apreciable la distribución de precipitados seguía una ley log-normal.

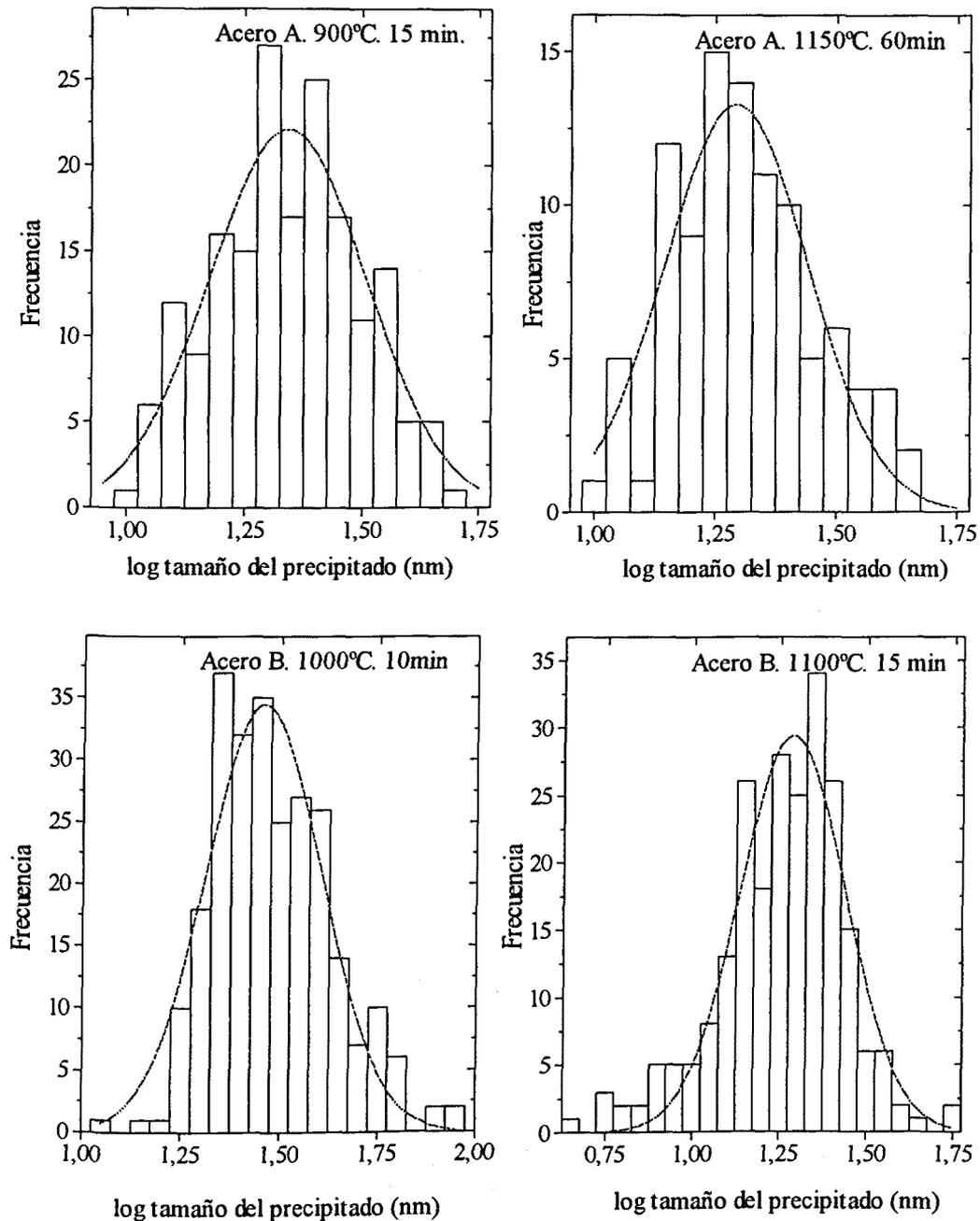


Figura 4.10. Distribuciones del logaritmo del diámetro medio equivalente de los precipitados para algunas de las muestras estudiadas.

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

Temp (°C)	tiempo (min)	Familia pequeña D _{medio} (Å)	Frecuencia	Familia grande D _{medio} (Å)	Frecuencia
900	10	154.0	215	-	-
900	15	233.0	181	-	-
900	30	206.9	343	-	-
900	60	277.5	119	787.7	1
950	10	516.3	623	1904.8	4
950	15	293.1	84	-	-
950	30	436.1	26	1446.0	28
950	60	342.6	77	1010.5	1
1000	10	292.5	139	881.7	3
1000	15	223.5	108	-	-
1000	30	-	-	1005.5	29
1000	60	291.0	154	-	-
1050	10	360.1	1147	1478.0	3
1050 (*)	15	1201.5	13	2461.6	7
1050	30	471.4	71	1187.9	7
1050	60	-	-	1245.6	4
1100	10	466.5	116	1418.8	4
1100	15	-	-	-	-
1100	30	202.6	286	818.1	5
1100	60	-	-	1300.0	25
1150	10	254.4	94	915.4	4
1150	15	306.7	84	944.2	2
1150	30	-	-	1473.8	42
1150	60	217.7	99	-	-
1250	10	368.1	67	1705.0	7
1250	15	240.1	210	-	-
1250	30	332.9	107	1389.0	7
1250	60	321.8	87	2157.6	1

Tabla 4.1. Diámetro equivalente medio de los precipitados observados en el acero A, divididos por familias morfológicas

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

Temp (°C)	tiempo (min)	Familia pequeña D_{medio} (Å)	Frecuencia	Familia grande D_{medio} (Å)	Frecuencia
950	10	240.7	63	-	-
950	15	-	-	-	-
950	30	410.1	168	-	-
950	60	-	-	-	-
1000	10	323.7	254	-	-
1000	15	-	-	-	-
1000	30	283.2	61	804.3	1
1000	60	204.0	304	1811.4	3
1050	10	448.6	16	1904.7	3
1050	15	-	-	-	-
1050	30	-	-	1035.2	35
1050	60	-	-	-	-
1100 (*)	10	698.2	59	1475.3	8
1100	15	196.6	233	-	-
1100	30	232.7	226	2816.8	14
1100 (*)	60	749.2	54	2339.0	2
1150	10	391.7	66	1920.0	3
1150	15	301.3	74	2070.1	4
1150	30	248.4	88	1555.0	28
1150	60	-	-	-	-
1250	10	270.7	99	-	-
1250	15	-	-	1187.7	21
1250	30	256.4	69	1692.0	2
1250	60	334.5	54	1714.7	4

Tabla 4.2. Diámetro equivalente medio de los precipitados observados en el acero B, divididos por familias morfológicas

Puede apreciarse que la frecuencia de precipitados grandes no es muy elevada, por lo que su caracterización queda en cierto modo diluida. Pero debe tenerse en cuenta que estos precipitados pueden perfectamente venir heredados desde la propia etapa de solidificación^(15,35,43,45) del acero, y es claro que dado su gran tamaño no juegan un papel significativo en el control del tamaño de grano. Deben ser los precipitados “pequeños” los que efectúen tal control, y es en ellos dónde se centrará el análisis y descripción de los resultados.

La Fig. 4.11 muestra la evolución del diámetro equivalente medio de los precipitados redondeados, en función del tiempo, para cada temperatura y acero considerado.

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

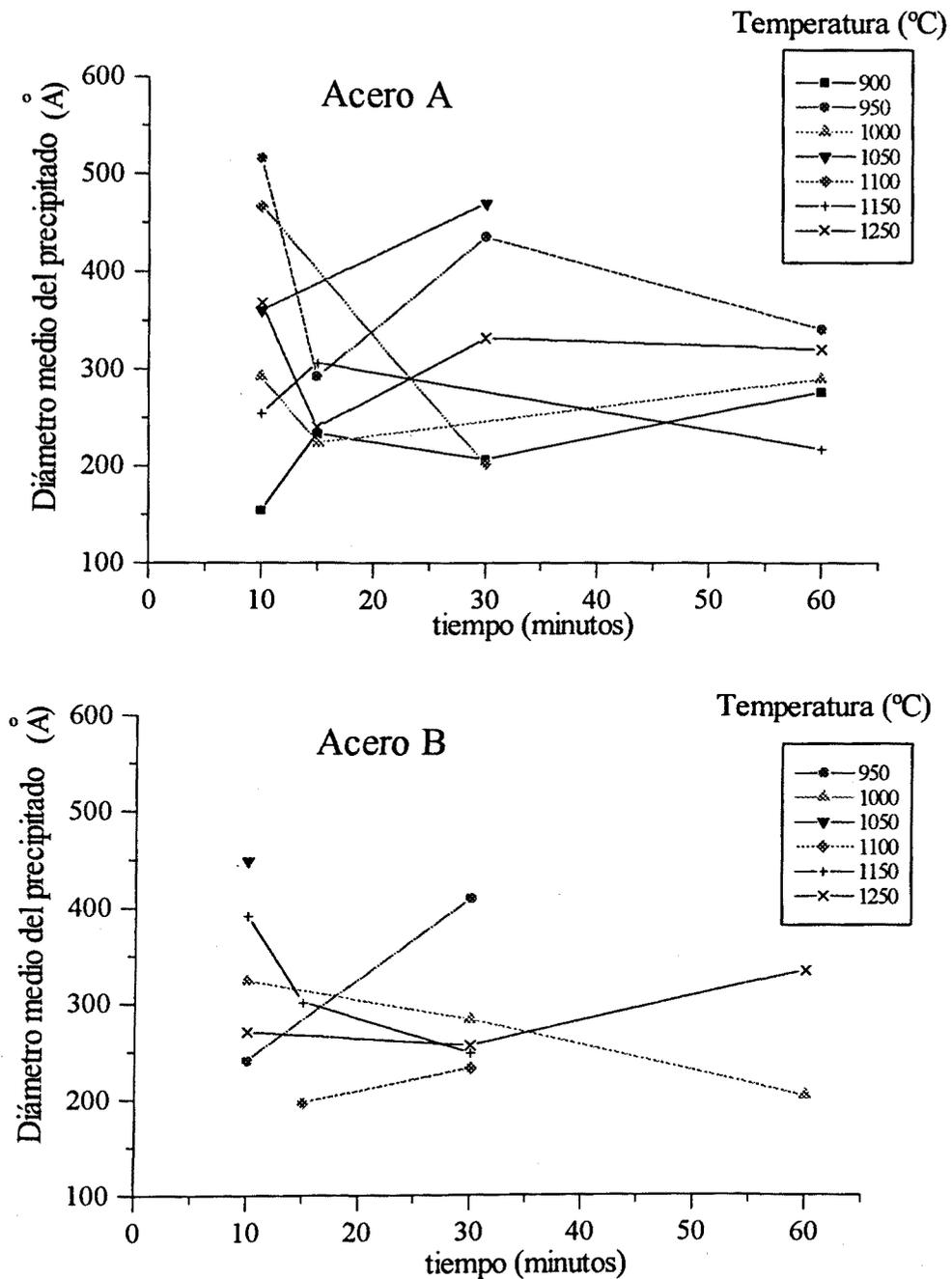


Figura 4.11. Diámetro equivalente medio de los precipitados en función del tiempo, a cada temperatura de ensayo y para cada acero.

Una primera observación de los resultados, de los que se ha eliminado algún punto experimental por ser claramente discrepante (los indicados con asterisco en las tablas 4.1 y 4.2) parece querer indicar que los precipitados paradójicamente decrecen en los primeros estadios (entre 10 y 15 minutos), y a continuación tienden a crecer y estabilizarse. El inicial decrecimiento puede deberse, aunque se discutirá más adelante, a una sobresaturación transitoria de precipitados debida a la alta velocidad de calentamiento impuesta. También parece notarse que en general los precipitados quedan

centrados en una franja de 200 a 400 Å, no pudiendo apreciarse una relación directa con la temperatura. Finalmente no debe olvidarse que los precipitados extraídos corresponden a diferentes familias de precipitados (i.e. de carbonitruros de vanadio-titanio y nitruros de aluminio) que siguen cinéticas de crecimiento y disolución diferentes.

4.4. - DETERMINACION TEORICA DE LA FRACCION EN VOLUMEN.

Como ya se ha comentado la determinación de la fracción de volumen de los precipitados presentes es de una dificultad experimental notable, exigiendo efectuar una serie de hipótesis no siempre asumibles. Es por ello que resulta más fácil efectuar una aproximación teórica como la expuesta en el capítulo III, máxime cuando los resultados experimentales ya expuestos confirman la presencia de mutua solubilidad de los precipitados, i.e. carbonitruros complejos.

En este apartado se muestran los resultados de aplicar el modelo de Hillert y Staffansson⁽⁴⁷⁾, usando la aproximación de Rios⁽⁴⁴⁾, a la determinación en equilibrio de la fracción de volumen de precipitados presentes. Para ello basta aplicar las ecs. (3.17) a (3.27) para el acero escogido.

El único punto que puede quedar sujeto a discusión es el uso de las constantes de solubilidad de los precipitados individuales. Los valores de K_{VC} , K_{VN} , K_{TiC} , K_{TiN} y K_{AlN} en función de la temperatura se encuentran en literatura, aunque existe un apreciable grado de incertidumbre en los mismos en función del sistema seguido en su determinación. Para este trabajo se asumirán los valores más habituales en bibliografía^(21,42,75), y que se han aplicado a aceros similares a los aquí estudiados. Los citados valores son:

$$\log K_{VC} = 6.72 - \frac{9500}{T} \quad (4.1)$$

$$\log K_{VN} = 3.02 - \frac{7800}{T} \quad (4.2)$$

$$\log K_{TiN} = 5.19 - \frac{15490}{T} \quad (4.3)$$

$$\log K_{TiC} = 4.59 - \frac{10475}{T} \quad (4.4)$$

$$\log K_{AlN} = 1.03 - \frac{6770}{T} \quad (4.5)$$

donde T es la temperatura en Kelvin.

La resolución de este sistema de ecuaciones de una manera explícita es compleja, por lo que se efectuó una resolución numérica, utilizando el adecuado software (MATHCAD). En las figuras siguientes se muestra gráficamente la resolución de las ecuaciones anteriores, en un rango de temperaturas entre 750 y 1400°C, aunque lógicamente las extrapolaciones a altas y bajas temperaturas son erróneas pues no tienen en cuenta el cambio de fase (a ferrita a bajas temperaturas, o a estado líquido a altas).

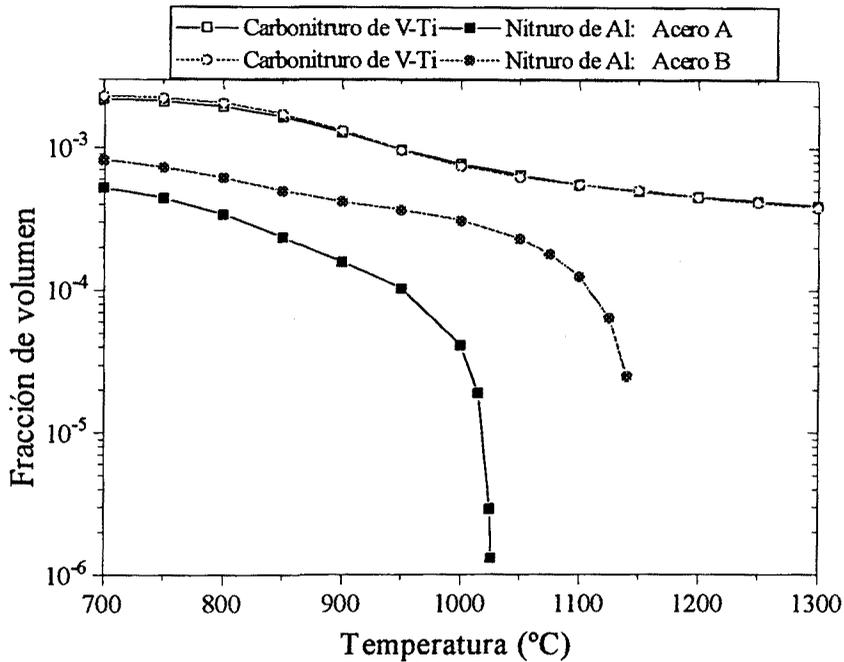


Figura 4.12. Fracción de volumen teórica de precipitados presentes. Se indican separadamente los carbonitruros complejos de vanadio-titanio y los nitruros de aluminio

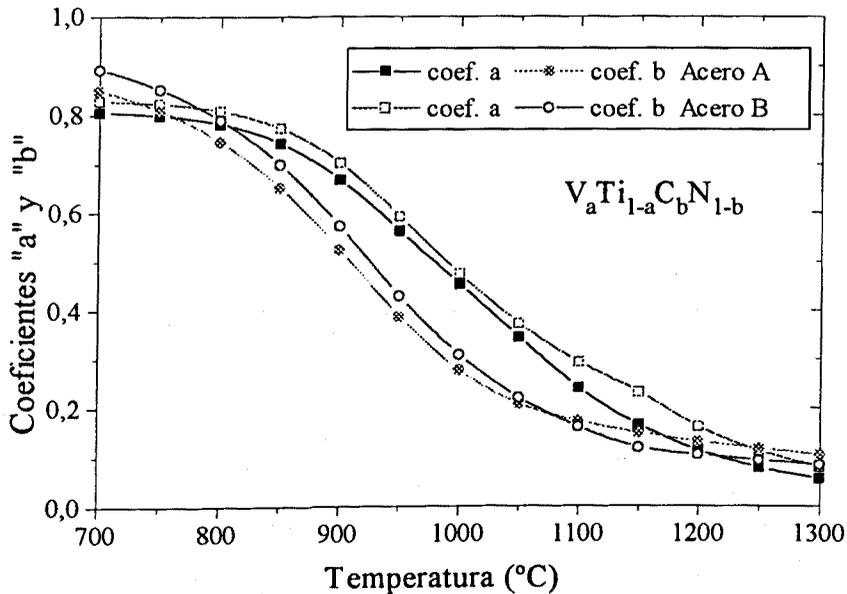


Figura 4.13. Evolución con la temperatura de los coeficientes de composición del carbonitruro complejo

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

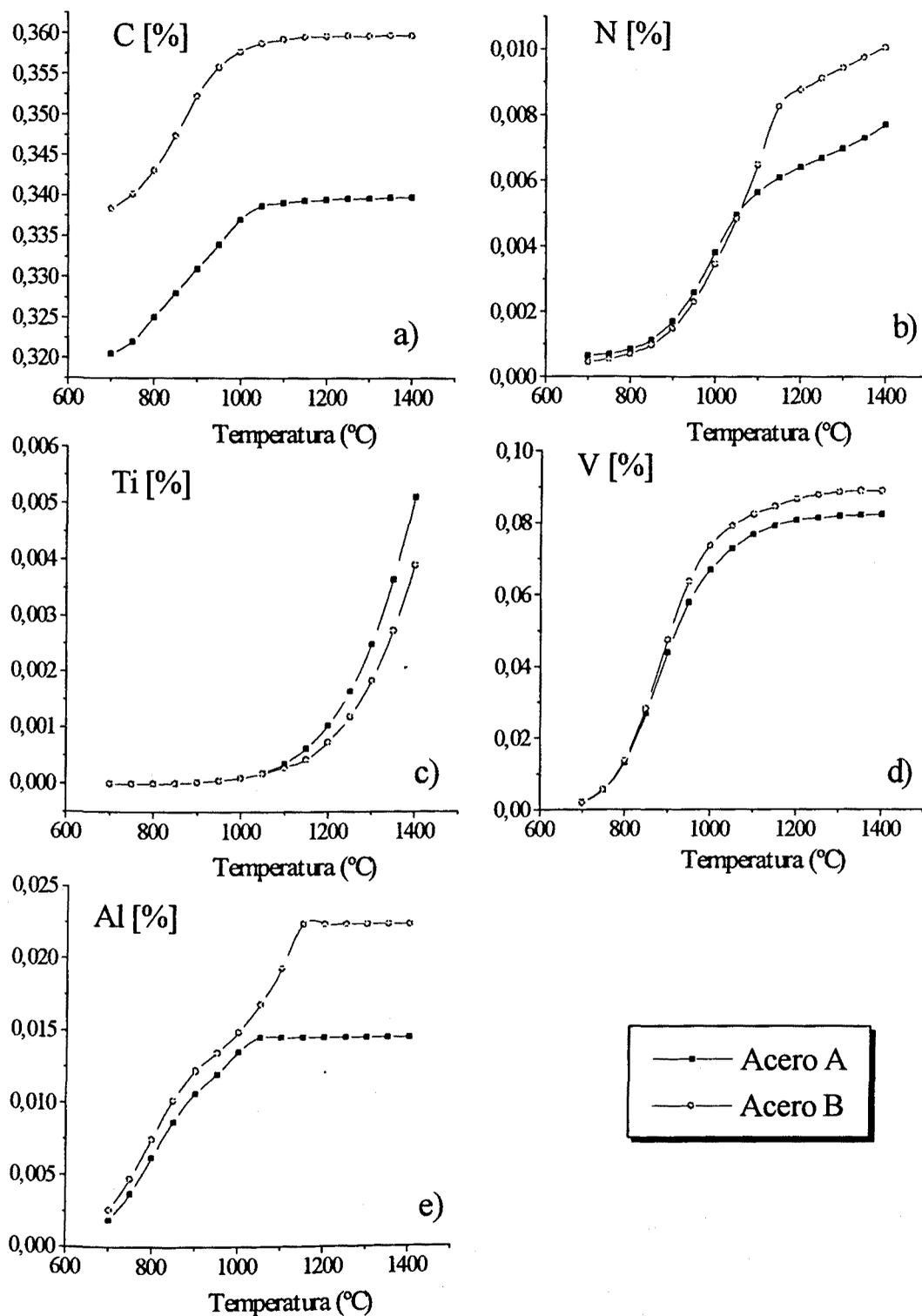


Figura 4.14. Evolución con la temperatura del porcentaje de cada elemento químico disuelto en la austenita para los aceros estudiados. a) carbono, b) nitrógeno, c) titanio, d) vanadio, e) aluminio.

Diversas apreciaciones deben efectuarse a la vista de las figuras anteriores, y en especial de las Figs. 4.12 y 4.13. En primer lugar debe notarse como los carbonitruros complejos de vanadio-titanio son muy estables, sufriendo una ligera disolución en el rango de temperaturas analizado. Además, y como era de esperar pues ambos aceros presentan similares composiciones de vanadio y titanio, la fracción de volumen del carbonitruto complejo es similar en ambos aceros. Sin embargo el comportamiento del nitruro de aluminio es bien diferente. De entrada se disuelve de una manera prácticamente drástica, no de manera gradual, y en segundo lugar hay una notable diferencia en las temperaturas de disolución del citado precipitado entre ambos aceros. En el acero B, con mayor contenido de nitrógeno y de aluminio, el nitruro de aluminio resultante es unos 100°C más estable, además de ocupar una fracción en volumen mayor. Ello como luego más adelante se discutirá producirá notables diferencias en el comportamiento de crecimiento de grano observado.

En la Fig. 4.14 se observa que el titanio no llega a disolverse a las temperaturas máximas simuladas, y que relativamente poco vanadio está disponible para la etapa de precipitación en la ferrita, todo ello, siempre en condiciones de equilibrio.

Por otro lado, y respecto al carácter del carbonitruto complejo, es evidente que a bajas temperaturas tiene mayor comportamiento de carburo (coeficiente b en la ec. (3.15)) y a altas temperaturas es más un nitruro. Adicionalmente el vanadio se encuentra disuelto a altas temperaturas (coeficiente a en la ec. (3.15)) mientras que es el titanio el elemento estable a esas mismas temperaturas. En conclusión, debe esperarse carburos de vanadio estables a relativamente baja temperatura y nitruros de titanio a altas, y por lo tanto es en el rango intermedio de temperaturas donde debiera observarse más claramente un carbonitruto complejo. En la Fig. 4.15 se muestra, dividido por especies simples, la diferente fracción en volumen que cada uno de ellos ocuparía, corroborando de nuevo lo expuesto sobre la estabilidad del carburo de vanadio a bajas temperaturas y del nitruro de titanio a altas. La Fig. 4.16 muestra la misma evolución de la Fig. 4.15 pero ahora suponiendo un carburo de vanadio-titanio o un nitruro de vanadio-titanio. Los resultados de nuevo corroboran la mayor estabilidad de los nitruros a alta temperatura (a través de la estabilidad del nitruro de titanio) y la de los carburos a baja (a través del carburo de vanadio).

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

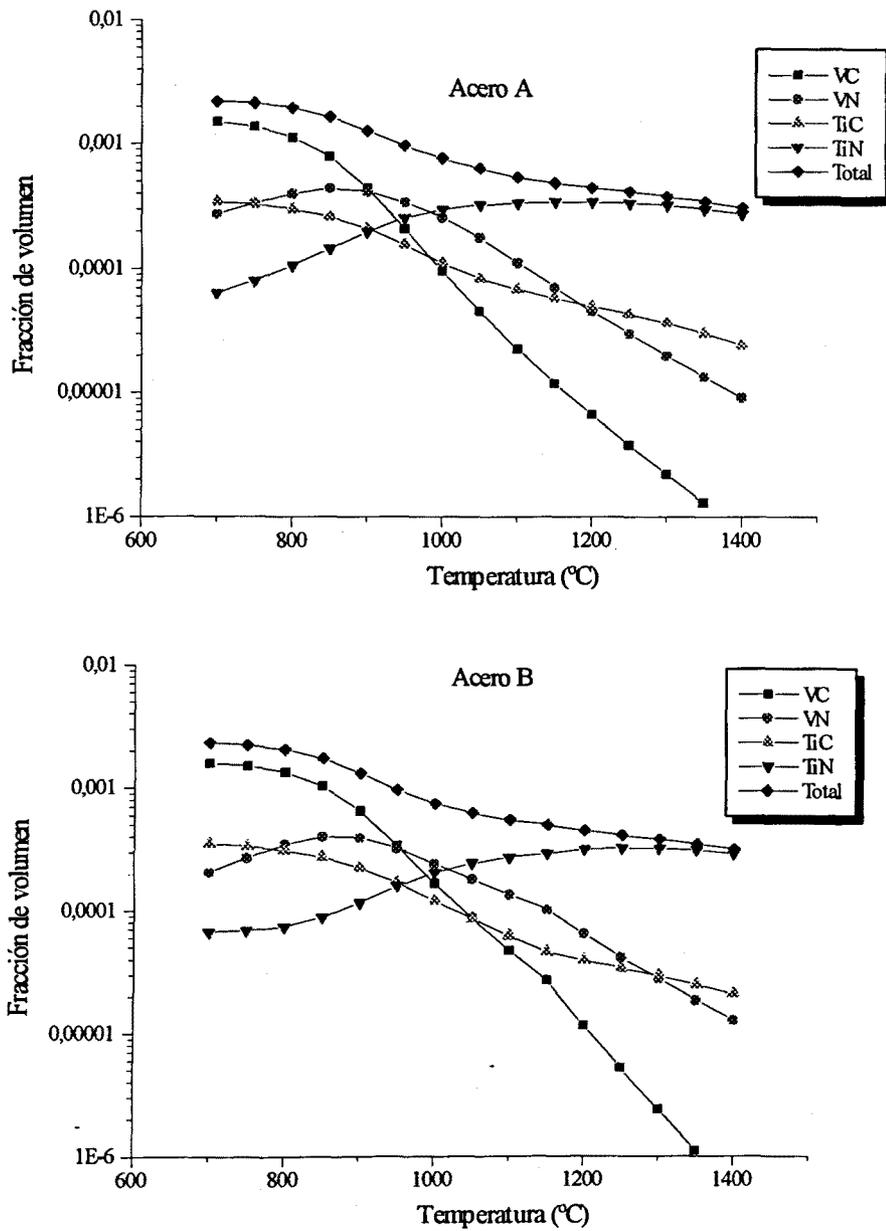


Figura 4.15. Fracción de volumen de las hipotéticas familias individuales que formarían el precipitado complejo en ambos aceros.

IV. Estudio experimental y resultados del comportamiento del tamaño grano...

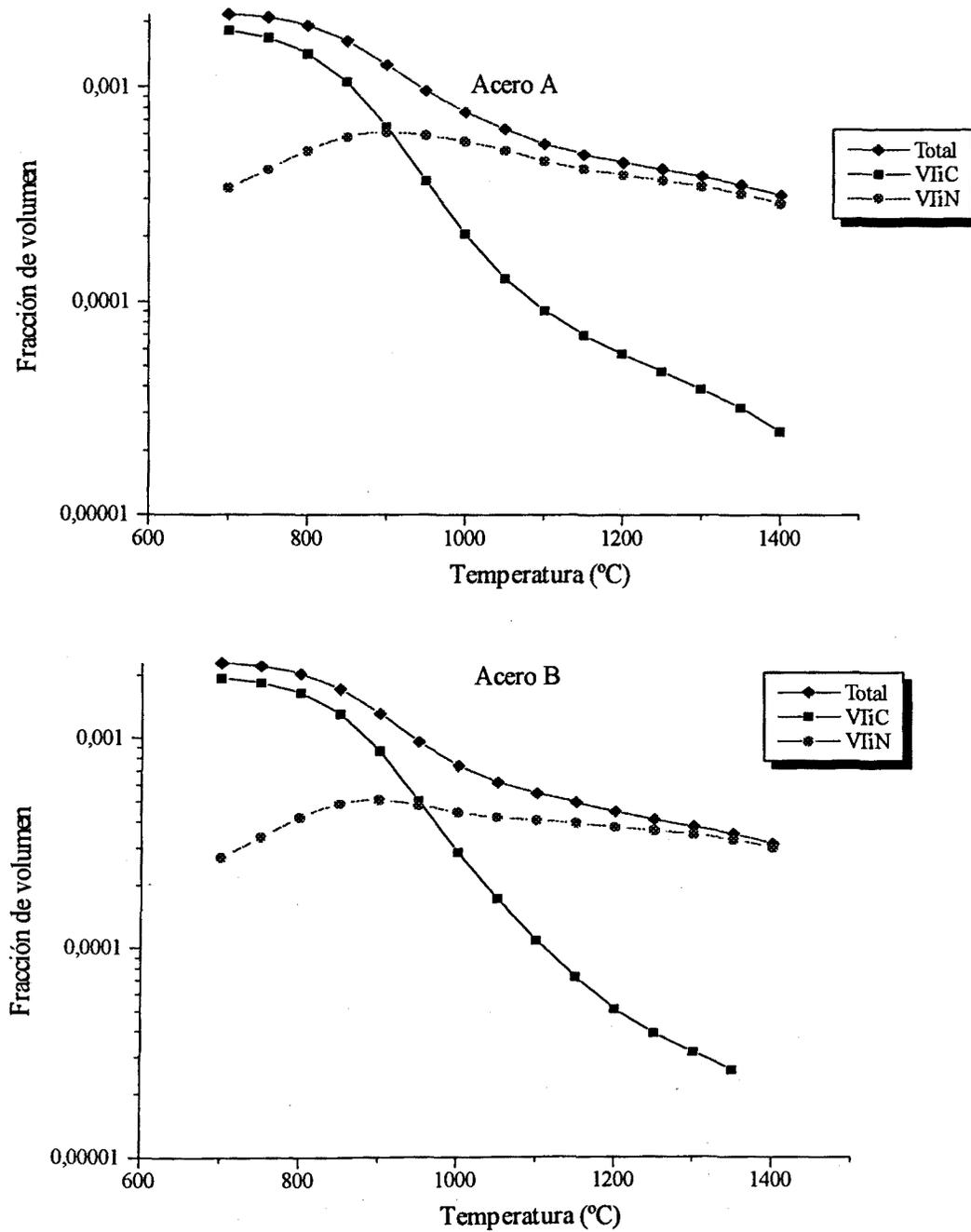


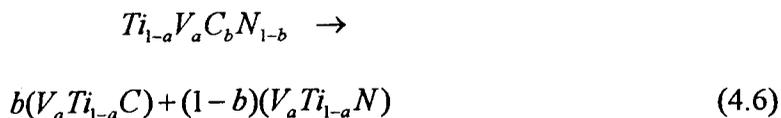
Figura 4.16. Fracción de volumen de las hipotéticas familias de nitruros o carburos que formarían el precipitado complejo. a) Acero A, b) Acero B.

4.5. - EVOLUCION TEORICA DEL TAMAÑO DE LOS PRECIPITADOS.

La determinación de la dependencia con el tiempo y la temperatura del tamaño de los precipitados en aceros microaleados no es usualmente reportada en literatura. Si bien las bases generales teóricas fueron determinadas por Lifshitz y Slyozov⁽⁴⁸⁾ (véase capítulo III) y más tarde corregidas por el efecto de la fracción en volumen⁽⁴⁹⁾ entre otros factores, relativa poca atención se ha prestado al apartado experimental en el caso de aceros microaleados. Hasta tal punto esto es así que sólo han podido encontrarse en literatura leyes generales de crecimiento de precipitados para el nitruro de aluminio en austenita⁽²⁰⁾. También ha sido reportada la ley de crecimiento de carburos de niobio por Coladas y col.⁽⁷²⁾ aunque en este caso la ley se restringe a tiempos fijos de una hora. Zou y Kirkaldy⁽⁷⁶⁾ determinaron teórica y experimentalmente la evolución de los precipitados en un carbonitruro complejo de titanio-niobio, pero en los primeros estadios, los cercanos a la propia precipitación, i.e. nucleación del precipitado. En su análisis demostraron que tales partículas alcanzan un tamaño estable (diámetros entre 40 y 100 Å en función de la composición) a tiempos de 10 a 60 segundos y a temperaturas entre 1100 y 1000°C respectivamente. Transcurrido ese tiempo comenzaría el crecimiento propiamente dicho. En otras palabras, determinaron el tamaño de precipitado inicial, r_{m0} en la ec. (3.28).

Dada la aparente complejidad de los resultados experimentales y con objeto no obstante de obtener una ecuación de comportamiento de los precipitados decidió aplicarse el modelo propuesto por Rios⁽⁵⁴⁾ (ver capítulo III). El citado modelo es aplicable a carburos o nitruros complejos, pero no a un carbonitruro complejo. Para soslayar este punto se aprovecharán los resultados del modelo termodinámico resuelto en el apartado anterior.

Es evidente que tal modelo permite separar el carbonitruro complejo en un carburo y un nitruro, y como tales serán estudiados a continuación. Para la aplicación del modelo referido se supondrá que el carbonitruro de vanadio-titanio complejo se descompone en su carburo y nitruro correspondiente, según la ec. (4.6):



Ahora, a cada uno de los carburos o nitruros es posible aplicarle el modelo de Rios. Para ello de literatura⁽⁷⁷⁾ se recogieron los valores de los coeficientes de difusión del V y Ti en la austenita (ver tabla 4.3). Para la determinación del volumen molar del precipitado se aplicó la regla de las mezclas tomando el coeficiente α (ya determinado en el apartado 4.4) como coeficiente de reparto.

Elemento	D_0 (m ² /seg) *10 ⁴	Q (KJ/mol)
C	0.668	156.8
N	0.91	168.5
V	0.75	264
Ti	0.15	250
Al	1.8	228.2
Nb	0.75	264

Tabla 4.3. Coeficientes de difusión en austenita para diversos elementos⁽⁷⁷⁾

La ec. (3.30) se transformaría ahora para los casos aquí estudiados en:

$$k_{VTiC} = \frac{(2D_{Ti}\sigma V_{mVTiC}^2 C_{Ti})}{RT} (1-a)^2 \quad (4.7)$$

$$k_{VTiN} = \frac{(2D_{Ti}\sigma V_{mVTiN}^2 C_{Ti})}{RT} (1-a)^2 \quad (4.8)$$

Se puede apreciar que la única diferencia entre ambas es el volumen molar del precipitado considerado. Queda también claro que la dependencia de la constante k con la temperatura no queda sólo incluida en el denominador de las expresiones anteriores, sino que entra a formar parte en el coeficiente de difusión del titanio, en el volumen molar del precipitado, en la concentración de titanio disuelta en la austenita (véase Fig. 4.14) y en el coeficiente de partición a (véase Fig. 4.15). Es por ello que cabe esperar una dependencia más o menos compleja con la temperatura. El coeficiente de energía interfacial σ se tomó constante e igual a 0.3 J/m² ⁽⁷⁶⁾.

Finalmente debe indicarse que es el titanio, y no el vanadio, el elemento que entra en las expresiones (4.7) y (4.8) pues el producto de su coeficiente de difusión por su concentración disuelta en la austenita es claramente inferior a la del vanadio.

Ignorando el valor del tamaño del precipitado en los instantes de tiempo iniciales, y asumiendo que el tamaño medio del precipitado complejo es la media ponderada según la fracción de volumen del carburo complejo de vanadio-titanio y del nitruro complejo, es posible obtener, por aplicación de las ecuaciones (4.7) y (4.8) en (3.28), el diámetro del carbonitruro complejo. La Fig. 4.17 representa en un gráfico de isolíneas de tamaño de precipitado la evolución de los mismos con el tiempo y la temperatura.

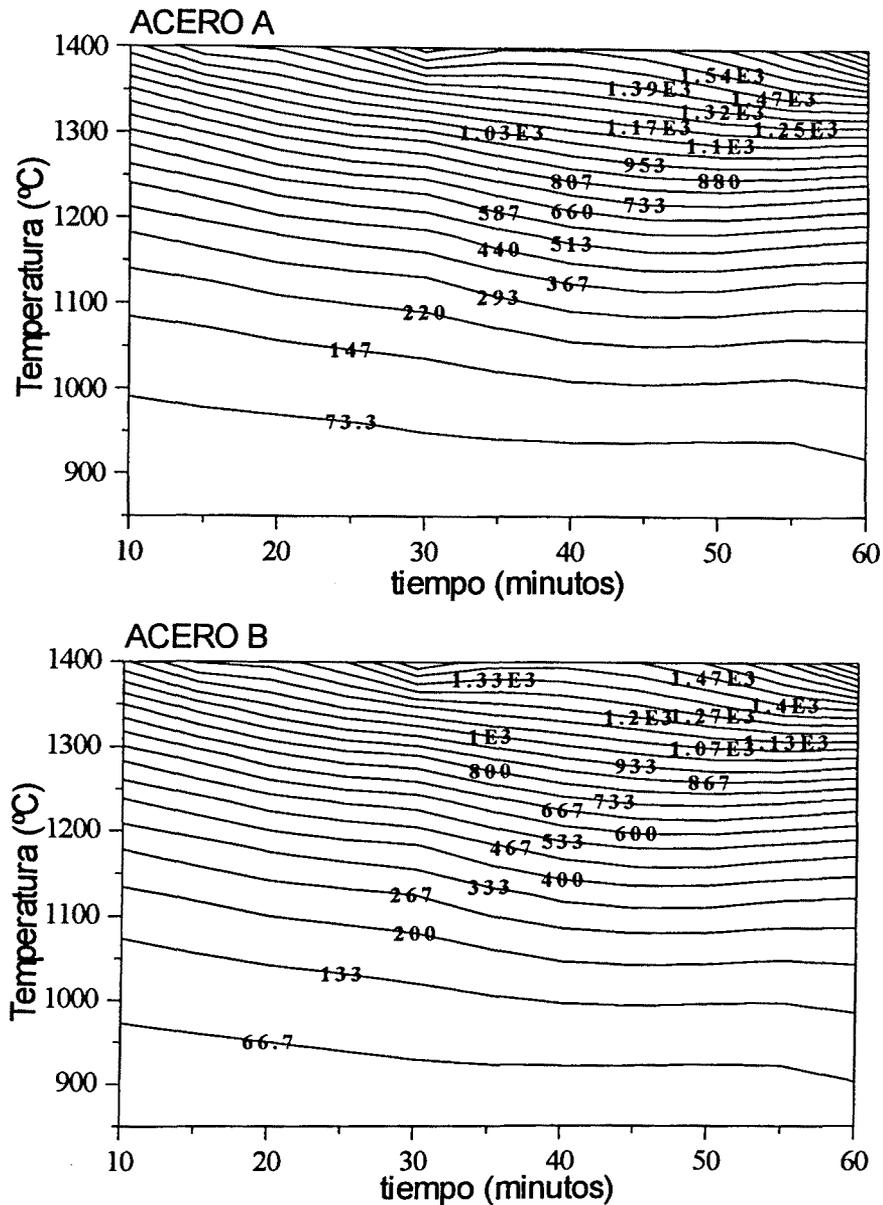


Figura 4.17. Isolíneas de diámetro medio del carbonitruro complejo en función del tiempo y la temperatura para ambos aceros y según el modelo propuesto por Rios⁽⁵³⁾.

Lo que primero llama la atención es la similitud de los valores teóricos con los valores experimentales determinados. En efecto en el rango de temperaturas experimentales estudiadas el diámetro medio de los precipitados extraídos es del orden 200-450 Å, lo que no se desvía en exceso con el tamaño previsto por las ecuaciones teóricas.

Otro punto a notar es como el diámetro que se predice a altas temperaturas coincide con el tamaño de los precipitados de nitruro de titanio (ver tablas 4.1 y 4.2), confirmando que tales precipitados vienen heredados desde las tempranas etapas de obtención del acero.

Debe tenerse en cuenta que los precipitados extraídos podían ser: carbonitruros de vanadio-titanio, nitruros de titanio precipitados ya en la solidificación, y nitruros de aluminio. Estos últimos siguen una cinética claramente diferente de las de las partículas de vanadio-titanio, y es posible que parte de los precipitados extraídos sean nitruros de aluminio (hecho que por microscopía electrónica no pudo comprobarse).

Para corroborar tal efecto se estudió asimismo el crecimiento de los precipitados de nitruro de aluminio, pero esta vez utilizando la ecuación reportada en bibliografía⁽²⁰⁾:

$$\log r = -\frac{5167}{T} + 2.593 + \frac{\log t}{3} \quad (4.9)$$

siendo r el radio del precipitado de nitruro de aluminio (en μm), T la temperatura (en K) y t el tiempo (en horas). Los resultados obtenidos se muestran en la Fig. 4.18.

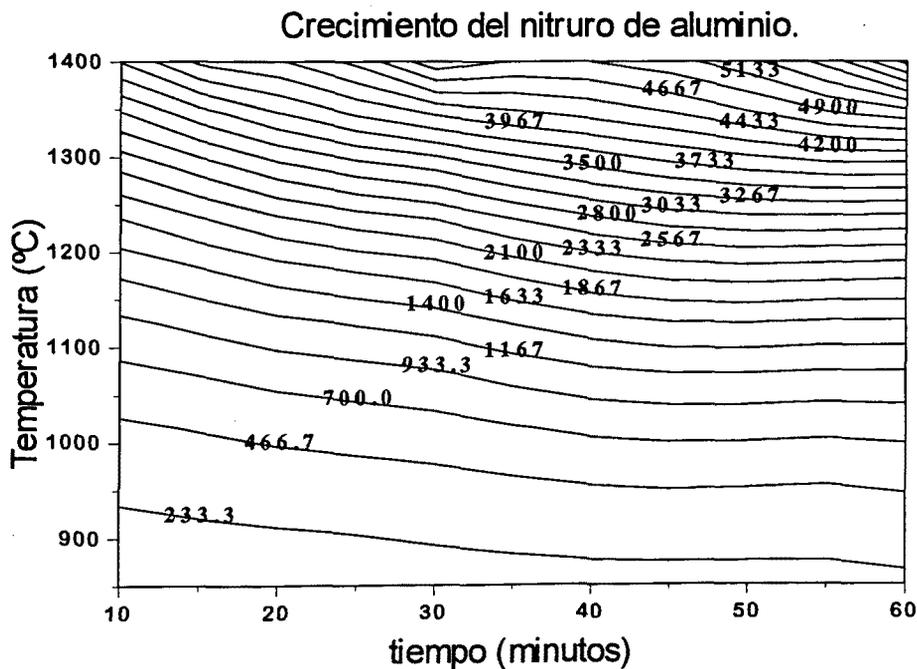


Figura 4.18. Isolíneas del diámetro medio de partícula (Å) para el nitruro de aluminio según la ec. (4.9) y en función del tiempo y la temperatura.

El gráfico anterior debe tomarse con reservas, pues no tiene sentido a temperaturas superiores a las de disolución del nitruro de aluminio. Ponderando las Figs. 4.17 y 4.18 por las respectivas fracciones en volumen de los carbonitruros de vanadio-titanio y de los nitruros de aluminio (f y p respectivamente en las ecs. (3.17) a (3.27)) se obtiene el gráfico mostrado en la Fig. 4.19:

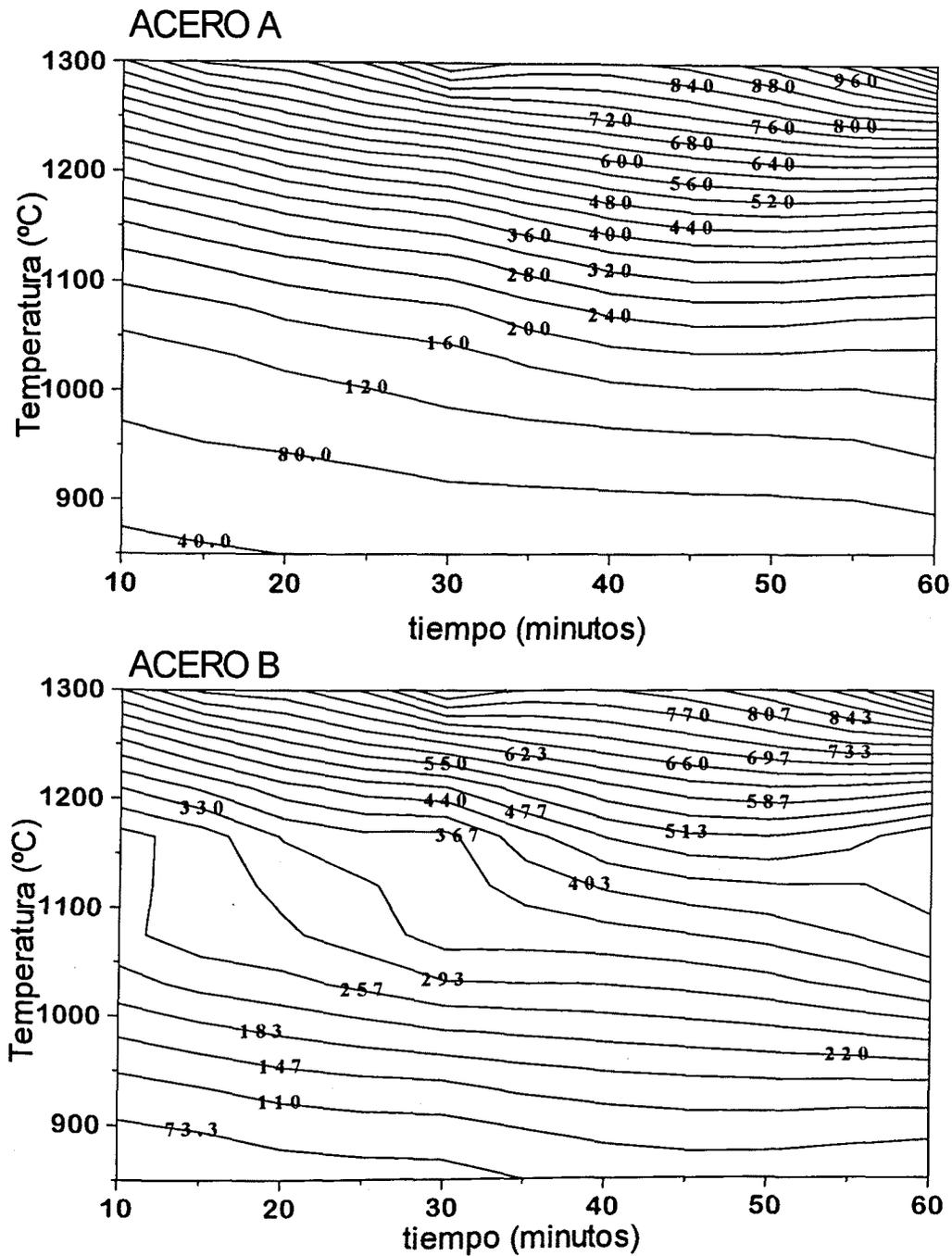


Figura 4.19. Isolíneas del diámetro medio conjunto (en Å) de todas las familias de partículas precipitadas en función del tiempo y la temperatura y para ambos aceros.

Puede comprobarse que al tener en cuenta las partículas de nitruro de aluminio los gráficos sufren una gran modificación, especialmente en el caso del acero B, el de mayor contenido en nitruro de aluminio, observándose que a ciertos tiempos, es posible incluso una cierta independencia con la temperatura.

V.- DISCUSION DE RESULTADOS DE LA ETAPA DE AUSTENIZACION Y CONCLUSIONES.

5.1.- RESULTADOS REGISTRADOS EN BIBLIOGRAFIA.

La aparición de crecimiento anormal de grano es un hecho ya reportado en bibliografía para aceros microaleados de medio carbono. No obstante hay una aparente indefinición sobre cual es el elemento responsable del mismo. Y es que diversos factores entran en juego, desde el medio de preparación de los aceros (colada industrial o de laboratorio), al número de microaleantes presentes.

Reynolds⁽⁶⁹⁾ en su estudio de crecimiento de grano en aceros microaleados de medio carbono (temperaturas entre 1100°C y 1300°C a un tiempo de mantenimiento fijo de 60 minutos) achaca el control de grano y crecimiento anormal a la presencia de finas partículas de titanio. Observó tres tipos de comportamiento. Los aceros sin titanio mostraron estructuras de granos uniformes y relativamente grandes a 1100°C que crecían de manera gradual (i.e. normal) con la temperatura. Los aceros con aluminio y titanio mostraron granos más finos y de nuevo gradual crecimiento con temperatura. Y finalmente los aceros con titanio pero bajo contenido de aluminio mostraron crecimiento anormal de grano en el entorno de 1200°C. En el amplio rango de composiciones que estudió, el acero que mejor controló el grano fue uno similar al aquí estudiado (%C=0.33, %Si=0.15, %Mn=0.98, %Al=0.021, %N=0.011, %Ti=0.014, %V=0) aunque curiosamente para esta composición no encontró crecimiento anormal. Reynolds apunta que el motivo por el que las partículas de titanio son efectivos controladores de grano es por su fino tamaño, y ya hace notar que esto se debió a la rápida velocidad de

solidificación de la colada de laboratorio, condición difícil de alcanzar en aceros y coladas comerciales.

Cuddy y Raley⁽⁷⁰⁾ estudiaron el crecimiento de grano en aceros de bajo carbono (0.07%C), obtenidos también en condiciones de laboratorio, con adiciones individuales de elementos microaleantes (titanio, niobio, vanadio y aluminio). Estudiaron un rango de temperaturas entre 900 y 1300°C, austenizando las muestras durante 30 minutos a temperaturas inferiores a 1150°C y durante 15 minutos a temperaturas superiores a la referida. En general encontraron para todos los aceros ensayados que después del control de grano, y comenzada la disolución del precipitado, aparecía crecimiento anormal, y cuando éste desaparecía el crecimiento normal observado era a veces incluso superior al del acero libre de microaleantes. Demostraron que la temperatura de aparición del crecimiento anormal (i.e. temperatura de fin de control del tamaño de grano) aumentaba con incrementos de la concentración del elemento microaleante (ver Fig. 5.1).

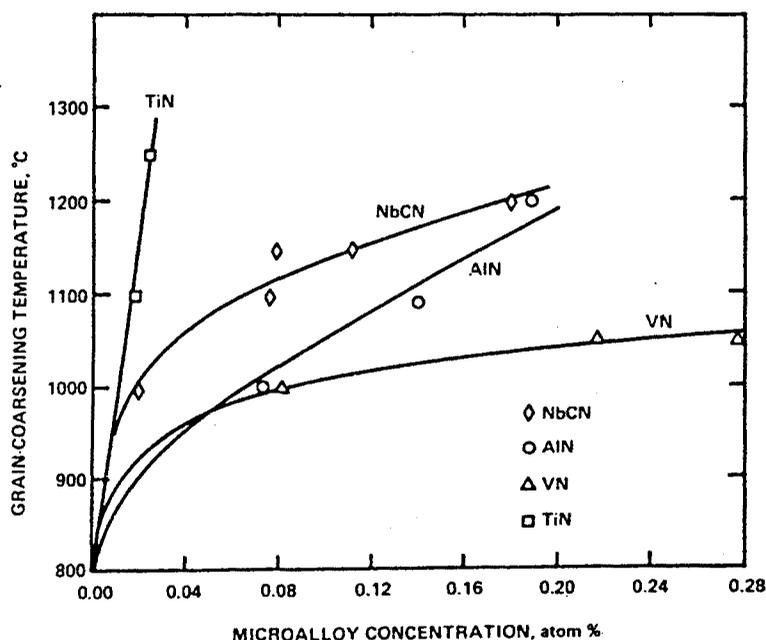


Figura 5.1. Aumento de la temperatura de aparición de crecimiento anormal de grano con el aumento de concentración del elemento microaleante en 4 tipos de aceros microaleados, según Cuddy y Raley⁽⁷⁰⁾.

Esta última figura es especialmente interesante pues muestra cuáles son los elementos más efectivos en el control del tamaño de grano. El más efectivo es el titanio, seguido por el niobio y el aluminio y finalmente el vanadio. Todo ello siempre en condiciones de mono aleación, es decir sólo un elemento microaleante entra en la composición.

El control del tamaño de grano que ejerce el nitrato de aluminio, elemento que en la práctica puede considerarse como microaleante, es bien conocido como se indica en la excelente revisión de Wilson y Gladman⁽²⁰⁾ o en el trabajo experimental de Dogan y

col.⁽⁷⁸⁾. Sin embargo su papel comercial como afinador se ha solido restringir pues alcanza un cierta saturación en lo que a control de grano se refiere en torno a los 1050°C. No obstante este valor fue obtenido para aceros sin otros microaleantes, y es claro que las adiciones de titanio o nitrógeno modifican su temperatura de disolución, ayudando a estabilizarlo a temperaturas superiores a las teóricas.

Centrándose en el estudio del efecto del titanio diversos autores^(15,73,79,80) han mostrado que existe una relación óptima entre el contenido de titanio y nitrógeno que produce un tamaño de grano mínimo. Si la relación real es inferior a la óptima, la fracción de volumen de precipitados es escasa como para optimizar el control del grano, y si tal relación es superada, el aumento de fracción de volumen supone en realidad un aumento del tamaño de partícula, y de nuevo no se optimiza el efecto de control. Por contra existe una aparente contradicción en que relación es la que optimiza tal control, pero ello puede ser debido a la presencia de algún elemento microaleante adicional (como el aluminio), o a la presencia de grandes precipitados heredados desde el propio baño líquido, que resten concentración efectiva del elemento microaleante.

Shams⁽⁷¹⁾ mostró para aceros de bajo carbono microaleados con niobio y aluminio, de nuevo preparados en condiciones de laboratorio, que el carburo de niobio produce similares tamaños de grano que el nitruro del mismo elemento, y que en cambio el nitruro de vanadio produce tamaños de grano más finos que el correspondiente carburo de vanadio. Mostró que adiciones de nitrógeno o aluminio en aceros no microaleados ayudaba a controlar el grano hasta temperaturas de 1000°C. Asimismo observó que la presencia de nitruro de aluminio en aceros microaleados al niobio producía tamaños de grano apreciablemente más finos. En último lugar comprobó que adiciones de niobio superiores a 0.15% no producían mejoras en el control del grano, encontrando de nuevo una relación óptima entre el niobio y el carbono.

Coladas y col.⁽⁷²⁾ mostraron el papel como afinador de grano que tiene el niobio en aceros de medio y alto contenido en carbono. Cantidades crecientes de niobio en la composición del acero tendían a trasladar a temperatura mayores el crecimiento anormal observado, aunque se comprobó que era necesaria una cantidad mínima de niobio para que tuviese efecto como controlador. En su estudio de aceros de semi-laboratorio (se obtuvieron por refusión de aceros comerciales) sólo interviene el niobio como microaleante, y les fue relativamente sencillo determinar la cinética de crecimiento del carbonitruro de niobio en función de la temperatura (el tiempo de austenización lo mantuvieron constante). Sus resultados son razonablemente explicados por el modelo de Gladman.

Finalmente Adrian y Pickering⁽⁴²⁾ para aceros microaleados de medio carbono obtenidos en condiciones de laboratorio, mostraron que simultáneas adiciones de vanadio, titanio y niobio inhiben el crecimiento de grano, y que especialmente las adiciones de nitrógeno también aumentan esta efectividad, pues producen mayor fracción de volumen de carbonitruros. Cabe decir que en sus aceros no había aluminio, y que no observaron crecimiento de grano anormal.

5.2.- CRECIMIENTO ANORMAL DE GRANO. MAPAS DE HETEROGENEIDAD.

Para la caracterización del crecimiento anormal los estudios anteriores usaron un sistema puramente visual, lo cual les da una cierta subjetividad, especialmente en situaciones transitorias. Ello puede provocar una falta del conocimiento exacto del por qué del crecimiento anormal

Como ya se anticipó en el capítulo anterior es necesario poner de relieve de algún modo sistemático el crecimiento anormal de grano observado, y se apuntó que la distribución de tamaños de grano en presencia de granos anormales debería tener un aspecto bimodal similar al de la Fig. 3.4. Algunos autores^(65,66) han intentado tal caracterización estudiando la morfología de la distribución de tamaños de grano utilizando una medida de heterogeneidad de la misma consistente en dividir el tamaño de grano máximo observado por el medio. Sus resultados eran erráticos muy probablemente porque el tamaño de grano máximo usado era seguramente anormal, o sea poco frecuentes, aunque muy grandes. El problema es que en la práctica ambos granos (normales y anormales) están integrados en la distribución global y aunque el tamaño de grano máximo es un parámetro teóricamente sencillo de usar, su determinación práctica ya no es tan evidente. Una mejor caracterización consistiría en tomar el máximo de la distribución normal. En la presente discusión, y para los datos obtenidos en el apartado experimental que no olvidemos se ajustaban a una ley log-normal, se pretende aprovechar las características estadísticas de las distribuciones normales para estudiar las colas derechas de las mismas y poder estimar de una forma sencilla cuál es el valor máximo de la familia de granos normales, o al menos caracterizar la familia de granos anormales no por el máximo de todos ellos.

Con objeto de estudiar las colas de las distribuciones de tamaños de grano se tomaron como candidatos a granos anormales aquellos que eran mayores que el valor medio más dos desviaciones estándar de la distribución de *logaritmos* de tamaños de grano. Si en vez de la media y desviación de la *muestra* se conocieran las de la *población* podría afirmarse con una confianza del 97.7%⁽⁸¹⁾ que los granos en tal situación no pertenecen a la población. La hipótesis implícita es que la media y desviación de la población están bien estimadas por las de la muestra. Este criterio de separación (mostrado gráficamente en la Fig. 5.2) que por otro lado es bastante conservador, se usará inicialmente para separar ambas familias. Cada una de ellas se caracterizará por su media aritmética: TG_{normal} será el diámetro de grano promedio de todos los grano sin consideración de los candidatos a ser anormales, y $TG_{anormal}$ representará el diámetro de grano promedio de los candidatos anormales. En otras palabras, la distribución de logaritmos de tamaños de grano se utilizará sólo como criterio de separación, y las resultantes distribuciones de tamaño de grano serán utilizadas de una manera convencional. No obstante debe indicarse que en algunas muestras de las ensayadas (Acero A: 1150°C 90 min, 1250°C 10, 30 y 60 min, y Acero B: 1150°C 5, 15, 90 y 180 min, 1250°C 180 min) no se localizaron granos mayores que la media más dos desviaciones. En esos casos se tomó como $TG_{anormal}$ el tamaño de grano máximo de la distribución.

La evolución con la temperatura y tiempo de mantenimiento de TG_{normal} y $TG_{anormal}$ se muestra en las Figs. 5.3 y 5.4 para las dos composiciones del acero estudiado (por razones de espacio se omiten los resultados correspondientes a 180 minutos). Puede verse que ambas curvas son prácticamente paralelas hasta una temperatura donde $TG_{anormal}$ se desvía claramente de TG_{normal} , temperatura que es función del tiempo. Una vez que ambas curvas se empiezan a separar la diferencia entre ellas aumenta y a altas temperaturas tiende de nuevo a mantenerse constante. El análisis de estas diferencias absolutas queda mucho más claro cuando se traduce a diferencias relativas (DR), las cuáles se definirán como sigue: $DR = (TG_{anormal} - TG_{normal}) / (TG_{normal})$. Las diferencias absolutas no son apropiadas pues dependen de la propia magnitud. Así se ha podido detectar crecimiento anormal en zonas donde no hay una gran diferencia entre TG_{normal} y $TG_{anormal}$ como por ejemplo el acero A austenizado a 950°C durante 30 minutos. El valor DR puede verse como una medida de la heterogeneidad o amplitud de la distribución de tamaños de grano, y es similar, aunque no idéntico, al usado por autores como Gladman y Rios.

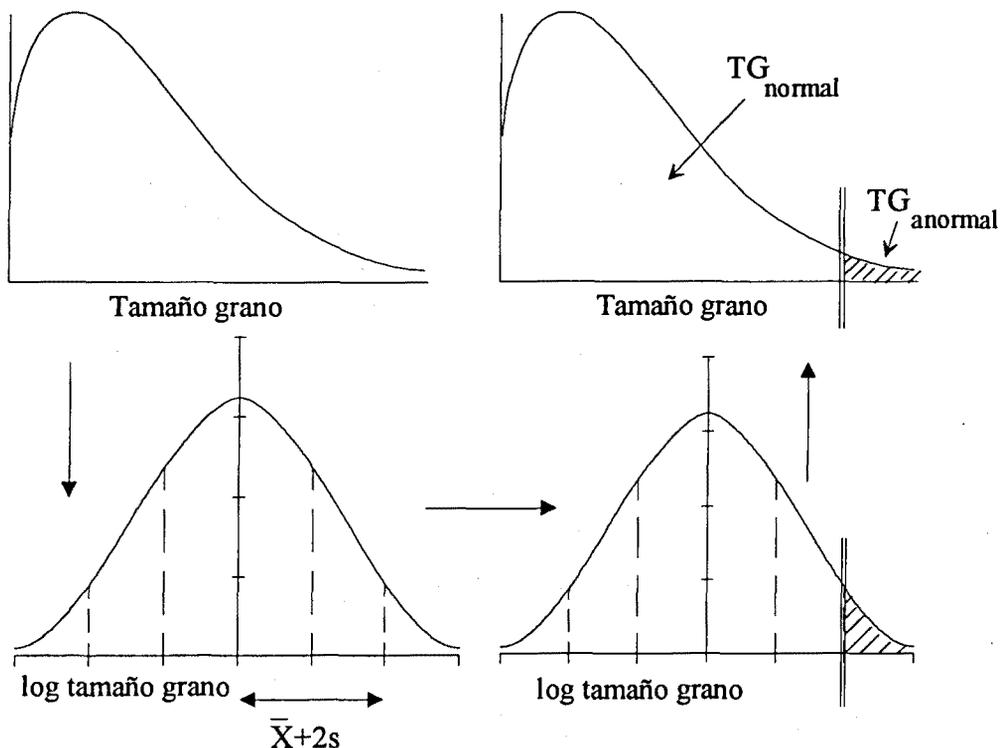


Figura 5.2. Esquemática representación del criterio seguido para separar y estudiar las colas de las distribuciones de tamaño de grano.

En las Figs. 5.5 y 5.6 se muestra la variación de la heterogeneidad de las distribuciones, DR , con la temperatura para cada acero. Puede observarse que en todos los casos DR es aproximadamente constante excepto en un estrecho intervalo de temperaturas donde alcanza un valor máximo. Las observaciones microestructurales pusieron en evidencia que el crecimiento de grano anormal estaba ocurriendo en coincidencia con este intervalo, donde DR es mayor que 2.5-3. Cuando esto ocurre, los tamaños de granos candidatos a ser anormales se tomarán de hecho como anormales, mientras que para valores inferiores deben considerarse como granos de la población normal. Otra interesante observación es que el valor de DR fuera del intervalo máximo toma un valor prácticamente constante y cercano a 2. Este valor concuerda con el reportado por Gladman^(30,31) para su constante de heterogeneidad K (relación entre el tamaño de grano de la matriz y el de los granos que crecen). Según Gladman una distribución de tamaños de grano con una $K=2$ puede causar crecimiento de grano anormal. Por otro lado los valores de heterogeneidad reportados en la zona de crecimiento anormal son similares a los propuestos por Rios. Según este autor una mínima heterogeneidad de 3 es imprescindible para producir crecimiento anormal (heterogeneidad definida como R_{max}/R_{med}).

En consecuencia las distribuciones de tamaño de grano observadas en este trabajo están muy cercanas a promover el crecimiento anormal fuera de la zona de DR máximo. Sin embargo todavía es necesario que ocurra una variación en la fuerza de anclaje de los límites de grano, para sobrepasar este estado de equilibrio ($DR=constante$). Y ello puede obtenerse por una variación en la fracción en volumen o tamaño de los precipitados que están efectuando la acción de anclaje.

La representación de DR frente al tiempo y la temperatura simultáneamente (ver Fig. 5.7) permite la elaboración de un mapa de heterogeneidad de la distribución de tamaños de grano. En estos gráficos las isolíneas de $DR>2.5$ son zonas de aparición de crecimiento anormal, lo que también los convierte en mapas de modo de crecimiento de grano.

La observación de los mapas de la Fig. 5.7 comienza a arrojar información relativa al comportamiento observado. Dado que la única diferencia en composiciones de ambos aceros estriba en las diferentes cantidades de nitrógeno y aluminio, i.e. de nitruro de aluminio, cabe a ello atribuir la diferencia de comportamiento observado. En efecto, si comparamos las Figs. 4.12 y 5.7 es claro que el crecimiento anormal de grano ocurre durante el intervalo de temperaturas en las que rápidamente se disuelve el nitruro de aluminio, con dos excepciones que más adelante se comentará. Para clarificar este aspecto en la Fig. 5.7 se han añadido (áreas sombreadas) las temperaturas de disolución del nitruro de aluminio según predice el modelo resuelto en el capítulo IV.

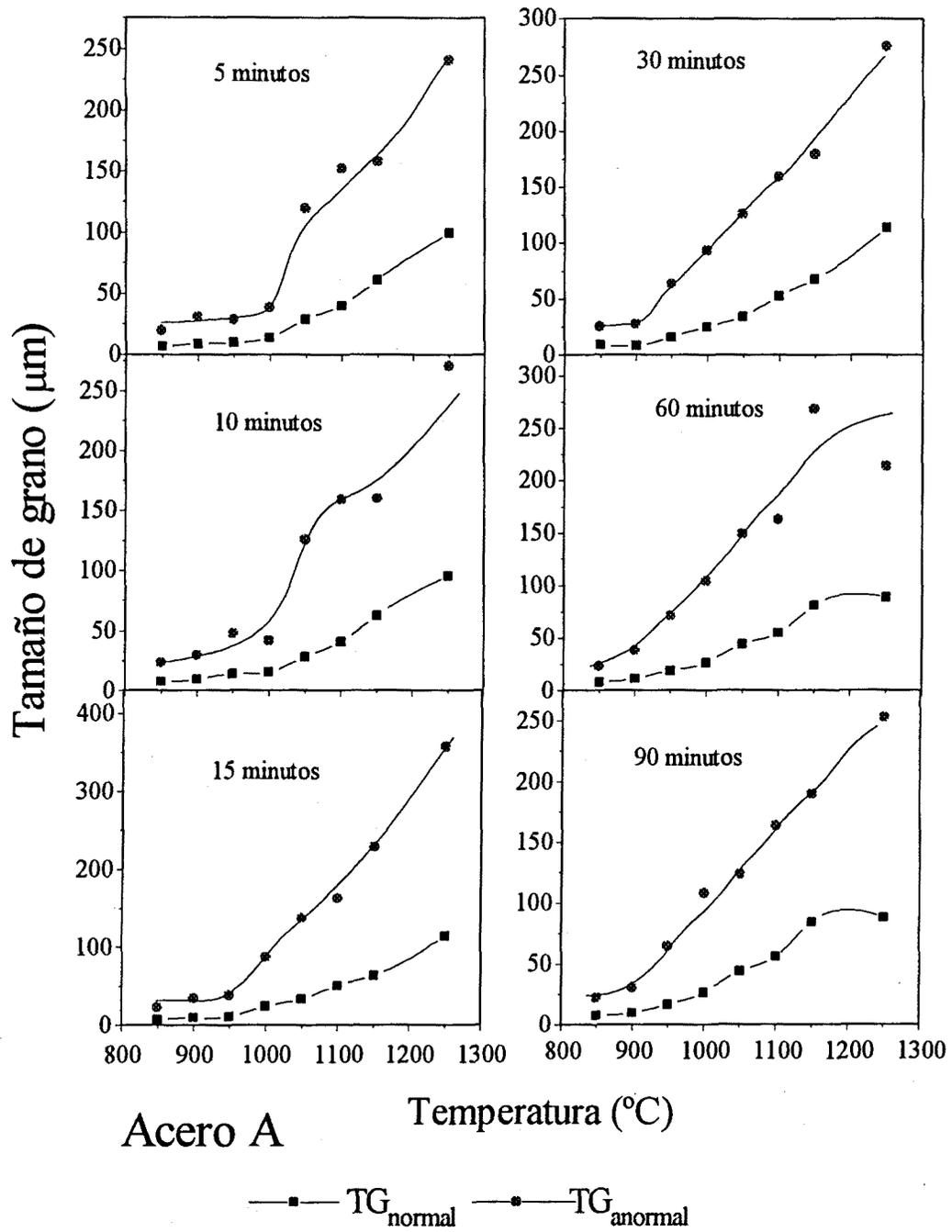


Figura 5.3. Evolución con la temperatura para cada tiempo de mantenimiento del tamaño de grano de la matriz, TG_{normal} y de la cola de la distribución de tamaños de grano, $TG_{anormal}$ para el acero A.

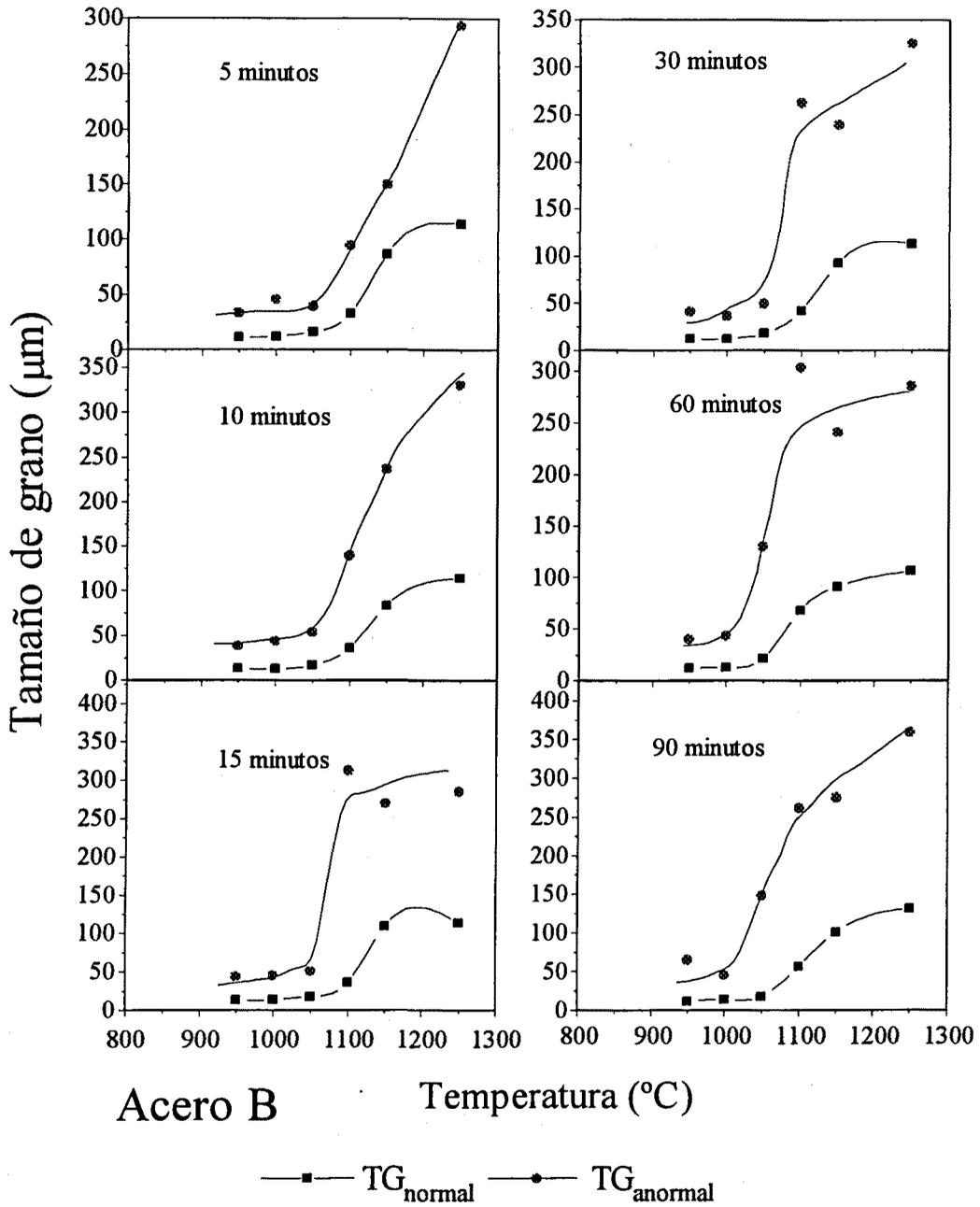


Figura 5.4. Evolución con la temperatura para cada tiempo de mantenimiento del tamaño de grano de la matriz, TG_{normal} y de la cola de la distribución de tamaños de grano, TG_{anormal} para el acero B.

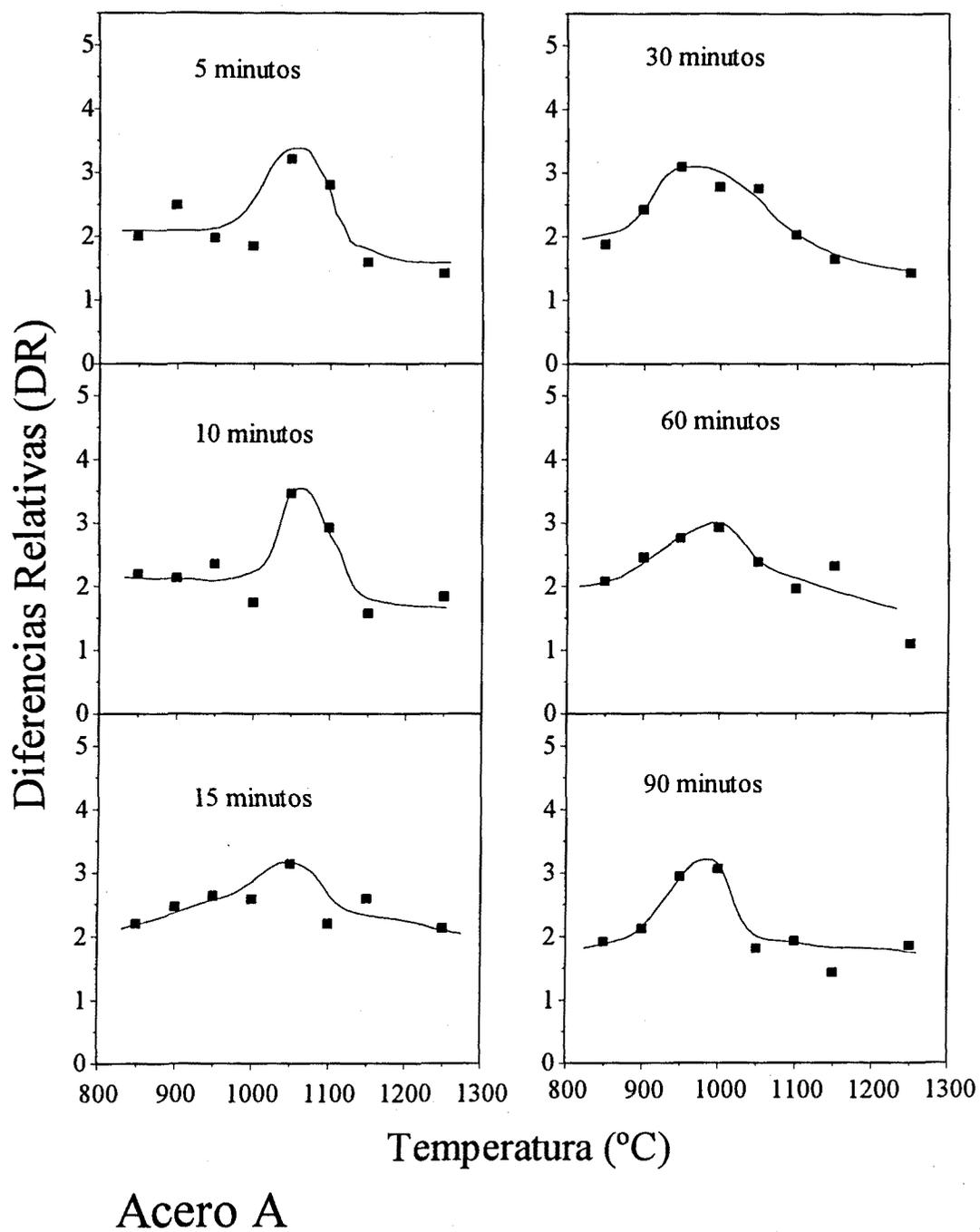


Figura 5.5. Dependencia de las diferencias relativas (DR) en tamaños de grano con la temperatura a cada tiempo ensayado para el acero A

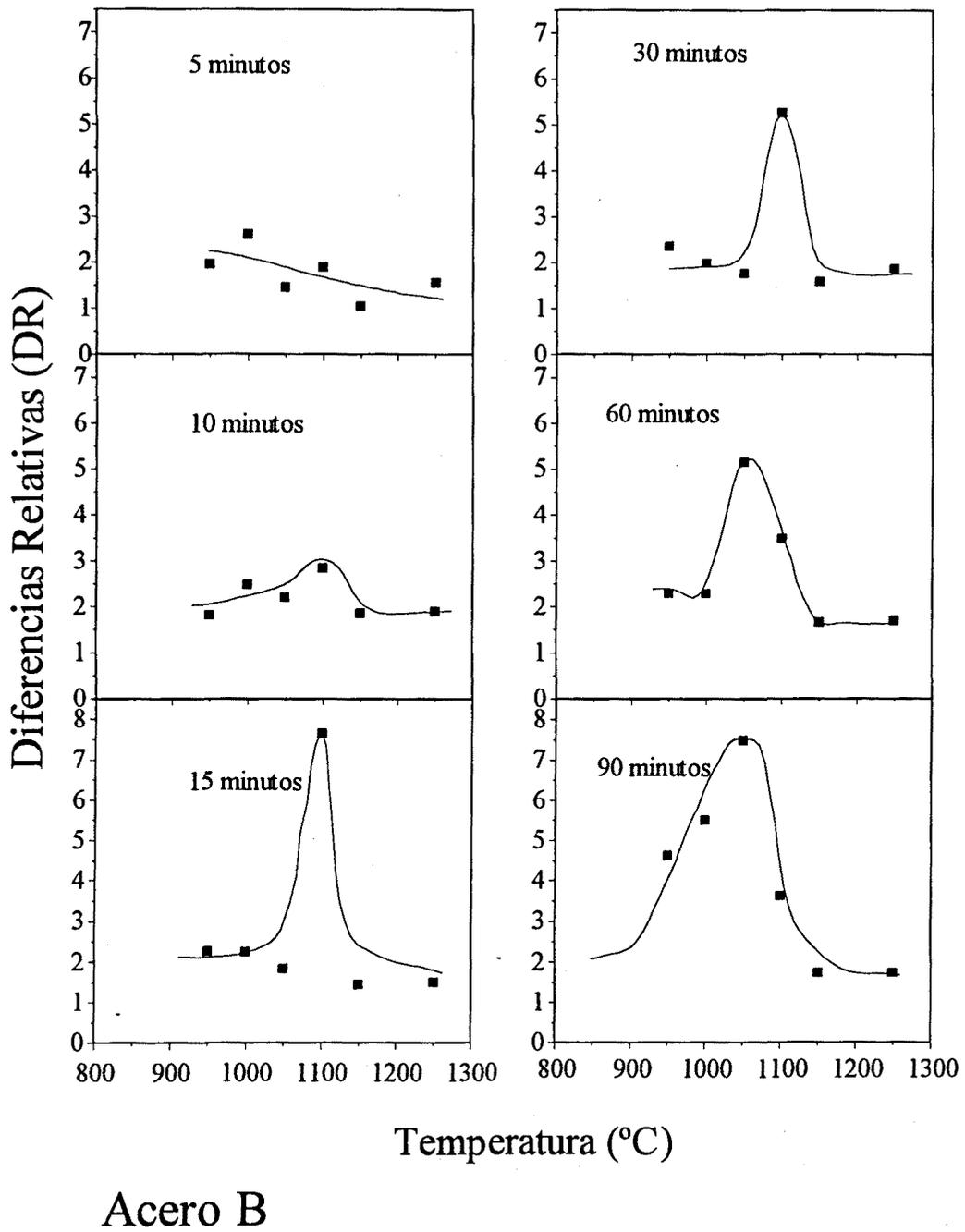


Figura 5.6. Dependencia de las diferencias relativas (DR) en tamaños de grano con la temperatura a cada tiempo ensayado para el acero B

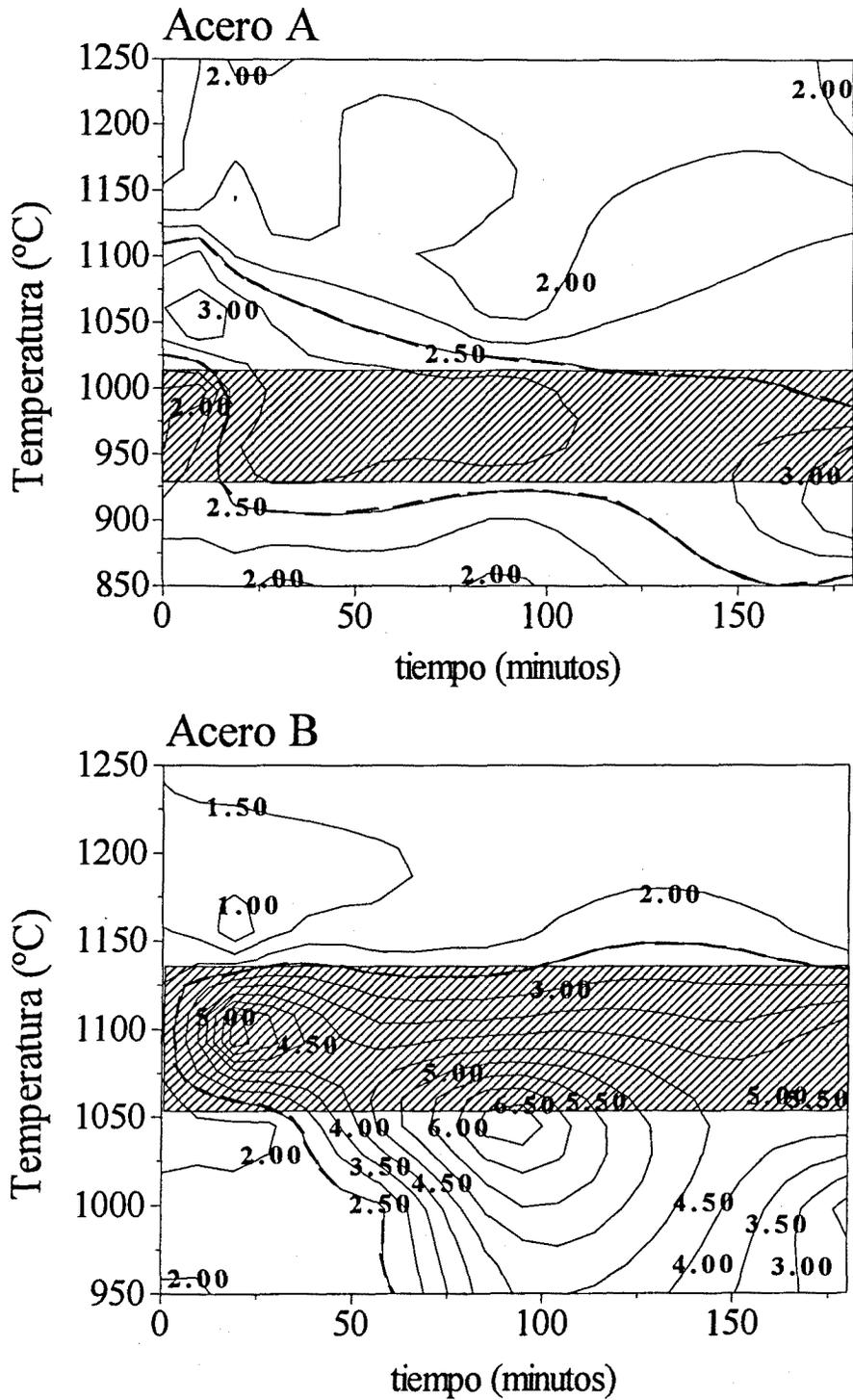


Figura 5.7. Mapas de heterogeneidad y de aparición de crecimiento anormal de grano para los aceros estudiados. En ambos mapas se ha superpuesto (área sombreada) la franja de temperaturas de disolución del nitruro de aluminio de cada acero. En línea discontinua se indica la zona de presencia de crecimiento anormal ($DR > 2.5$).

Una cuestión obvia que surge de la anterior discusión es cómo las partículas de nitruro de aluminio pueden afectar tan fuertemente al crecimiento de grano cuando la fracción de volumen de precipitados complejos de vanadio-titanio son casi un orden de magnitud mayor. En este punto cabe referirse de nuevo a las Figs. 5.3 y 5.4. En ellas puede verse que el tamaño de grano de la matriz (o TG_{normal}) para el acero B está anclado, controlado, hasta temperaturas superiores a las equivalentes para el acero A, en coincidencia con la mayor estabilidad del nitruro de aluminio en aquel acero. Según la ec. (3.15) a la hora de controlar el tamaño de grano no es sólo la fracción de volumen de éstos el único elemento controlante, sino también el tamaño del precipitado. De hecho ambos tipos de precipitados, carbonitruros de vanadio-titanio y nitruros de aluminio, están probablemente determinando el tamaño de grano de la matriz, esto es, el tamaño de grano medio se corresponde con el tamaño de grano crítico determinado por ambos precipitados. Para reforzar esta idea en los siguientes apartados se estudia, con ayuda de las teorías y modelos existentes, la relación entre el tamaño de grano y el tamaño y fracción de volumen de los precipitados.

A pesar de su inferior cantidad, los precipitados de nitruro de aluminio pueden estar potenciando localmente la aparición de crecimiento anormal de grano debido a que su relativamente rápida disolución puede favorecer eventualmente una reducción local en la fuerza de anclaje del grano, o dicho en otras palabras, la relación local entre la fracción de volumen y el tamaño de partícula puede ser menor que la relación global, tal y como ha sido también sugerido por Elst y col⁽⁸²⁾. Esta disminución local de la fuerza de anclaje permitiría el movimiento de ciertos límites de grano (probablemente los de granos más grandes), aumentando la heterogeneidad de la matriz, que ya está cercana a promover el crecimiento anormal de grano ($DR \approx 2$), y por lo tanto favoreciéndolo. Los resultados aquí presentados sugieren que la desaparición de una segunda fase cuando la heterogeneidad de la matriz es cercana a su valor crítico puede producir un crecimiento de grano anormal casi instantáneo, incluso en presencia de otras familias de precipitados estables, y por lo tanto que las ecuaciones teóricas de control deben cumplirse incluso a escala local.

Las dos excepciones de aparición de crecimiento anormal en la Fig. 5.7 anteriormente comentadas ocurren una, a tiempos cortos y temperaturas por encima de las determinadas en el estudio teórico, y la otra a relativamente largos tiempos y temperaturas inferiores a las teóricas. La aparición de crecimiento anormal en el primer caso debe atribuirse al efecto de la velocidad de calentamiento. Recuérdese que las probetas fueron introducidas directamente en el horno a la temperatura de austenización, por lo que son de esperar altas velocidades de calentamiento. Este sobrecalentamiento produjo el conocido fenómeno de elevar a superiores temperaturas la teórica temperatura de disolución del nitruro de aluminio. Este hecho no se habría observado con velocidades de calentamiento más lentas, porque la curva de disolución tendería a la de equilibrio. La segunda excepción al comportamiento de crecimiento anormal ocurre a temperaturas en las que no es de esperar ni siquiera en condiciones de equilibrio la disolución de los nitruros de aluminio. En este caso, y de nuevo según la ec. (3.15), el crecimiento de los precipitados debe estar jugando el mismo efecto que su disolución a altas temperaturas. La presencia de crecimiento anormal en la primera excepción al comportamiento general

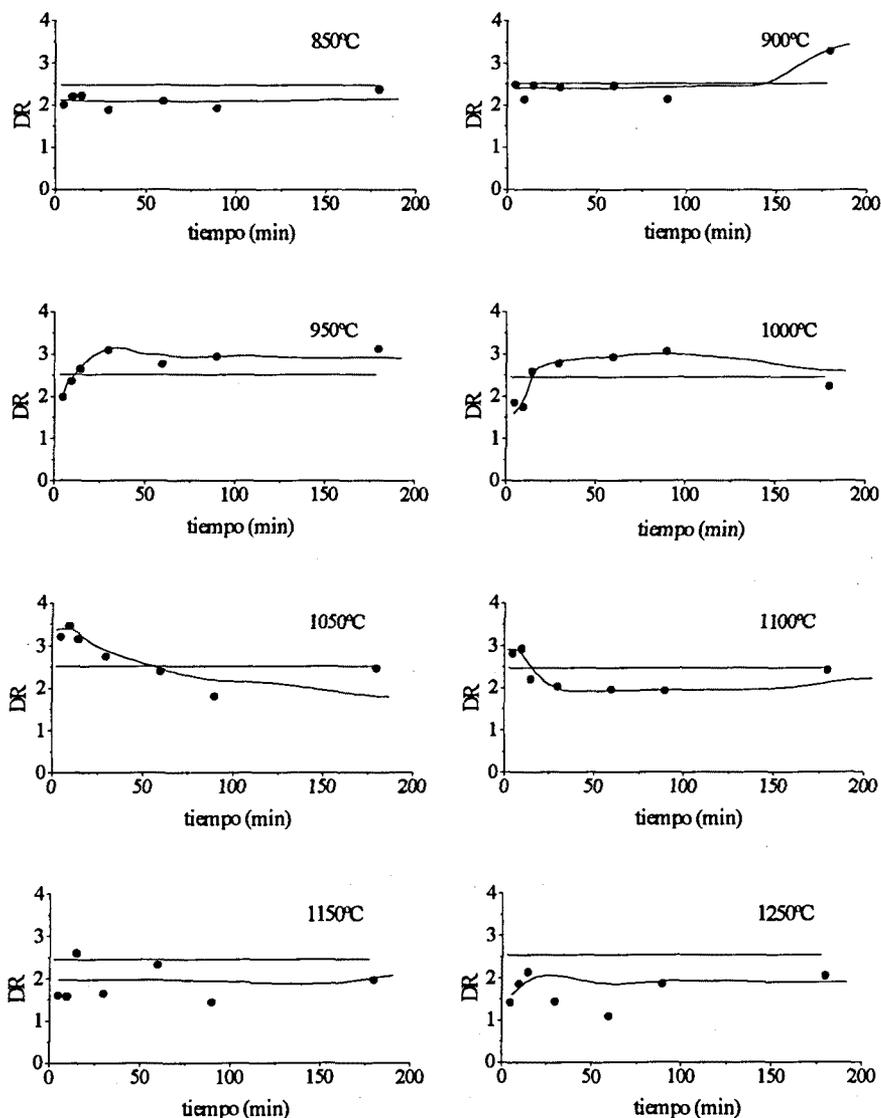
es bien patente para el acero A, mientras que para el acero B y para los tiempos experimentales ensayados es menos notable. Ello se debe a que para este último acero esta situación ocurre a altas temperaturas, donde el efecto de la velocidad de calentamiento se atenúa más rápidamente frente al tiempo. En este caso a muy cortos tiempos, incluso inferiores a los ensayados, no debe descartarse un insuficiente periodo para que la cinética de disolución pueda progresar. La segunda excepción al comportamiento del crecimiento anormal de grano es bien aparente en el acero B porque la completa disolución del nitruro de aluminio tiene lugar a relativamente altas temperaturas. No obstante a temperaturas inferiores todavía hay suficiente activación térmica para promover el crecimiento de los precipitados. Para el acero A en cambio, no se observa más que a muy largos tiempos el crecimiento anormal a temperaturas inferiores a las teóricas. La razón estriba en la relativamente baja temperatura de completa disolución del nitruro de aluminio en este acero. En este caso la activación térmica no es capaz de promover el crecimiento de los precipitados excepto a muy largos tiempos.

Un hecho interesante también mostrado en la Fig. 5.7 es la existencia de diversos picos en los valores de heterogeneidad de las distribuciones de tamaño de grano. El acero A muestra un claro y moderado máximo localizado a 1050°C y cortos tiempos, mientras que el acero B muestra dos máximos, uno a 1100°C y cortos tiempos, y otro a 1050°C y largos tiempos. La presencia de estos máximos puede explicarse en términos de un efecto compensado entre la aparición de granos anormales (aumento de heterogeneidad) y el progresivo crecimiento de la matriz (disminución de la heterogeneidad). Como ilustran más claramente las Figs. 5.8 y 5.9, cuando los picos son sobrepasados, a temperatura fija, el valor de DR decrece y se mantiene entonces prácticamente constante. En una aleación con un precipitado sencillo debe esperarse un incremento en la heterogeneidad de la distribución de tamaños de grano de la matriz una vez ha ocurrido el crecimiento de grano anormal. Cuando éste acaba los granos anormales tienden a ir entrando de nuevo en la distribución global, no por disminución de su tamaño, sino por aumento de los de la matriz. Por lo tanto la heterogeneidad de la matriz debería decrecer después del máximo y una vez acabado el crecimiento anormal. Esto no siempre se observó en este estudio debido a la presencia de una adicional segunda fase estable (los precipitados de vanadio-titanio). El crecimiento de grano después del máximo puede asimilarse al de una matriz libre de precipitados, por lo que en esta circunstancia muchos granos pueden crecer (i.e. disminuir la heterogeneidad del sistema). Pero este crecimiento de la matriz sólo puede progresar hasta el tamaño de grano crítico determinado por los precipitados estables de vanadio-titanio. Esto explica por qué la heterogeneidad no desaparece a los largos tiempos ensayados y tiende a ser constante. Sólo se observó su desaparición en el acero A y a tiempos cortos, es decir donde están primando los efectos transitorios de la sobreprecipitación.

Otro hecho interesante en la Fig. 5.7 es el relativamente bajo valor de heterogeneidad DR observado para el acero A (2.5-3.5) mientras que para el acero B oscila en un rango mayor (2.5-7). Esto se debe a la temperatura de aparición del crecimiento anormal. En el acero B empieza a relativamente altas temperaturas y por lo tanto la activación térmica favorece granos extraordinariamente grandes. En cambio en el acero A el crecimiento

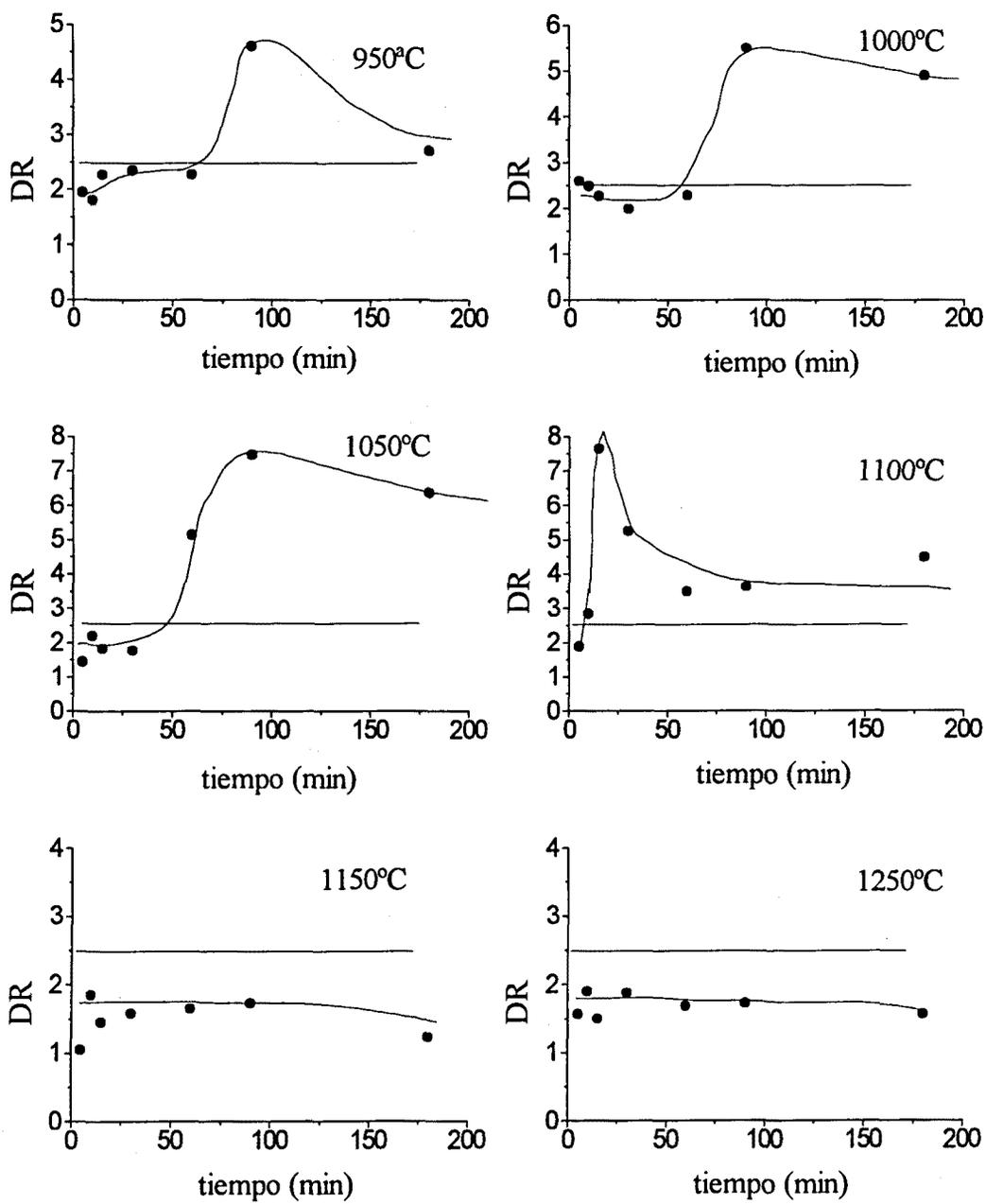
anormal empieza a bajas temperaturas, y por ello es de esperar que los granos anormales sean ahora inferiores, produciendo lo que en este trabajo se ha dado en llamar crecimiento anormal moderado.

Finalmente debe comentarse como a altas temperaturas el crecimiento de grano parece detenerse y ser independiente de la temperatura de austenización y el tiempo, especialmente para el acero B (ver Fig. 5.4). El ralentizamiento o estancamiento en el crecimiento de grano cuando éste es relativamente grande puede deberse a precipitados estables y grandes de TiN o a inclusiones no-metálicas, y no cabe descartar un posible efecto frontera dada las dimensiones de las probetas y los tamaños de los granos involucrados en tales circunstancias. En los apartados siguientes se clarifica este aspecto.



Acero A

Figura 5.8. Evolución en el acero A de las diferencias relativas DR en función del tiempo a temperatura fija. Sobre cada gráfico se ha indicado además el valor frontera de aparición del crecimiento anormal



Acero B

Figura 5.9. Evolución en el acero B de las diferencias relativas DR en función del tiempo a temperatura fija. Sobre cada gráfico se ha indicado además el valor frontera de aparición del crecimiento anormal

5.3.- EL TAMAÑO DE LOS PRECIPITADOS.

La ausencia de expresiones de crecimiento para carbonitruros complejos motivó en parte el intento de su determinación en este trabajo. Sin embargo los resultados experimentales recogidos en este trabajo parecen mostrar una cierta dispersión. Como ya quedó claro en el apartado anterior de este capítulo, a tiempos cortos y debido a las altas velocidades de calentamiento, debe considerarse la aparición de un transitorio. Este también parece ser el caso en el tamaño de los precipitados, especialmente en los valores registrados a 10 minutos, que parecen ser superiores a los de tiempos más largos. No teniendo en cuenta estos datos en la Fig. 5.10 se representan los datos en escala $t^{1/3}$ pudiendo observarse como es posible ajustar los datos a una recta para algunas temperaturas, aunque no ocurre lo mismo con otras, dando a entender que los precipitados no están en una situación de crecimiento sencilla. La relativa compleja dependencia con la temperatura que estos gráficos parecen indicar, lleva a pensar que la “excesiva dispersión” de resultados experimentales puede deberse bien al efecto de sobrecalentamiento, bien a que los precipitados extraídos son múltiples, i.e. carbonitruros de vanadio-titanio y nitruros de aluminio, o bien a ambos efectos simultáneamente.

Ya en el capítulo anterior se apuntó que posiblemente la complejidad de la dependencia con la temperatura podía provenir de la múltiple extracción de precipitados con cinéticas diferentes. Así la Fig. 5.11 muestra la versión experimental del gráfico 4.19, si bien refleja además el efecto del sobrecalentamiento. Es especialmente interesante comparar los gráficos teórico y experimental obtenidos para el acero B donde el fenómeno del sobrecalentamiento es menos acusado como ya se indicó en el análisis de los tamaños de grano. Puede observarse que la topología de ambos gráficos es muy similar, aún existiendo ligeras diferencias con los tamaños de precipitados medidos, y aún notando la ausencia de algunos puntos experimentales. Para el acero A, más influenciado por el efecto de la sobresaturación, los gráficos experimentales no concuerdan con los teóricos. Debe resaltarse que los datos experimentales obtenidos debido a la sobresaturación transitoria son altamente complejos. En efecto, la sobresaturación produce precipitados a temperaturas que en equilibrio no deberían existir. Estos mismos precipitados, por ejemplo los de nitruro de aluminio, a esas temperaturas en teoría inestables, tienen una gran tendencia a crecer (ver Fig. 4.18), y por lo tanto a hacerse más estables durante la disolución. Así pues en la práctica, en el transitorio del sobrecalentamiento, se están combinando procesos contrapuestos, crecimiento y disolución. Ello puede producir los máximos relativos observados en la Fig. 5.11.a especialmente a 1000°C. Los gráficos experimentales están pues claramente influidos por la velocidad de calentamiento y la posterior cinética de crecimiento y/o disolución, y no es sino a largos tiempos (30 y 60 minutos para el acero A) que tienden a comportarse como en equilibrio, como ya se reflejó en el estudio de tamaños de grano. En definitiva parece corroborarse que los resultados experimentales responden a la combinación de la sobresaturación con la diferente cinética de las familias de partículas.

Finalmente debe mencionarse que la correlación entre los valores de tamaños de partícula experimentalmente observados y los deducidos teóricamente son aceptablemente

razonables, aún teniendo en cuenta la aplicación de un modelo teórico sencillo, y con las hipótesis asumidas.

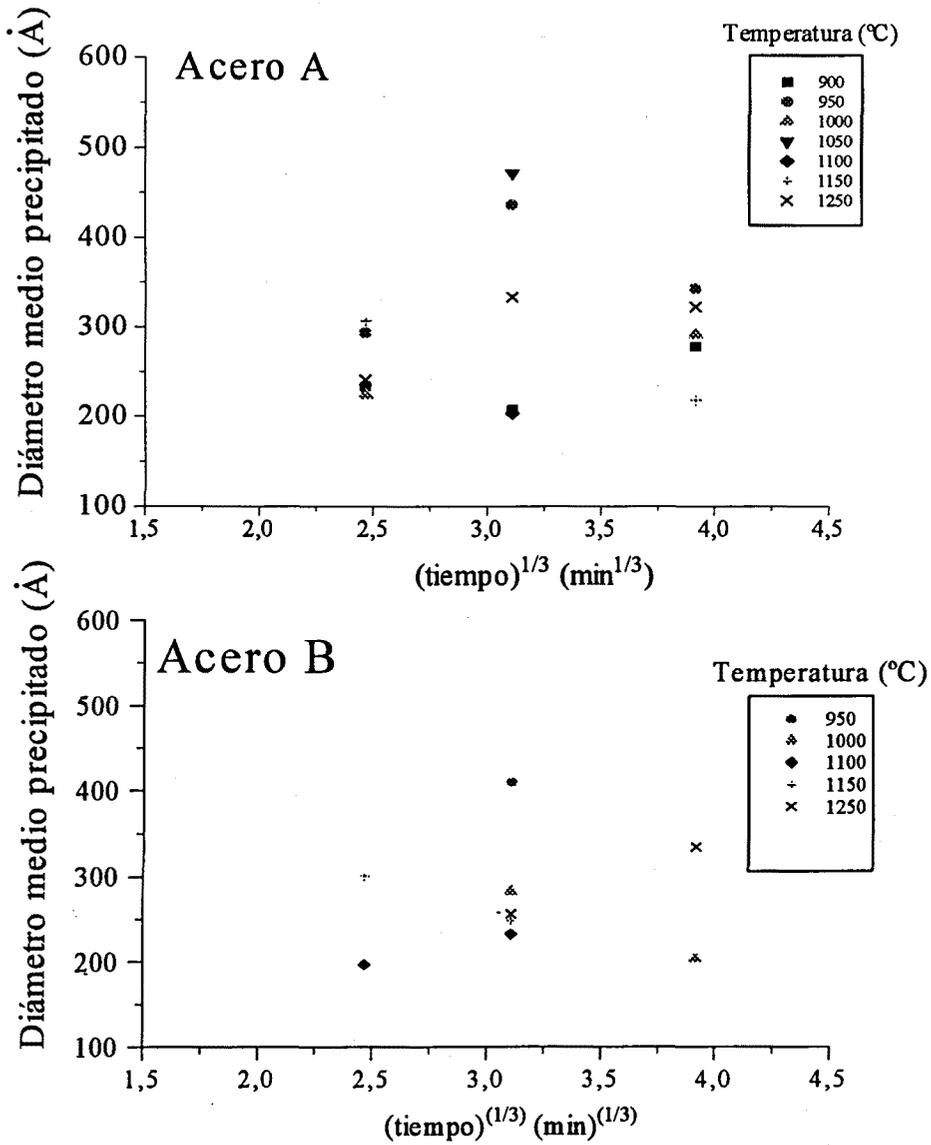


Figura 5.10. Evolución del crecimiento de los precipitados en función de $t^{1/3}$ para ambos aceros. Se han eliminado de este gráfico los puntos correspondientes a 10 minutos.

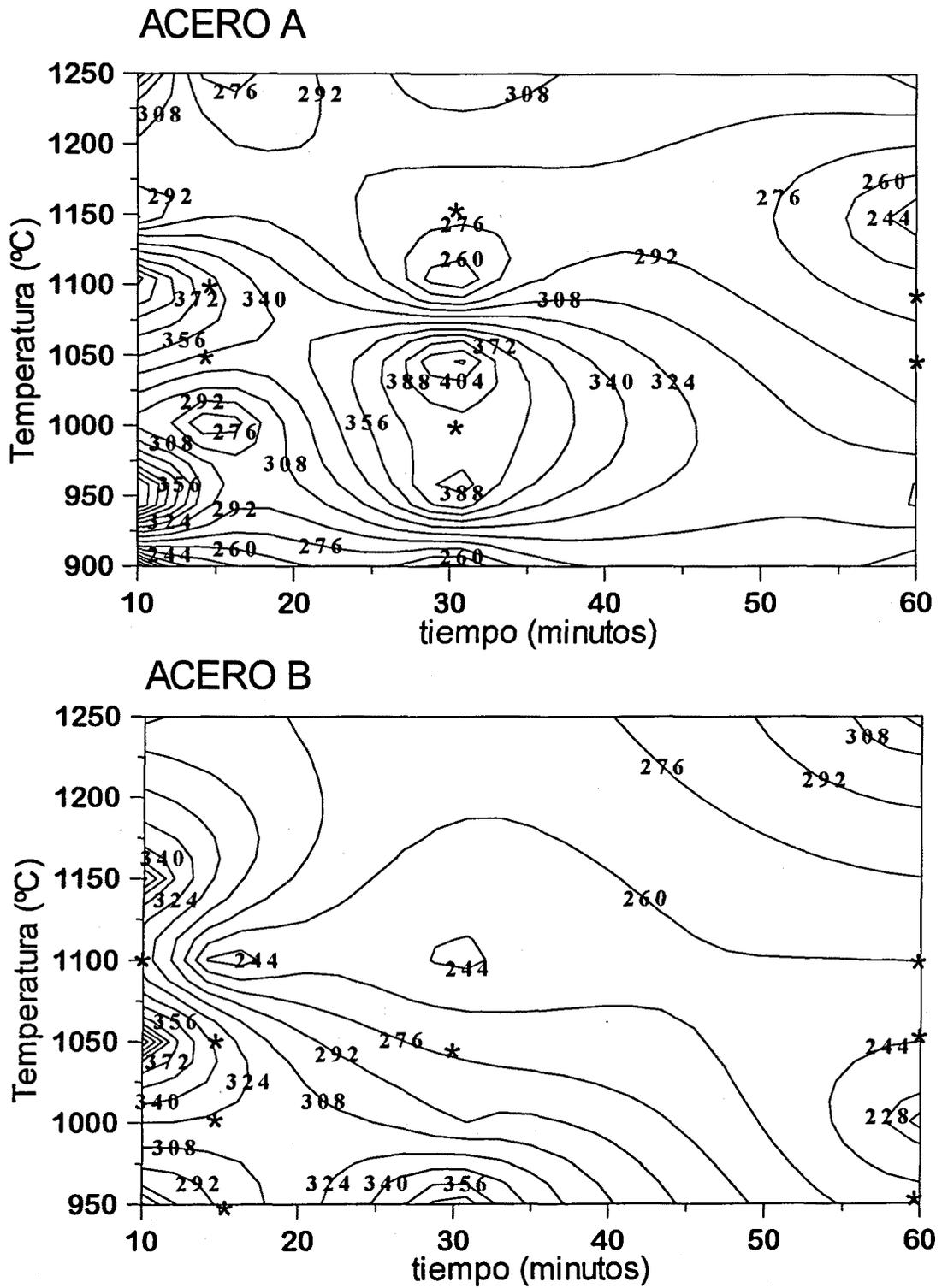


Figura 5.11. Isolíneas experimentales de los diámetros medios (Å) de partículas presentes, en ambos aceros en función del tiempo y la temperatura. Con asterisco se indican los puntos ausentes en los resultados experimentales

5.4.- MODELOS DE PREDICCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO. LOS TAMAÑOS DE GRANO CRITICOS.

En este punto de la discusión se está posibilitado para la contrastación entre los distintos modelos teóricos que predicen la evolución del tamaño de grano de la matriz así como la aparición del crecimiento anormal. En efecto, la determinación efectuada de las fracciones de volumen de las partículas, así como del tamaño de las mismas permitirá por comparación con los resultados experimentales verificar una u otra teoría.

El primer paso consiste en la elección del modelo que mejor describa los resultados obtenidos. Para ello se escogieron las muestras del acero A y B austenizadas a un tiempo de referencia lo suficientemente largo como para garantizar ausencia de efectos de sobrecalentamiento, en concreto 60 minutos, y se procedió al cálculo de los tamaños de grano crítico según los modelos de Zener (ec. (3.6)), Gladman (ec. (3.11)) y Rios (ec. (3.13)).

Ya ha quedado claro que los precipitados pueden presentar una mutua solubilidad más o menos compleja, pero ello tampoco impide que puedan poseer cinéticas diferentes. Por eso en la determinación de los diámetros críticos se calcularon los producidos por tres familias de precipitados: un carburo complejo, un nitruro complejo y finalmente un carbonitruro complejo, todos ellos de vanadio-titanio. De este modo se obtendrán tres curvas de predicción para cada modelo, entre las cuales deberían englobarse los tamaños de grano medidos experimentalmente.

Como valores de fracción en volumen se tomarán los resultados obtenidos en el capítulo IV apartado 4, y por lo tanto independientes del tiempo. Debe notarse que las fracciones tomadas eran cuasi-efectivas, es decir, las determinadas teóricamente previa substracción de la fracción en volumen obtenida a 1400°C^(32,72,79). Ello permite eliminar del cálculo los precipitados heredados de la solidificación y que son demasiado grandes para afectar al crecimiento de grano. Como tamaños de partícula de los precipitados presentes se usarán los resueltos en el modelo de Rios en el capítulo IV apartado 5 (resultados que sí dependen del tiempo). En el caso de considerar un precipitado complejo de carbonitruro de vanadio-titanio se calculó el diámetro crítico producido no por cálculo del diámetro de la familia compleja, sino por la adición de fuerzas de anclaje que cada familia (carburos y nitruros) efectuaban por separado, siguiendo un criterio similar al planteado por Elst y col.⁽⁸²⁾ cuando se observan distribuciones bimodales en los tamaños de precipitados. Este bien puede ser el caso aquí estudiado donde el nitruro de vanadio-titanio (básicamente nitruro de titanio a alta temperatura) tiende a ser cuboide y grande. Ante tal situación el tamaño de grano crítico se obtendría del siguiente modo:

$$R_{crit} = K_t \left(\frac{f_{VTiC}}{r_{VTiC}} + \frac{f_{VTiN}}{r_{VTiN}} \right)^{-1} \quad (5.1)$$

Para el caso del cálculo del diámetro crítico de Gladman se supuso un valor de la constante $K=2$ por su concordancia con los valores de heterogeneidad obtenidos en este

trabajo. En la Fig. 5.12 se representan los diámetros críticos calculados según se acaba de describir.

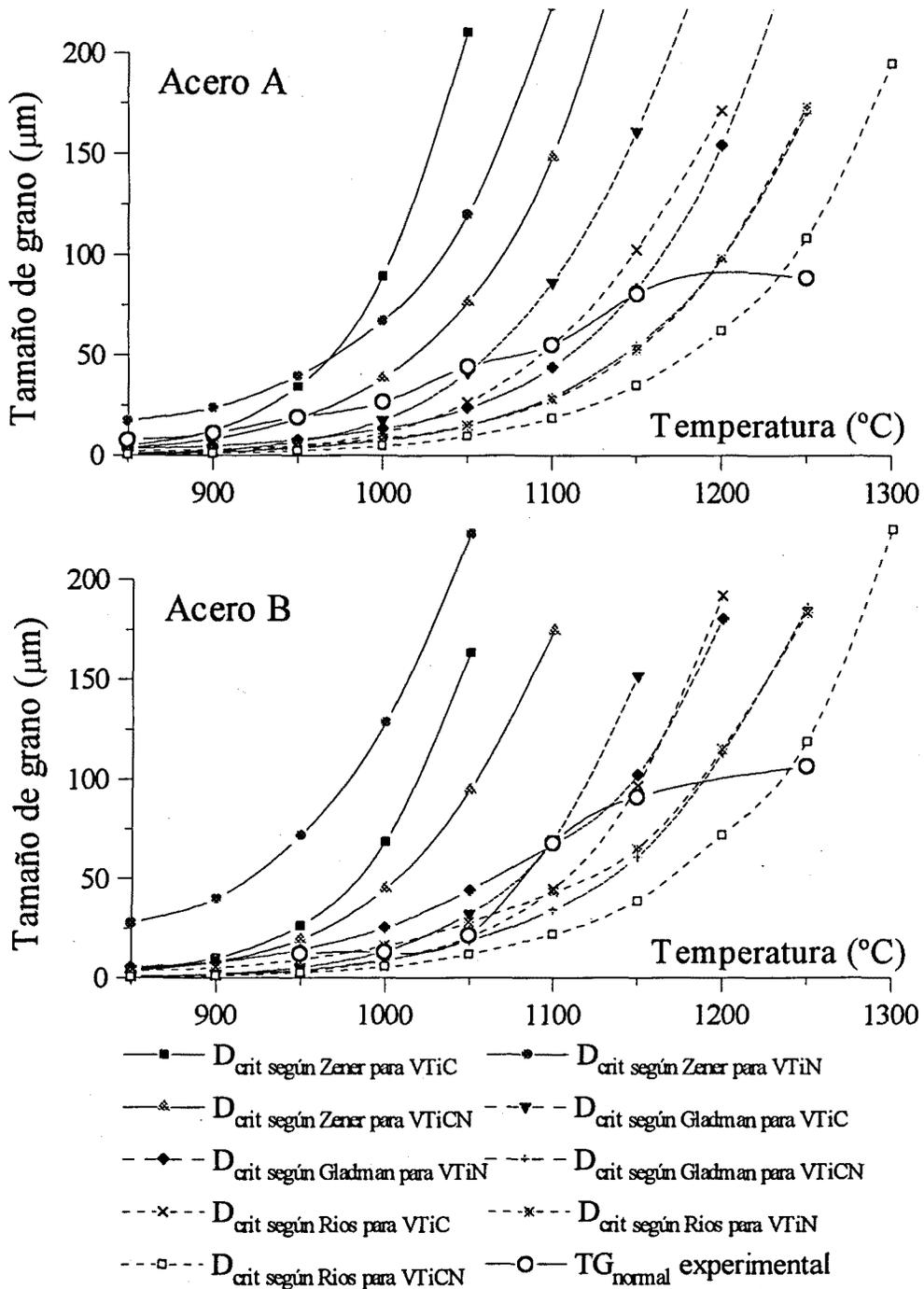


Figura 5.12. Determinación para ambos aceros de los diámetros críticos según los modelos de Zener⁽²⁶⁾, Gladman⁽³⁰⁾ y Rios⁽³²⁾ para los posibles precipitados presentes (carburos (VTiC), nitruros (VTiN) y carbonitruros de vanadio-titanio (VTiCN)). Tiempo de referencia: 60 minutos.

De entrada es posible ver como los valores predichos por el modelo de Zener son claramente muy superiores a los experimentales, por lo que cabe descartar este modelo.

Así pues la discusión debe centrarse en los otros dos modelos. De hecho, para un valor de $K=2$ en el modelo de Gladman, las ecuaciones predichas por Rios y Gladman no son tan divergentes (en la ec. (3.15) $K_r= 1/6$ según Rios y $K_r = \pi/12$ según Gladman). Por ello la banda de valores previstas por ambos modelos es bien similar, no encontrando datos objetivos que hagan prevalecer un modelo sobre otro. Debido no obstante a la mayor sencillez del modelo de Rios, que no hace depender el tamaño de grano de la matriz de la heterogeneidad de la misma, en lo que sigue se procederá con tal modelo.

Antes de continuar conviene recordar que se están aplicando modelos reducidos, modelos sencillos, a un acero comercial relativamente complejo, por lo que es de esperar que aunque los valores previstos concuerden razonablemente con los observados, es lógico que no ajusten exactamente. Asimismo no deben olvidarse las hipótesis asumidas: los modelos presuponen que la precipitación es generalizada en la matriz, y no en sitios preferenciales, se suponen fracciones en volumen constantes y cercanas a las de equilibrio, se ha obviado el tamaño de partícula en el instante inicial en las leyes de crecimiento de precipitados, se ha asimilado el crecimiento del carbonitruro complejo a un promedio ponderado de los carburos y nitruros complejos, no se ha incluido el efecto ni la cinética de la disolución y finalmente no se han tenido en cuenta los efectos transitorios provenientes de la velocidad de calentamiento. Merece comentarse el efecto de disolución pues curiosamente cuando el precipitado se disuelve puede tener lugar un aparente crecimiento del mismo. Esto se debe a que comienzan a disolverse los precipitados más pequeños, trasladando la distribución de tamaños de partícula a valores superiores; esa inicial disolución de los más pequeños adicionalmente puede estabilizar a los más grandes. Ello bien podría explicar los tamaños de partículas no considerados en las tablas 4.1 y 4.2, que aparentemente eran “demasiado” grandes. Debe notarse como esos valores inicialmente considerados anómalos pertenecen a temperaturas donde teóricamente la disolución de las partículas de nitruro de aluminio está teniendo lugar en toda su plenitud, y bien pudieran ser los altos valores observados debido al efecto comentado. Ello además habría ocurrido porque sólo se han extraído en esos casos los precipitados de nitruro de aluminio, y no los del resto de especies involucradas.

Adoptando el modelo de Rios y con idea de verificar que los tamaños de grano estaban evolucionando según los tamaños de grano críticos y con objeto de detectar que efectivamente el crecimiento de grano anormal era debido a la disolución de los nitruros de aluminio, se determinó el tamaño de grano crítico que estas últimas partículas producían (para el tamaño de partícula de nitruro de aluminio se usó la ecuación experimental (4.9)). De este modo la Fig. 5.12 se generalizó a todos los tiempos y se determinaron los diámetros de grano críticos teniendo en cuenta los precipitados de nitruro de aluminio y los carburos, nitruros y carbonitruros de vanadio-titanio. Todo ello se muestra en las Figs. 5.13 y 5.14 para los dos aceros estudiados. Sobre estos gráficos, y como áreas sombreadas, se superponen los rangos de temperaturas de observación experimental de crecimiento anormal.

Pueden examinarse diversos hechos interesantes en las figuras anteriores. En primer lugar a temperaturas relativamente bajas el tamaño de grano experimental es superior al previsto por el modelo. Es decir el tamaño de grano inicial de la matriz es superior al crítico, y por lo tanto el tamaño de grano permanece anclado, constante. Como el

tamaño de grano crítico tampoco es capaz de superar con el tiempo (al menos en los tiempos ensayados) el tamaño de grano de la matriz, se entiende por qué el tamaño de grano de la matriz permanece también anclado con el tiempo a bajas temperaturas, como ya se mostró en la Fig 4.3.

También puede apreciarse para el acero A que aunque el tamaño de grano crítico comienza a crecer a tiempos cortos, la matriz también crece antes de verse superada por el tamaño crítico. Pero ello de nuevo se debe a los efectos de sobresaturación. Una vez que los efectos de la sobresaturación se atenúan ($t > 30$ minutos en el acero A) el tamaño de grano de la matriz sigue el tamaño de grano crítico, especialmente el previsto para los carburos complejos de vanadio-titanio. Para el acero B se observa un comportamiento similar, aunque el ajuste entre las predicciones y los resultados teóricos comienza ya en los primeros instantes de tiempo ensayado ($t > 10$ minutos) pues ya se indicó anteriormente que los efectos de sobrecalentamiento en este acero eran inferiores. De nuevo a los carburos de titanio-vanadio corresponde el control del tamaño de grano de la matriz.

La última aseveración parece poner claro el doble carácter de los precipitados. Tal parece que son los carburos de titanio-vanadio quienes controlarían el tamaño de grano de la matriz, y no los nitruros de vanadio-titanio. Muy probablemente lo que ocurre es que desde las propias etapas de solidificación se generaron unos precipitados relativamente grandes (i.e. cuboides) de titanio que en la práctica son difíciles de disolver, precipitados que por su tamaño no pueden controlar la matriz. En otras palabras la suposición de que la fracción en volumen de partículas efectivas era la determinada en equilibrio menos la de alta temperatura claramente sobrevalora la fracción real, especialmente en los nitruros de vanadio-titanio, o en el carbonitruro complejo. Ello no ocurre con los carburos complejos pues a altas temperaturas son inestables y están disueltos. La conclusión es que los carburos complejos son los que controlan el tamaño de grano de la matriz, y se desaprovecha el potencial de control de los nitruros dado el gran tamaño que tienen.

Finalmente es obvio que el crecimiento de grano anormal aparece cuando el nitruro de aluminio comienza a producir tamaños críticos de control muy grandes (i.e. bajas fuerzas de anclaje). En el acero A esto es aparente de nuevo una vez superado el transitorio de la sobreprecipitación, mientras que en el acero B se observa prácticamente desde el comienzo. De todos modos especialmente en el acero B a 950°C y 90 minutos (o a 1000°C durante 90 minutos) no se observa un aumento del tamaño de grano de control de los precipitados de nitruro de aluminio, mientras que el crecimiento anormal observado es bien aparente (ver Figs. 4.2.f y 4.2.g). La predicción puede estar funcionando muy bien por la rápida disolución (i.e. disminución de fracción de volumen) del nitruro de aluminio, restándole peso al tamaño del precipitado en la ec. (3.15). Cabe pensar que la ecuación experimental de crecimiento de los nitruros de aluminio utilizada en el presente trabajo no refleja exactamente el comportamiento que siguen en el caso aquí considerado, infravalorando su crecimiento. Esto explicaría esa aparente falta de acuerdo en el caso mencionado.

En un intento de verificar de nuevo las teorías de control de crecimiento de grano en las Figs. 5.15 y 5.16 se muestra la versión semi-experimental de las Figs. 5.13 y 5.14. A tal efecto se usaron los valores de tamaño de precipitados determinados experimentalmente en combinación con las teóricas fracciones de volumen.

Los resultados confirman de nuevo el gran acuerdo entre los resultados experimentales de tamaños de partículas redondeadas y los teóricos cuando se considera un carburo de vanadio-titanio. La concordancia observada en las Figs. 5.15 y 5.16 es superior a la de las Figs. 5.13 y 5.14 pues en estas últimas, absolutamente teóricas, se han usado modelo simplificados, que como ya se ha comentado no tienen en cuenta los efectos de sobrecalentamiento y los de disolución de las propias partículas.

El análisis de las figuras anteriores indicaría en primer lugar lo ya apuntado, la ineffectividad de control de los nitruros, y en segundo lugar que los modelos de determinación de la fracción en volumen son razonablemente exactos, y que por lo tanto las fracciones en volúmenes reales, al menos a tiempos superiores a 10 minutos, puede considerarse en la práctica equivalentes a las de equilibrio.

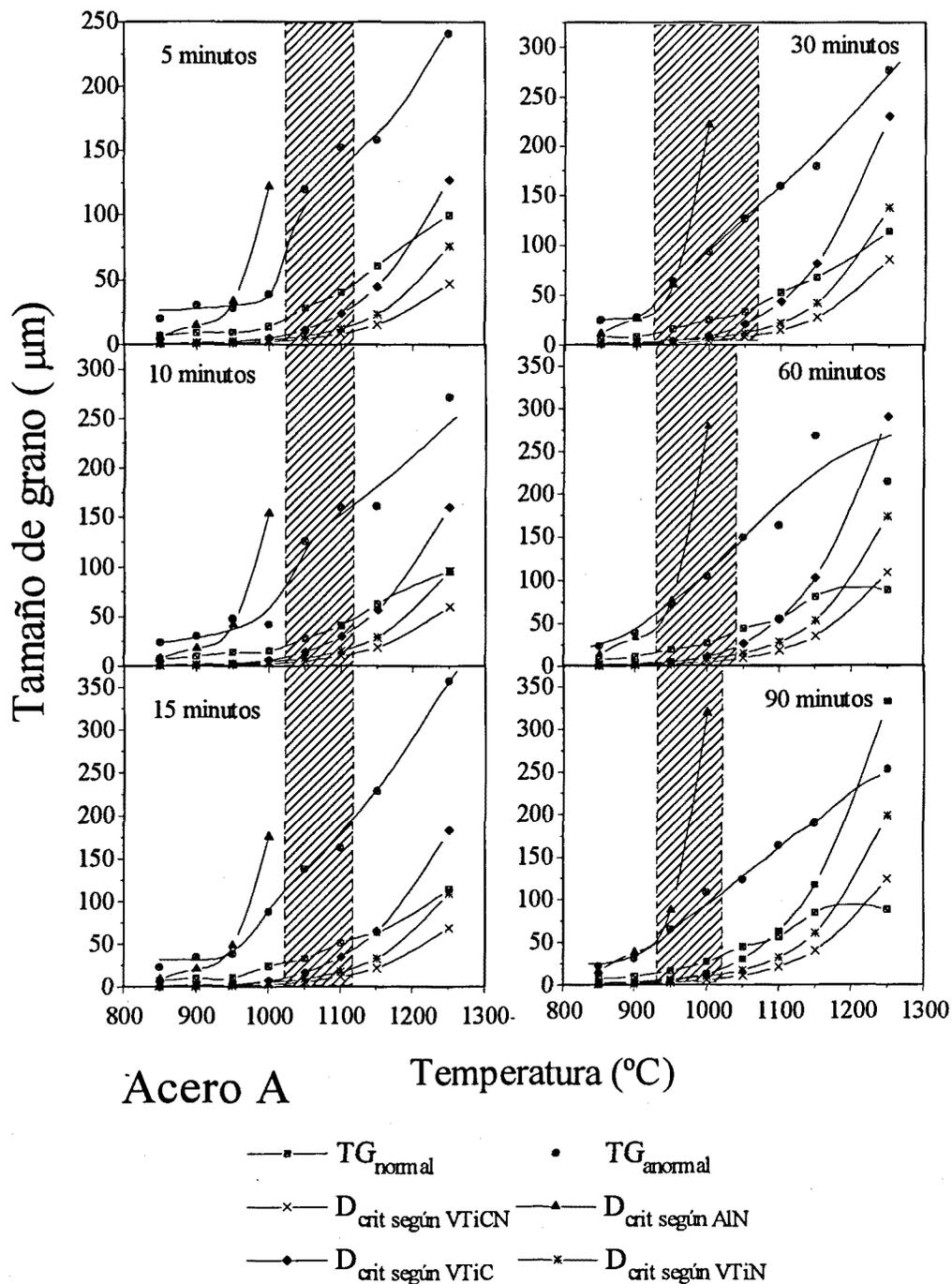


Figura 5.13. Evolución de los diámetros críticos, según el modelo de Rios, de las distintas familias de partículas presentes en el acero A. En área sombreada se indican las temperaturas de observación experimental del crecimiento anormal.

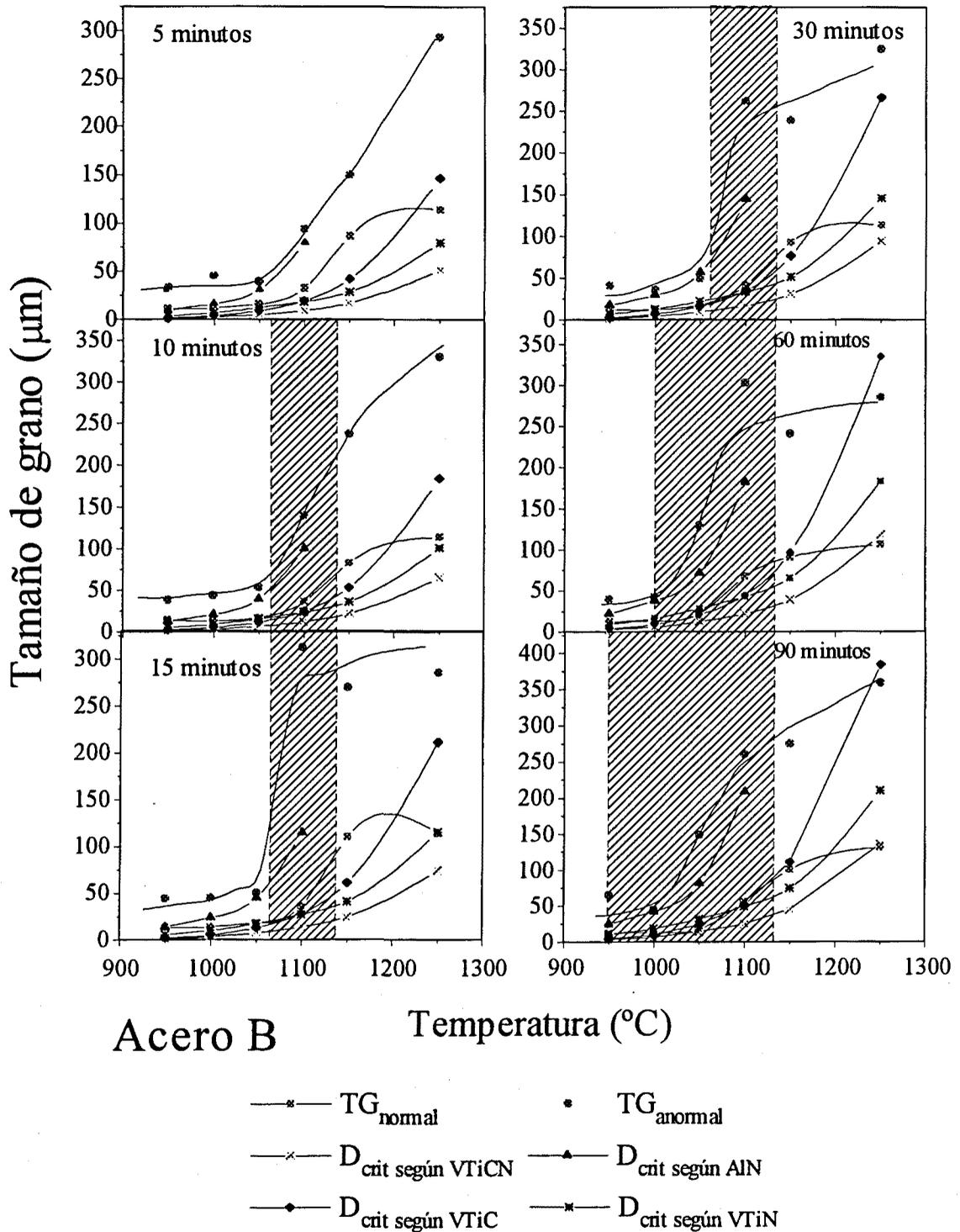


Figura 5.14. Evolución de los diámetros críticos, según el modelo de Rios, de las distintas familias de partículas presentes en el acero B. En área sombreada se indican las temperaturas de observación experimental del crecimiento anormal.

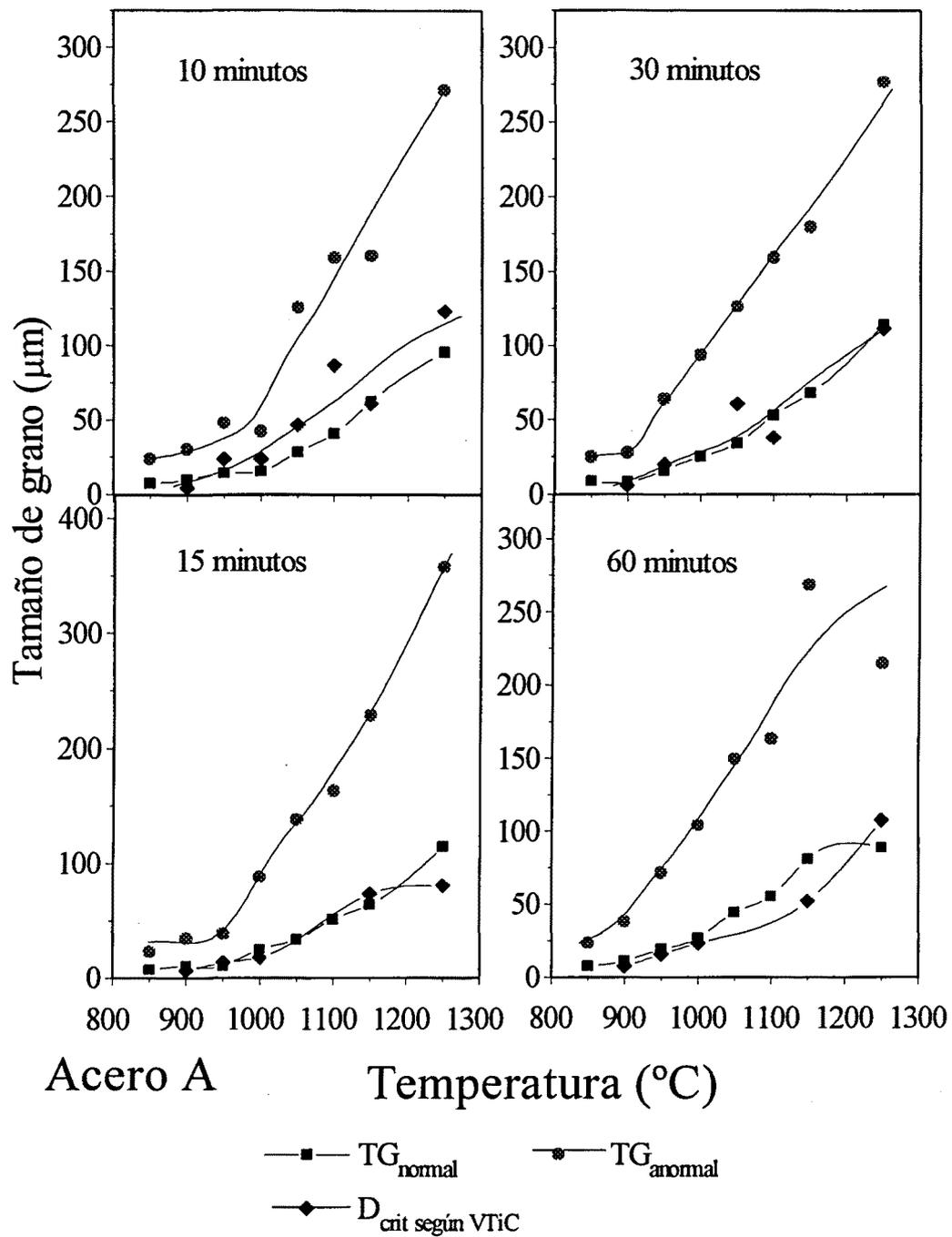


Figura 5.15. Evolución en el acero A de los diámetros críticos semi-experimentales, según el modelo de Rios, de las partículas experimentalmente medidas, y consideradas aquí como carburos de vanadio-titanio.

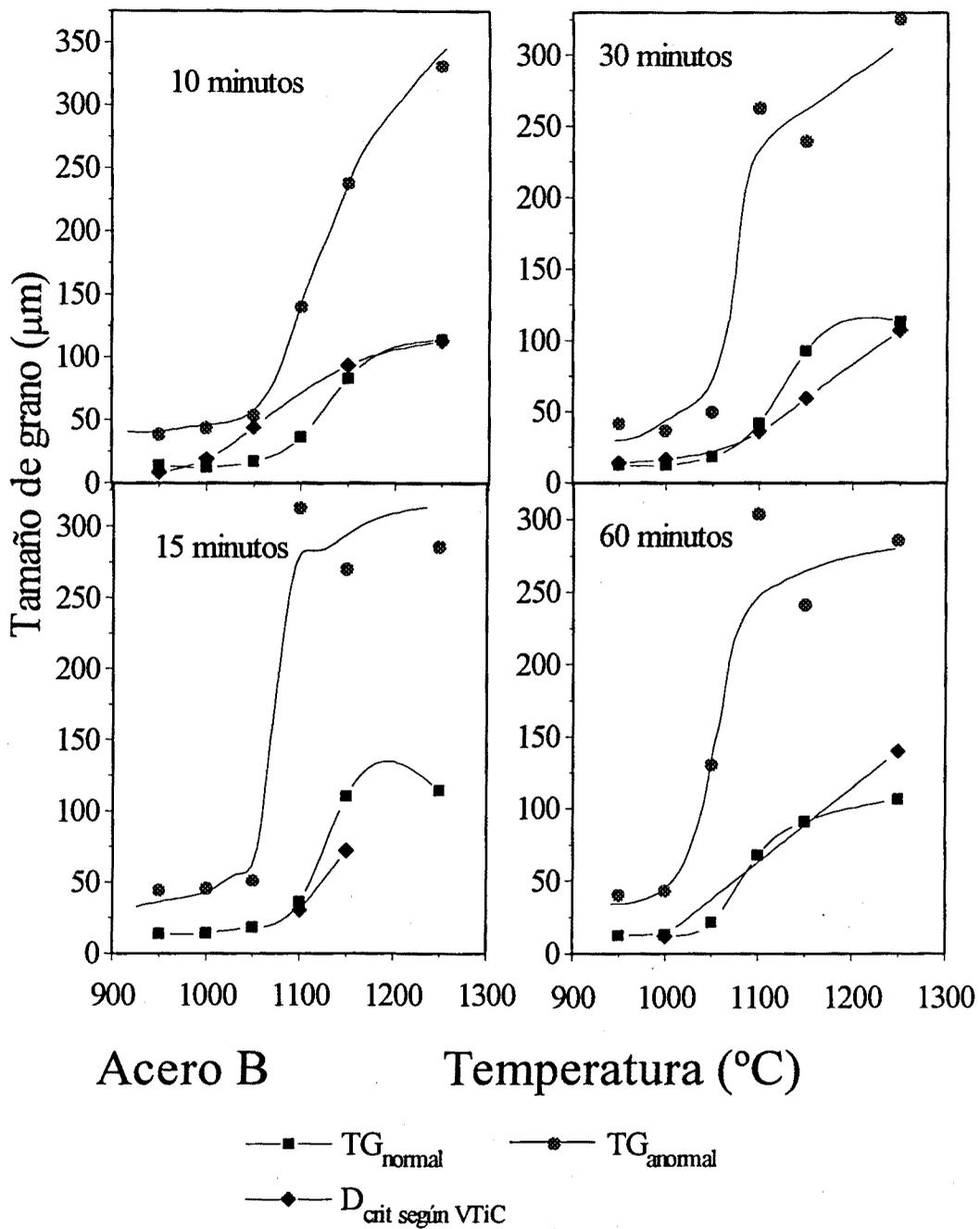


Figura 5.16. Evolución en el acero B de los diámetros críticos semi-experimentales, según el modelo de Rios, de las partículas experimentalmente medidas, y consideradas aquí como carburos de vanadio-titanio.

En las tablas 4.1 y 4.2 se puede comprobar que los precipitados cuboides tienen un tamaño entre 1000 y 2000Å independiente de la temperatura considerada. Tomando un tamaño medio de 1500Å y las fracciones de volumen de carbonitruros complejos a 1400°C ($f \approx 3 \cdot 10^{-4}$), se obtiene un tamaño de grano crítico según Rios de 84µm, valor cercano a los tamaños máximos detectados para los granos de la matriz cuando parece estancarse a altas temperaturas (1150 y 1250°C), lo cual confirma que tales precipitados en todo caso están ayudando a controlar el grano sólo a altas temperaturas.

A modo de conclusión final cabe decir que el tamaño de grano de la matriz sigue el tamaño de grano crítico de los carburos de vanadio-titanio, y que a altas temperaturas, pasa a ser el tamaño de grano crítico de los engrosados nitruros de titanio (principalmente) los que efectúan tal control, tal y como se representa en la Fig. 5.17.

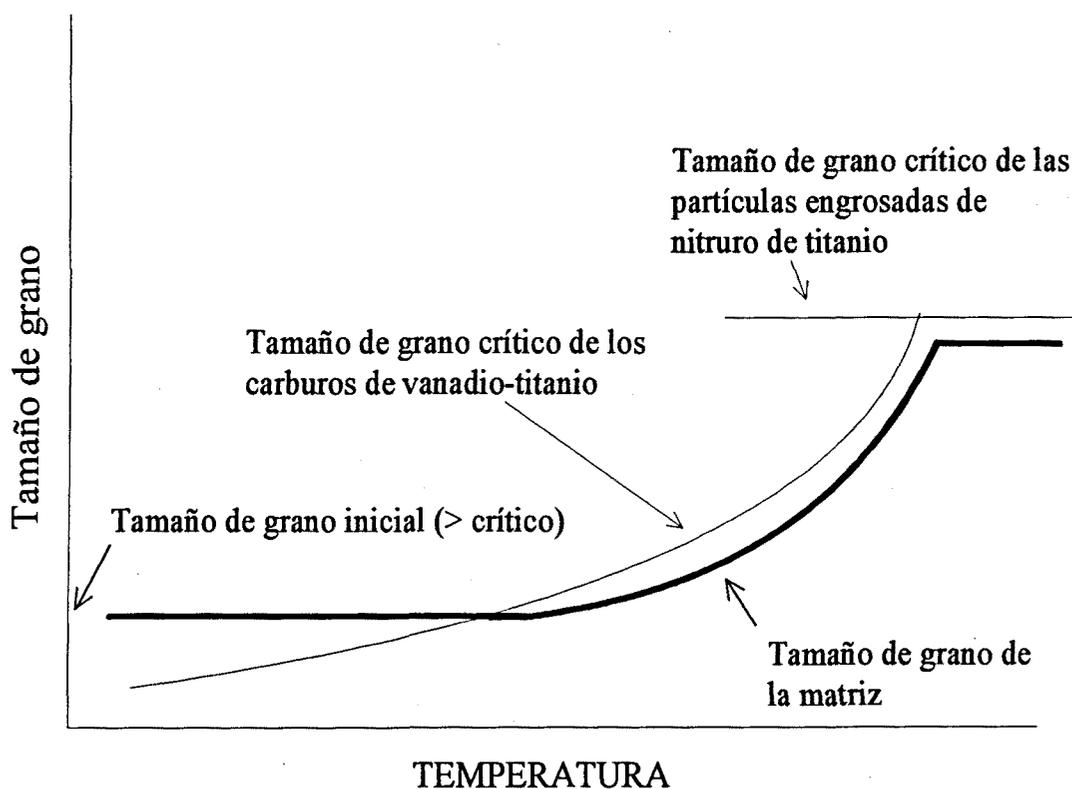


Figura 5.17. Explicación esquemática del comportamiento del tamaño de grano observado para los aceros considerados. Por claridad el tamaño de grano crítico y el tamaño de grano de la matriz se han dibujado ligeramente separados.

5.5.- EL CRECIMIENTO ANORMAL Y EL MAPA DE MODOS DE CRECIMIENTO.

El aspecto final que queda por corroborar es si la presencia de crecimiento anormal es correctamente prevista por el modelo propuesto por Rios, y si se verifican los distintos modos de crecimiento de grano observados. Rios indicaba que para que existiera crecimiento anormal se debía superar una heterogeneidad crítica (ec. (3.14)) que a su vez es función del tamaño de grano crítico. Así pues para cada condición de ensayo se determinó el trío de valores R_{max} , R_{med} y R_{crit} y sobre el mapa de heterogeneidad de Rios (ver Fig. 5.18) se colocaron los puntos experimentales, con indicación del modo de crecimiento de grano observado. Debe notarse que R_{max} corresponde al tamaño máximo de grano medido y que R_{crit} corresponde al tamaño de grano crítico teórico (fracciones de volumen y tamaños de precipitados determinados de forma teórica) establecido por los carburos de vanadio-titanio, excepto a alta temperatura (1150 y 1250°C) en cuyo caso corresponde a los nitruros de titanio (siguiendo las indicaciones de la Fig. 5.17). La observación de la Fig. 5.18 pone de relieve que para el acero A las predicciones fallan en líneas generales prediciendo anclaje cuando se observó crecimiento anormal moderado. Para el acero B en conjunto hay mejor acuerdo, aunque se observan algunas discrepancias en valores de crecimiento anormal. Muchos de los valores en desacuerdo corresponden curiosamente con zonas del diagrama de Rios en donde es virtualmente imposible el crecimiento anormal ($R_{med}/R_{crit} > 3$), especialmente en el acero A. La falta de un acuerdo perfecto no debe extrañar puesto que la propia determinación del tamaño de grano máximo está sujeta a una gran variabilidad experimental, según reconoce Rios^(65,66). Ello motivó en parte este estudio, pues el simple análisis de los valores máximos no demostraba claramente lo que ocurría y es por ello que se prefirió trabajar con el parámetro DR . Cabe también indicar una segunda fuente adicional de error en la Fig. 5.18, que no es otro que la determinación del tamaño de grano crítico. Aunque las predicciones teóricas explicaban razonablemente bien los tamaños de grano observados, el ajuste semi-empírico (fracciones de volumen teóricas y tamaños de precipitados experimentales) demostró un mejor ajuste, pues estos últimos valores son obviamente más reales que los supuestos por los modelos simplificados utilizados. Hay que concluir por lo tanto que teniendo en cuenta las posibles fuentes de error, el modelo de Rios parece predecir el comportamiento observado, especialmente cuando el crecimiento anormal es convencional, fallando cuando se observa un crecimiento anormal moderado.

El uso del parámetro DR , propuesto en este trabajo, tiene también la posibilidad de definir un mapa de modos de crecimiento, de modo similar a la Fig. 5.18, Ello se muestra con los resultados experimentales en la Fig. 5.19. Puede verse que valores de DR por encima de 2.5 corresponderían con crecimiento anormal. La mayoría de puntos experimentales caen dentro de la zona de anclaje ($R_{med} > R_{crit}$) y restaría comprobar si en este diagrama se posible crecimiento anormal cuando la matriz crece de forma normal ($R_{med} < R_{crit}$), como predice el modelo de Rios. En la Fig. 5.18 cabe indicar que sigue presente la posible fuente de error de la determinación de R_{crit} , aunque se ha eliminado de manera empírica el error proveniente de la determinación de R_{max} , lo cual haría al diagrama de la Fig. 5.18 más útil desde un punto de vista práctico.

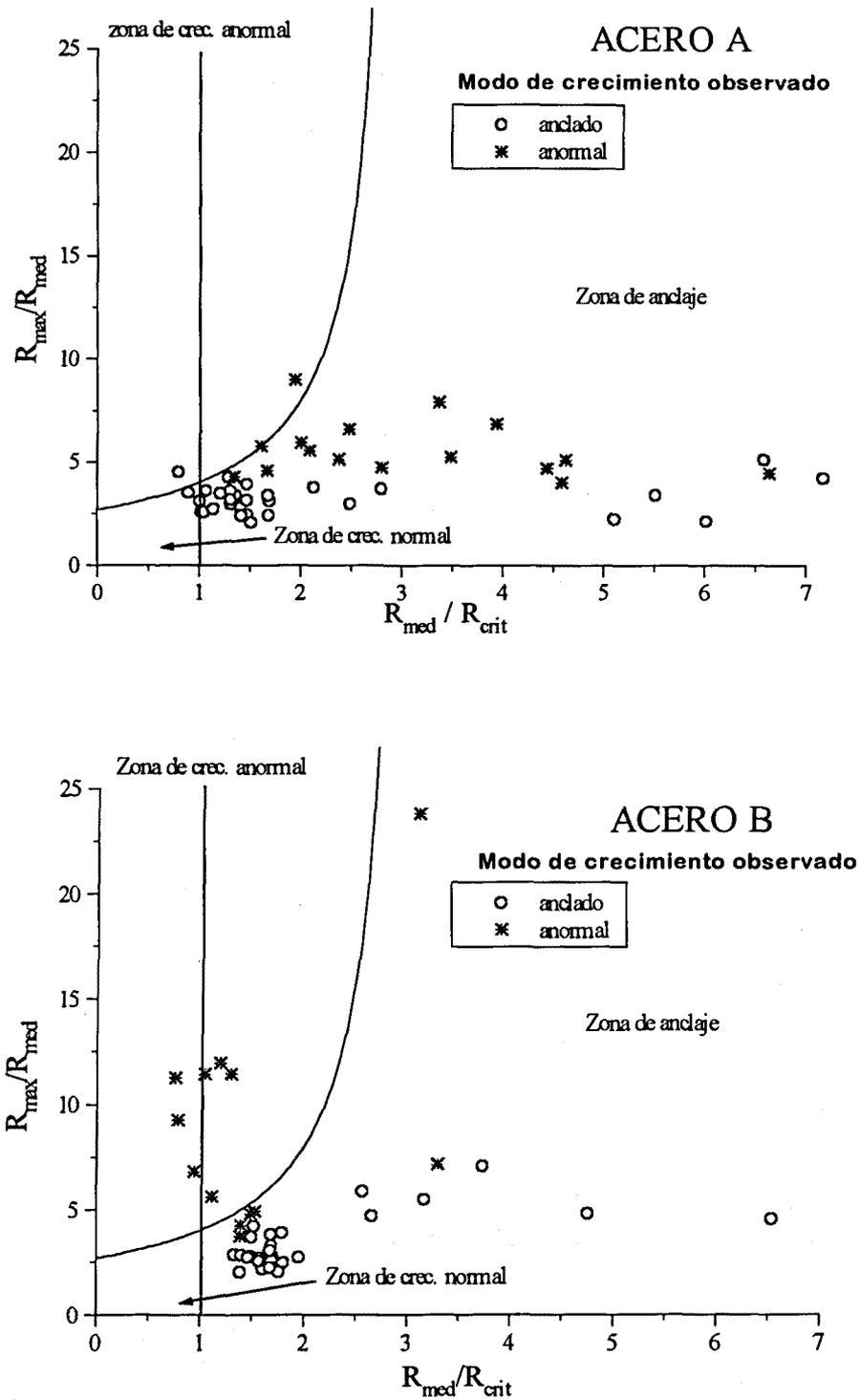


Figura 5.18. Mapa de modos de crecimiento de grano según Rios. Los puntos experimentales observados se añaden sobre el referido mapa.

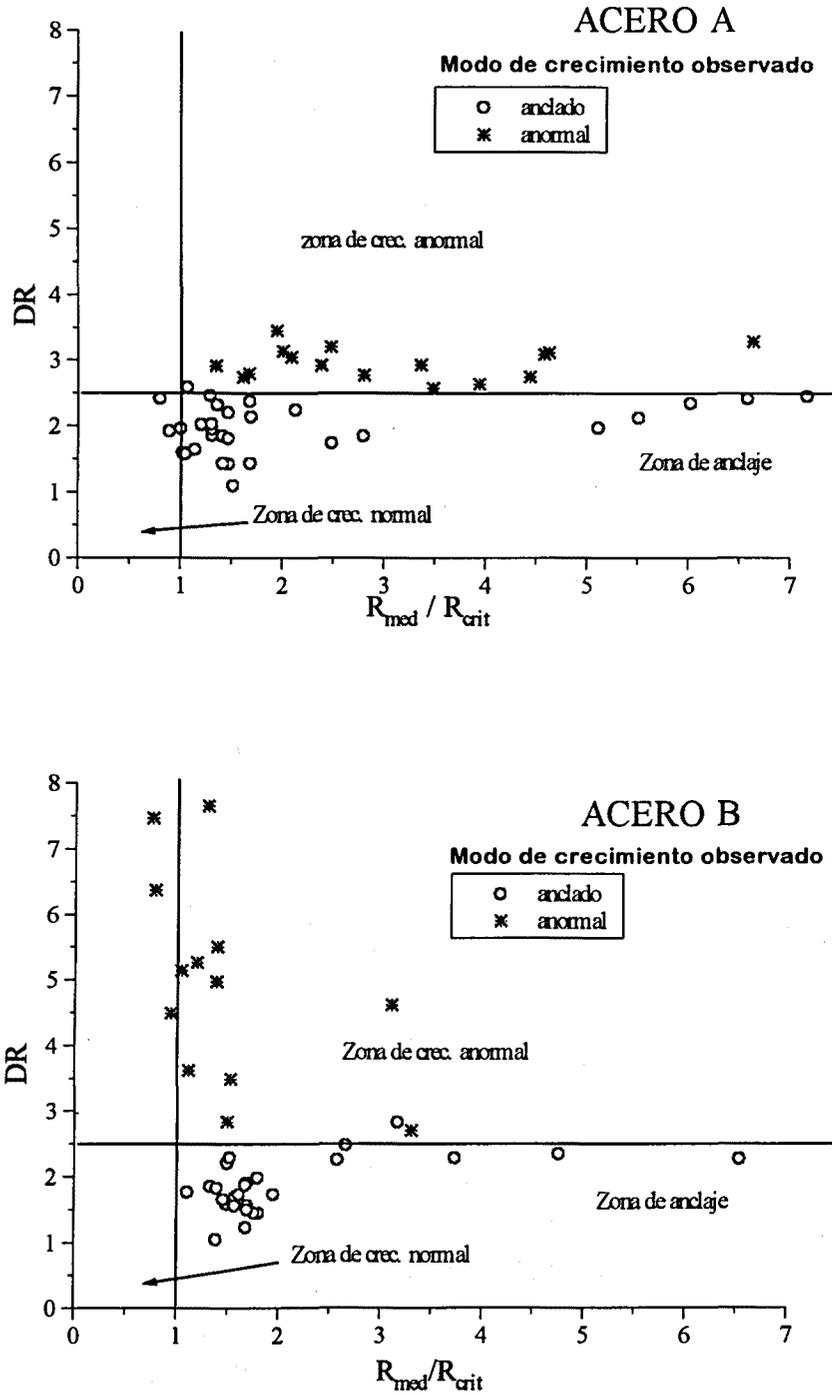


Figura 5.19. Mapa de modos de crecimiento de grano propuesto en este trabajo, mediante el uso del parámetro DR, que mide la heterogeneidad de la distribución de tamaños de grano. Los puntos experimentales observados se añaden sobre el citado mapa.

5.6.- CONCLUSIONES.

Las conclusiones definitivas de esta parte del estudio son:

- * El modelo termodinámico de precipitación en equilibrio predice con suficiente exactitud las fracciones en volúmenes de precipitados presentes.
- * El modelo de crecimiento de precipitados propuesto por Rios predice con razonable precisión los tamaños de partículas en aceros microaleados.
- * El tamaño de grano de la matriz está determinado por el tamaño de grano crítico de los carburos de vanadio-titanio presentes. Las ecuaciones de predicción de tamaño de grano de Gladman y de Rios se ajustan a los resultados observados.
- * El método de separación de las poblaciones de tamaño de grano para estudiar su heterogeneidad, a través del parámetro DR , se muestra eficaz en la detección de los tamaño de grano anormales, incluso cuando éstos son moderados. Cuando el parámetro DR es superior a 2.5, se aprecia crecimiento anormal.
- * La aparición del crecimiento anormal observado se debe a la disolución del nitruro de aluminio.
- * Las elevadas velocidades de calentamiento pueden trasladar a temperaturas de no equilibrio la aparición de crecimiento de grano anormal.
- * Las partículas de nitruro de vanadio-titanio se muestran ineficaces en controlar el tamaño de grano a relativas bajas temperaturas. En este sentido para poder aprovechar su potencial de control de grano deberían ser más pequeñas, lo cual puede conseguirse, bien disminuyendo la concentración inicial de titanio y/o nitrógeno, bien aumentando las velocidades de enfriamiento desde el baño líquido hasta la obtención final del producto.
- * Dado el carácter de mutua solubilidad que presentan los carbonitruros de los elementos de microaleación, no pueden calcularse las temperaturas de disolución de las distintas posibles compuestos presentes de modo aislado, sino que debe considerarse las interacciones que entre sí se efectúan. La adición o incremento de composición de un elemento químico debe analizarse a la luz de la resolución del sistema de ecuaciones propuesto en el capítulo III.
- * El sistema propuesto de análisis del tamaño de grano crítico, permite integrar todo el conjunto de ecuaciones de cara a poder minimizar el tamaño de grano de la matriz, o dicho de otro modo, a partir del tamaño de grano deseado se puede decidir que composición química para tal control es la más adecuada.

VI.- EL CONFORMADO EN CALIENTE.

Industrialmente es importante predecir la estructura que presentará un material tras ser sometido a un proceso termomecánico de conformado (i.e. forja o laminación). Como ya se ha comentado esto cobra especial importancia en los aceros microaleados donde las características mecánicas se consiguen al final del conformado y no es posible, desde un punto de vista de rentabilidad económica, acudir a tratamientos térmicos posteriores que provoquen la estructura deseada. Por ello es necesario conocer de antemano la metalurgia física involucrada en el proceso de conformado al que se está sometiendo el acero.

Todo proceso de conformado en caliente consta fundamentalmente de dos fenómenos que se combinan para determinar el comportamiento final. Dichos fenómenos son los de endurecimiento por deformación y los de ablandamiento debido a procedimientos dinámicos de recuperación. A continuación se efectúa un análisis de los mecanismos involucrados durante el endurecimiento, y durante los procesos dinámicos de ablandamiento, haciendo especial hincapié, para este último caso, en el papel que pueden jugar los elementos de microaleación. También se presentan las ecuaciones descriptivas de tales fenómenos y se introducen las ideas subyacentes en los modos de control de la deformación en caliente.

6.1.- ENDURECIMIENTO POR DEFORMACION.

Es bien conocido que la deformación plástica en los materiales (mono o policristalinos) ocurre por deslizamiento de dislocaciones, al menos en el rango de temperaturas desde

0.1 a $0.5 T_{\text{fusión}}$. A temperaturas inferiores puede ocurrir la deformación por maclas, y a temperaturas superiores tiene lugar el deslizamiento de granos y procesos de fluencia controlados por difusión, como la escalada de dislocaciones. Esto último también puede ocurrir en el rango intermedio de temperaturas y si bien su contribución al endurecimiento por deformación puede no ser significativa sí es importante el papel que juega en los procesos de restauración y recristalización.

También es de amplia aceptación que el endurecimiento por deformación es consecuencia de que una fracción de las dislocaciones móviles que produce la deformación no afloran a la superficie, no se absorben en los límites de grano y no se aniquilan entre sí. Por contra se almacenan en el cristal o reaccionan entre ellas para formar nuevos obstáculos.

Una primera aproximación, por lo demás clásica, al estudio del comportamiento a deformación de los materiales cristalinos es el análisis de la curva de fluencia del mismo. Durante la deformación de un monocristal la curva de tensión de cizalladura vs. deformación de cizalladura (Fig. 6.1) presenta, además de la zona elástica, al menos tres zonas en el rango plástico⁽⁸³⁾:

*La región elástica: se caracteriza por la ausencia de movimiento de las dislocaciones, puesto que no se ha sobrepasado la fuerza de Peierls necesaria para moverlas. Al retirar la fuerza el material vuelve a su posición inicial.

*Zona I: también conocida como zona de deslizamiento fácil. Sólo se observa en monocristales muy puros y se caracteriza porque únicamente actúa el sistema de deslizamiento primario, las dislocaciones se mueven "paralelas" y no interactúan entre sí. Esta zona presenta una velocidad de endurecimiento por deformación, θ_I , que es relativamente insensible a variables externas como temperatura y velocidad de deformación, oscilando entre los siguientes valores: $2 \cdot 10^{-4} < \theta_I/G < 2 \cdot 10^{-3}$ (siendo G el módulo de cizalladura).

*Zona II: conforme la deformación progresa comienzan a operar otros sistemas de deslizamiento (primario+secundario). Las dislocaciones se cruzan (produciéndose "jogs") y se anclan, o interactúan (atrayéndose o repeliéndose). Cada vez hace falta más fuerza para moverlas. En esta zona, caracterizada por una relación lineal entre la tensión y la deformación, se observa que la pendiente, θ_{II} , es casi insensible a la temperatura ($3 \cdot 10^{-3} < \theta_{II}/G < 6 \cdot 10^{-3}$) y al resto de variables. Se conoce a esta etapa como endurecimiento por conformado atómico.

*Zona III: en esta zona comienzan a aparecer los fenómenos de ablandamiento por reordenación y aniquilación de dislocaciones, de modo que el material disminuye su velocidad de endurecimiento con la deformación, θ_{III} , hasta alcanzar un estado de saturación y velocidad de endurecimiento nula. Esta zona es altamente dependiente de la temperatura, la velocidad de deformación y de la energía de falla de apilamiento del material en cuestión.

En la práctica a medida que se eleva la temperatura y las energías de falla de apilamiento son suficientemente bajas, la zona lineal II tiende a ser menos pronunciada y de hecho no aparece, iniciándose la deformación directamente en la zona III, que será la de verdadero interés práctico en este trabajo y que a continuación se analizará con más rigor. Cabe decir que, a partir de la región III y por aparición de fenómenos como la recristalización dinámica, pueden surgir zonas adicionales en la curva de la Fig.6.1.

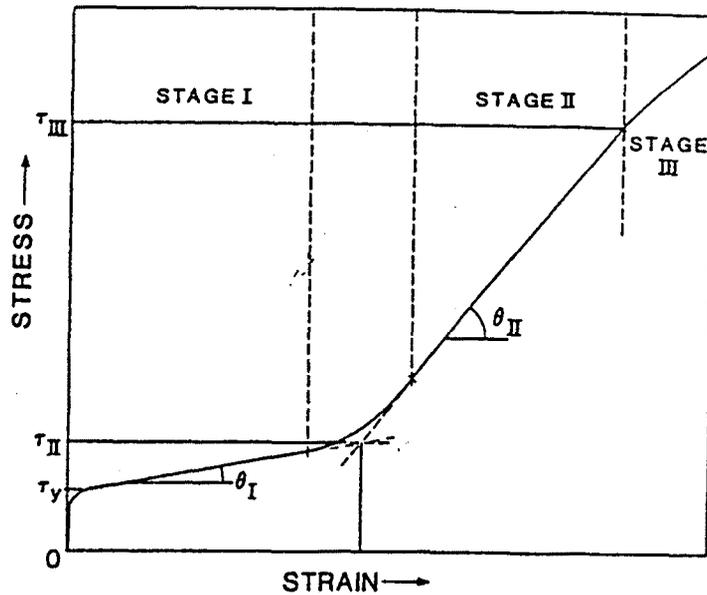


Figura 6.1. Representación esquemática de las etapas de endurecimiento de materiales cristalinos.

6.2.- LOS MECANISMOS DE ABLANDAMIENTO

Durante la deformación en caliente de las aleaciones metálicas la curva de verdadero esfuerzo - verdadera deformación usualmente alcanza un valor de saturación debido a la compensación simultánea entre los mecanismos de endurecimiento y los de ablandamiento. Los fenómenos de ablandamiento que tienen lugar en condiciones dinámicas, esto es, concurrentes con la deformación, son los de restauración y recristalización⁽⁸⁴⁾.

a) Restauración dinámica:

Conlleva la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de subgranos, que no son más que celdas de densidad de dislocaciones relativamente bajas, rodeados de límites de alta densidad de dislocaciones. Es el llamado enmarañamiento de las dislocaciones. Todo ello sin llegar a formarse verdaderos nuevos granos. Tiene lugar en materiales de alta energía de falla de

apilamiento (usualmente todos los BCC). El proceso de restauración dinámica en tales materiales es muy rápido, disminuyendo la velocidad de endurecimiento por deformación por aumento de la velocidad de aniquilación de dislocaciones, que a su vez es proporcional a la propia densidad. Todo ello da lugar a la fluencia de estado estable, puesto que en otras palabras, se generan tantas dislocaciones como se destruyen, desarrollándose una subestructura a su vez estable.

b) Recristalización dinámica:

Por contra en materiales de moderada o baja energía de falla de apilamiento (generalmente todos los FCC), como es el caso de la austenita en los aceros, la restauración dinámica progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación; eventualmente las diferencias locales en densidad son suficientemente altas como para permitir la migración de límites de grano y por tanto permitir la nucleación de la recristalización durante la deformación. Tal recristalización dinámica provoca la eliminación de gran número de dislocaciones por migración de límites de grano, y esto a su vez da lugar a un proceso de fluencia estable.

Aunque en esencia la recristalización estática y dinámica producen un ablandamiento en el material, deben mantenerse como fenómenos no coincidentes. Así en la Fig. 6.2 se muestra gráficamente la diferencia que existe entre la recristalización estática (la recristalización se produce después de las operaciones de conformado, produciéndose nuevos granos libres de dislocaciones, que a continuación crecerán) y la recristalización dinámica (los nuevos granos nucleados vuelven a tener una densidad de dislocaciones similar, de ahí que los efectos de endurecimiento por deformación queden compensados por los de la recristalización y de nuevo se sature la resistencia del material).

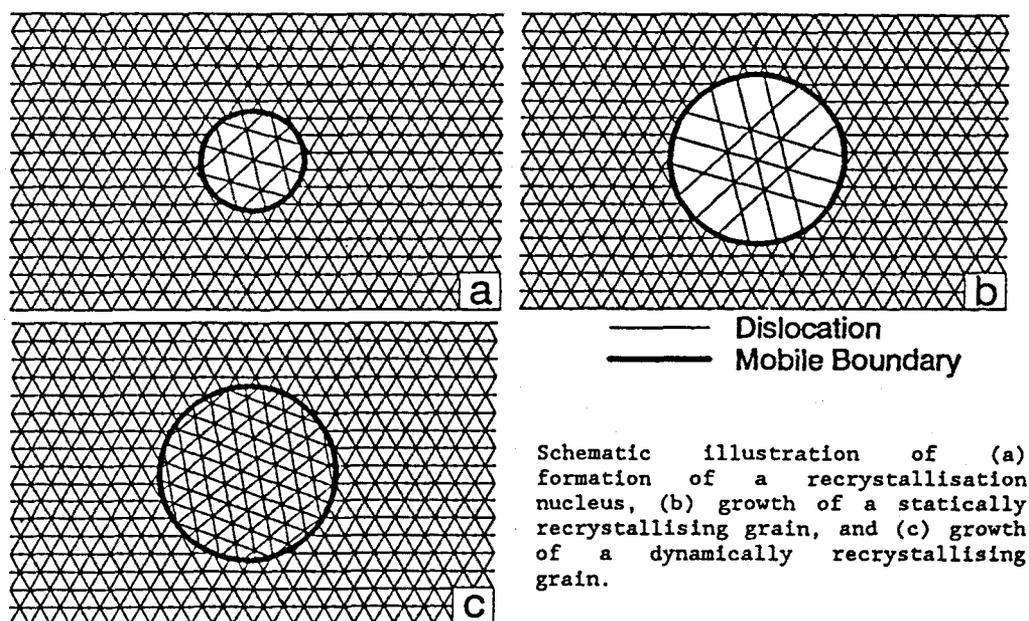


Figura 6.2. Diferencias microestructurales entre la recristalización estática y dinámica.

En la Fig.6.3 se representan las curvas de fluencia que se observan para cada uno de los diferentes mecanismos de ablandamiento mencionados (restauración y recristalización dinámicas), así como los distintos tipos de recristalización dinámica tradicionalmente observados: cíclica y de pico simple.

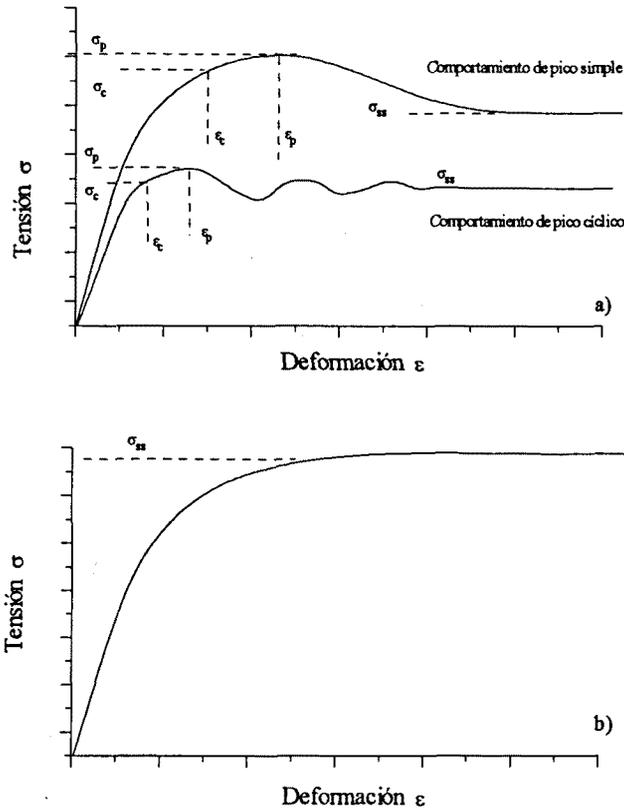


Figura 6.3. Forma de las curvas de fluencia en condiciones de conformado en caliente y a velocidad de deformación verdadera constante, a) para el caso de restauración más recristalización dinámicas y b) para el caso de sólo restauración dinámica.

6.3.- LA RECRISTALIZACION DINAMICA

Aunque en literatura científica⁽⁸⁴⁻⁸⁷⁾ pueden encontrarse excelentes revisiones sobre la recristalización dinámica, a continuación se subrayarán aquellos aspectos más interesantes de la misma.

Las primeras investigaciones del comportamiento metálico bajo condiciones de velocidad de deformación verdadera constante, fueron publicados por Rossard y Blain^(88,89) en 1958, dando unas explicaciones más exactas del fenómeno asociado a la recristalización dinámica, ya registrado a principios de los años 20, en estudios de fluencia en caliente ("creep") de plomo.

La aproximación clásica a la recristalización dinámica estudia la transición entre la recristalización cíclica (las ondulaciones de la Fig. 6.3) y la de pico simple desde el punto de vista de las características mecánicas. Como puede apreciarse en la Fig. 6.4 la transición entre ellas depende de la velocidad de deformación y/o de la temperatura. El análisis clásico sin embargo, presta poca atención a las características de los procesos microestructurales involucrados en este fenómeno, las cuáles han sido analizadas más recientemente, poniendo de relieve que picos simples en la curva suponen afino de grano, mientras que picos múltiples indican crecimiento de grano.

6.3.1.- APROXIMACION CLASICA A LA RECRISTALIZACION DINAMICA

Está ampliamente reconocido que es necesario una mínima deformación, la deformación de incubación ϵ_c , para el inicio de la recristalización, deformación asociada a la mínima densidad de dislocaciones necesaria para promover la nucleación de la recristalización. Adicionalmente es necesaria una cantidad de deformación ϵ_x , para completar la recristalización y alcanzar el estado de fluencia estable. Los análisis de Luton y Sellars⁽⁹⁰⁾, circunscritos a los aspectos mecánicos de la recristalización dinámica, mostraron que la transición de comportamiento periódico a continuo está asociado con las diferentes dependencias de ϵ_c y ϵ_x con la velocidad de deformación y con la temperatura (por cuestiones prácticas ϵ_c se aproxima por ϵ_p , deformación correspondiente al máximo de tensión).

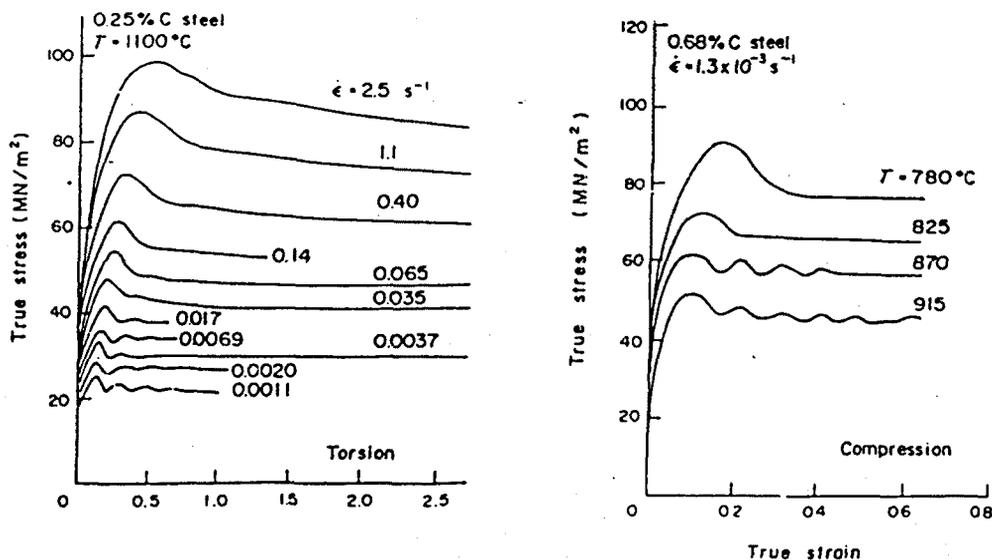


Figura 6.4. Ilustración de la dependencia con la temperatura y velocidad de deformación de la aparición de picos simples o múltiples en la recristalización dinámica⁽⁸³⁾.

Sobre la base de ensayos de torsión de níquel, Luton y Sellars mostraron que cuando $\epsilon_p > \epsilon_x$ (i.e. a bajas velocidades de deformación y altas temperaturas) la recrystalización es cíclica, y que cuando $\epsilon_p < \epsilon_x$ (i.e. a altas velocidades de deformación y bajas temperaturas) la recrystalización es continua y de pico simple. Las conclusiones de su estudio quedan bien patentes en la Figura 6.5, debiendo hacerse dos observaciones de particular relevancia:

a) Cuando $\epsilon_c > \epsilon_x$ todo el material en la Fig. 6.5.a obedece a una ley de ablandamiento individual. La nucleación de todos los nuevos granos ocurre a ϵ_c , y el crecimiento de estos granos está restringido al intervalo ϵ_x . No tienen lugar sucesos de nucleación durante ϵ_x y el crecimiento ha acabado substancialmente antes de que la recrystalización se inicie de nuevo.

b) Cuando $\epsilon_c < \epsilon_x$ el material en la Fig. 6.5.b puede dividirse en muchas fracciones de volumen. Suponiendo por simplicidad que la recrystalización dinámica se inicia a ϵ_c en todos los granos, es obvio que antes de que se complete la recrystalización, las regiones que primero recrystalizaron alcanzan la deformación crítica para una segunda nucleación. De esta forma más de un ciclo de recrystalización está teniendo lugar en el material al mismo tiempo, cada uno de los cuales está una etapa diferente del proceso de recrystalización. Durante la etapa de fluencia de estado estable, hay una distribución equilibrada de regiones con diferente deformaciones que varían entre cero y ϵ_c , dando lugar a una tensión media de fluencia constante.

Aunque representó un significativo avance, el modelo de Luton y Sellars tiene una serie de limitaciones. La principal consiste en que la alternancia de ciclos de recrystalización y de endurecimiento se suceden indefinidamente, mientras que experimentalmente la curva deja de ser cíclica al cabo de entre dos y ocho ciclos.

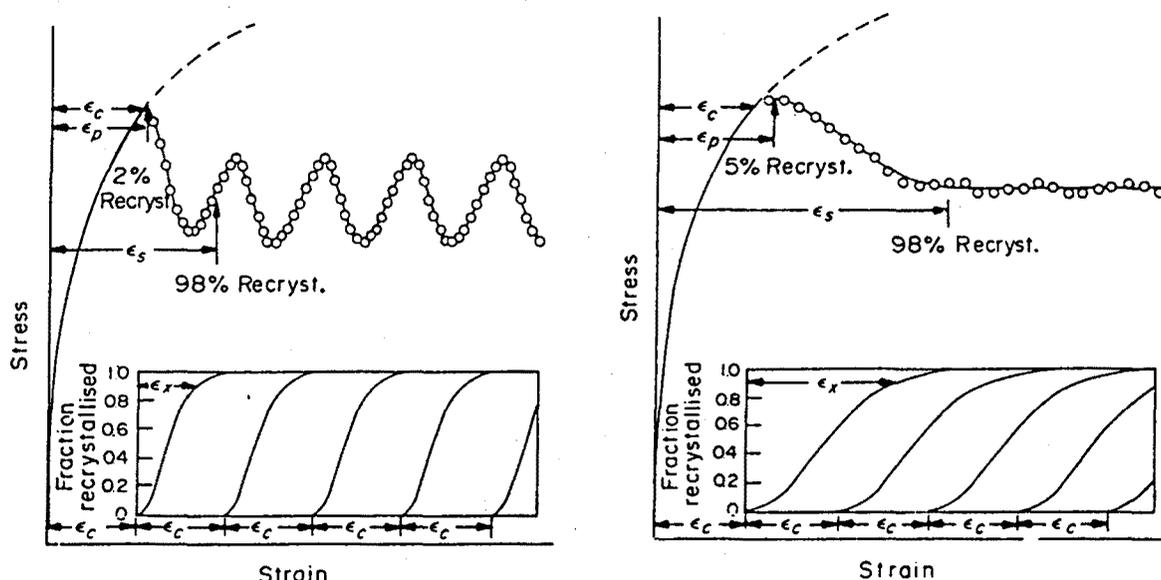


Figura 6.5. Modelo de Luton y Sellars para explicar la forma de las curvas de fluencia cuando tiene lugar la recrystalización dinámica⁽⁹⁰⁾.

Para solventar algunos de estos problemas se han propuesto modelos más complejos asumiendo que:

a) La deformación crítica para los segundos y subsiguientes ciclos de recristalización es significativamente más pequeña que la deformación crítica ε_c inicial.

b) La deformación local de recristalización ε_x^* asociada a una fracción de volumen particular del material, es considerablemente más pequeña que la deformación de recristalización macroscópica ε_x (definida como la deformación de estado estable menos la deformación de pico ε_p).

6.3.2.- APROXIMACION MICROESTRUCTURAL A LA RECRISTALIZACION DINAMICA.

Más recientemente y con el desarrollo de técnicas de alta velocidad de enfriamiento han podido correlacionarse las observaciones clásicas de la curva de fluencia con el comportamiento microestructural de la aleación en cuestión. Así se observa, como ya se ha comentado, que cuando el comportamiento es de picos cíclicos tiene lugar crecimiento de grano, respecto al grano de partida, mientras que la recristalización de pico simple produce afinamiento de grano. La transición entre ambos comportamientos se observa cuando el tamaño de grano inicial es dos veces superior al tamaño de grano que se produce en el estado estable.

Se ha comprobado que la nucleación de la recristalización dinámica tiene lugar de manera similar independientemente de si la recristalización es de pico simple o cíclica. La nucleación preferencial se efectúa sobre o cerca de límites de grano, aunque también puede ocurrir en bandas de deformación, maclas, o inclusiones, especialmente si el grano es grande.

Sin embargo los mecanismos de crecimiento para ambos casos difieren. Así en el caso de recristalización de pico simple la nucleación ocurre a lo largo de límites de grano existentes y se le conoce como nucleación en forma de collar ("necklace") (véase la Fig. 6.6). Cuando el tamaño de grano inicial es superior al producido por la recristalización lo que en realidad acontece es la aparición de diferentes frentes de "necklace", cada uno de los cuales se va parando por restricciones impuestas por la deformación concurrente. El crecimiento de los granos recién recristalizados cesa, pues a la fuerza motriz para el crecimiento de los granos se oponen las dislocaciones generadas por el endurecimiento por deformación. El frente de recristalización (ondas de "necklace") progresa en el grano mientras quede grano sin recristalizar. La respuesta global es una curva de pico simple (véase la Fig. 6.7) pues a cualquier nivel de deformación promedio, granos diferentes están en distintas etapas de recristalización, dando lugar a un valor de fluencia en promedio constante. Se dice entonces que el tamaño de grano estable de recristalización está controlado por crecimiento.

En el caso de recristalización cíclica, en que el tamaño de grano inicial es inferior al estable de recristalización no se observa el mecanismo de nucleación por necklace. En esta situación la velocidad de nucleación es relativamente alta, debido a la gran densidad de límites de granos. Los nuevos granos terminan su crecimiento por choque entre ellos como en la recristalización clásica. Una vez todo el material recristaliza todavía son posible nuevos ciclos de recristalización de los nuevos granos. El proceso se atenúa en cuanto los tamaños de grano finales de cada ciclo de recristalización son similares a los de estado estable. De esta manera ocurre el crecimiento de grano y se observa la recristalización cíclica, que termina amortiguándose además por una progresiva desincronización de la recristalización. Para este caso se dice que el tamaño de grano de recristalización está controlado por nucleación.

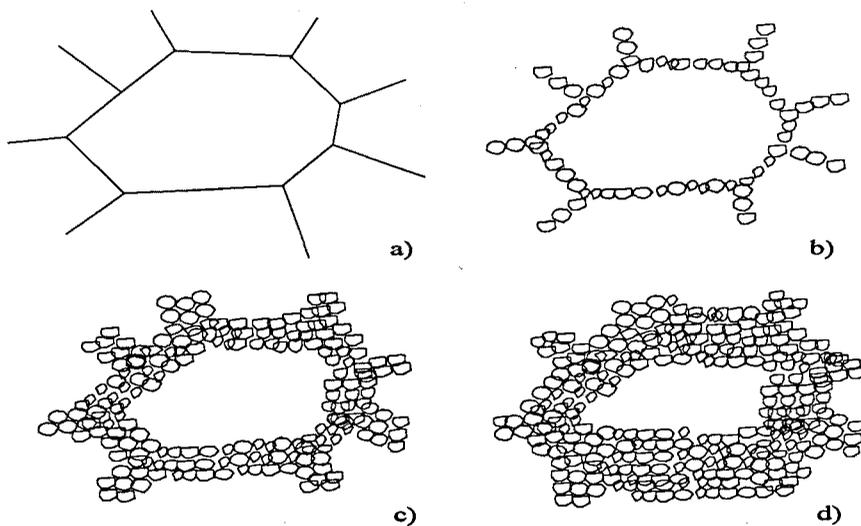


Figura 6.6. Mecanismo de nucleación en collar de la recristalización dinámica de pico simple. Evolución de los frentes de "necklace" a medida que la deformación progresa y obtención de afino de grano.

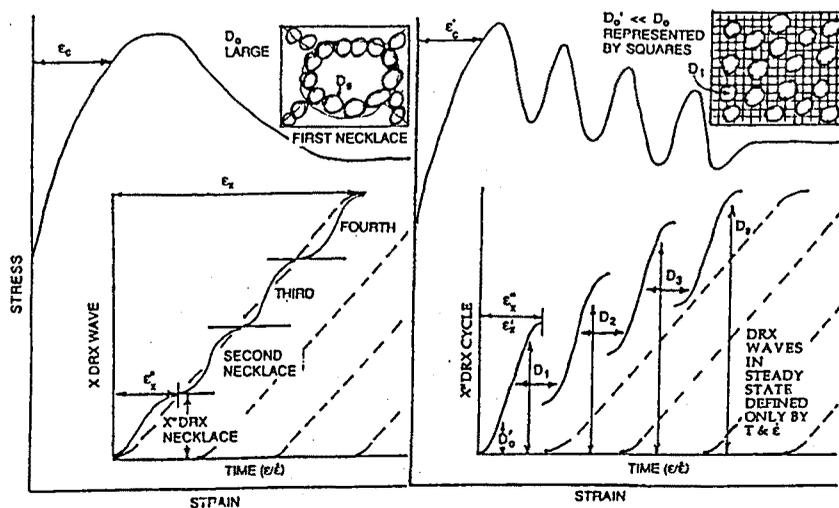


Figura 6.7. Diferencia de los mecanismos de nucleación en la recristalización cíclica y de pico simple, y efecto del tamaño inicial de grano sobre la transición entre ambas.

VI. El conformado en caliente.

Experimentalmente se ha observado que el tamaño de grano recristalizado depende del parámetro de Zener-Hollomon Z , o velocidad de deformación corregida por la temperatura, el cual se define como:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (6.1)$$

donde Q es una energía de activación para deformación, R la constante de los gases, T la temperatura y $\dot{\epsilon}$ la velocidad de deformación.

En concreto la relación observada responde a una ecuación del tipo siguiente:

$$d_{rec} = K_d \cdot Z^{-n_d} \quad (6.2)$$

siendo d_{rec} el tamaño de grano recristalizado, y K_d y n_d constantes del material.

Como la transición entre recristalización cíclica y de pico simple ocurre cuando el tamaño de grano inicial es igual a dos veces el tamaño de estado estable puede definirse el mapa de modos de recristalización dinámica como se representa en la Fig.6.8. En dicho mapa puede apreciarse como en ensayos verticales (tamaños de grano inicial constante), por otro lado los habituales, el engrosamiento de grano ocurre en condiciones de bajos valores de Z (i.e. bajas $\dot{\epsilon}$ y altas T), mientras que el afino de grano ocurre a altos valores de Z ($\dot{\epsilon}$ altas y T bajas). Pero el mismo gráfico muestra como es posible que para un mismo valor de Z , en función del tamaño de grano inicial, se pueda obtener un comportamiento de pico simple (y afino de grano) o cíclico (crecimiento de grano). Esto equivale a ensayos horizontales sobre el gráfico de la Fig. 6.8, y han podido verificarse en la práctica⁽⁸⁵⁻⁸⁷⁾.

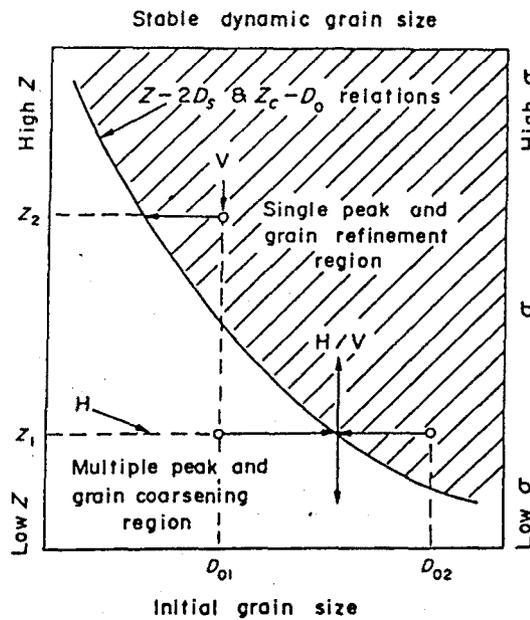


Figura 6.8. Mapa de modos de recristalización en función del parámetro de Zener-Hollomon y del tamaño de grano inicial^(85,86).

Aunque la recristalización dinámica es un hecho bien contrastado, y algunas observaciones como las de afino de grano o crecimiento del mismo, en función del tipo de recristalización, son incuestionables, no ha podido sin embargo desarrollarse un modelo completamente aceptado, siendo hoy en día un tema en clara discusión. Prueba de ello son la gran cantidad de diferentes modelos de recristalización dinámica que pueden encontrarse en literatura⁽⁹⁰⁻¹⁰³⁾.

A modo de resumen cabe decir que está ampliamente admitido que:

* Es necesaria una deformación mínima para producir recristalización dinámica. Esta deformación es inferior a la correspondiente al máximo de tensión σ_p . En consecuencia σ_c (tensión asociada a ε_c) es inferior a σ_p , pero las reducidas velocidades de endurecimiento en la vecindad del pico justifican desde un punto de vista práctico igualar σ_c con σ_p , e incluso ε_c con ε_p .

* Para un rango de condiciones dado, y a pesar de corresponder para cada caso a una deformación ε_p diferente, la tensión máxima σ_p depende del parámetro de Zener-Hollomon, Z .

* En condiciones de deformación en caliente, ε_c disminuye con valores decrecientes de Z , alcanzando una cierta saturación a valores bajos de Z .

* El tamaño de grano recristalizado dinámicamente y la tensión de estado estable son independientes del tamaño de grano inicial, y dependen solamente de Z .

* La cinética de recristalización dinámica se acelera significativamente con tamaños de grano iniciales finos (mayor facilidad de nucleación a través de la mayor densidad de límites de grano) reflejándose notablemente en el valor de ε_p mediante una disminución en la misma. Experimentalmente se verifica la siguiente relación:

$$\varepsilon_p = K_1 \cdot d_o^n \cdot Z^m \quad (6.3)$$

donde d_o es el tamaño de grano inicial, y K_1 , n y m son constantes del material.

* Existe una clara relación lineal entre el tamaño de grano recristalizado d_{rec} y la tensión de estado estable σ_{ss} . Recientes estudios y modelos desarrollados⁽¹⁰⁴⁻¹⁰⁶⁾ en base a considerar un balance entre la velocidad de formación de subestructuras de deformación y la velocidad media de los límites de grano recristalizados, muestran que σ_{ss} y d_{rec} se pueden relacionar del siguiente modo:

$$\frac{\sigma_{ss}}{\mu} \left(\frac{d_{rec}}{b} \right)^{2/3} = K_2 \quad (6.4)$$

siendo μ el módulo de cizalladura, b el vector de Burgers y K_2 una constante que oscila entre 1 y 10.

6.4.- FENOMENOS DE ABLANDAMIENTO DESPUES DE LA DEFORMACION EN CALIENTE.

Cuando la deformación crítica ε_c para producir recristalización dinámica se sobrepasa durante la conformación en caliente y la deformación se interrumpe, se observa un tipo de recristalización estática que no tiene analogía con la recristalización estática clásica. A esta recristalización se le conoce con el nombre de metadinámica o postdinámica, y fue observada primero por Djaic y col⁽¹⁰⁷⁾. Este tipo de recristalización no necesita periodo de incubación (en eso se diferencia de la recristalización clásica) puesto que los núcleos ya están presentes, heredados de la recristalización dinámica, que ya ha tenido lugar al aplicar deformaciones superiores a ε_c . Algunos de los granos formados por la recristalización dinámica ya están migrando y sobrepasando regiones libres de deformación. Estos granos son núcleos estáticos sin intervalo de incubación. La cinética de la recristalización metadinámica, dada la ausencia de la etapa de nucleación es muy superior a la de la estática y se ha observado experimentalmente que produce un tamaño de grano superior al de la recristalización dinámica, pero inferior al de la estática clásica^(87,108,109).

Adicionalmente es posible que los fenómenos de restauración y recristalización estática clásicas se presenten una vez acabada la etapa de conformado. Ello es posible por la misma razón anterior, la desincronización de la recristalización dinámica. Es posible que existan regiones sin núcleos dinámicos, con lo que una vez interrumpida la deformación puede tener lugar la nucleación convencional para la recristalización estática clásica.

La aparición simultánea de todos estos tipos de ablandamiento (i.e. restauración y recristalización dinámica, recristalización metadinámica y restauración y recristalización estática), con un tamaño de grano propio en cada caso, puede dar lugar a que en procesos de conformado de múltiples etapas se observe una amplia heterogeneidad en tamaño de grano final, al que hay que añadir la posibilidad del posterior crecimiento de grano.

6.5.- INFLUENCIA DE LOS ELEMENTOS DE ALEACION SOBRE LA RECRISTALIZACION DINAMICA.

Como ha quedado claro en apartados anteriores, en materiales que recristalizan dinámicamente la deformación de pico ε_p (o bien ε_c) depende de la temperatura, la velocidad de deformación y de la estructura del material (i.e. del tamaño de grano). Sin embargo un cuarto factor no citado y que se revelará de gran importancia es el efecto que los elementos aleantes y microaleantes tienen sobre tal deformación crítica.

Bien conocido es el efecto retardador que sobre la cinética de la recristalización estática tienen las partículas precipitadas, por un mecanismo similar al de la limitación del crecimiento de grano (i.e. limitación del movimiento del límite de grano). También es claro el efecto retardador que los elementos en solución sólida pueden jugar bajo las mismas condiciones, aunque la razón del retardo en tal caso es más compleja, siendo

debido a mecanismos de arrastre de soluto, el cual parece provenir de interacciones entre las capas de electrones de los distintos átomos presentes^(14,17). Bajo condiciones dinámicas se observa un efecto de interacción similar, pero con la adición de la interacción que juega la propia deformación sobre la cinética de precipitación.

En condiciones de ausencia de efectos de aleación, el comportamiento de ϵ_p frente a la velocidad de deformación es el representado en la Fig. 6.9. Como antes se apuntó, la deformación crítica necesaria para obtener recristalización dinámica va disminuyendo a medida que la velocidad de deformación decrece, en condiciones isotérmicas y de idéntico tamaño de grano inicial.

Si a la aleación de la Fig. 6.9 es posible añadirle elementos en solución sólida se observa como la curva previa sufre una traslación hacia valores de mayores deformaciones. Cuando además el elemento añadido es capaz de precipitar (como los microaleantes) junto con la deformación concurrente, se produce un efecto adicional de retardo, de modo que son necesarias de nuevo mayores deformaciones para producir la recristalización. Una vez que la precipitación es completa, los precipitados tienden a crecer y por lo tanto a disminuir su efecto de anclaje sobre el movimiento de los límites de grano, por ello desaparece el incremento de deformación necesario, y eso produce los abultamientos intermedios en la Fig. 6.9.

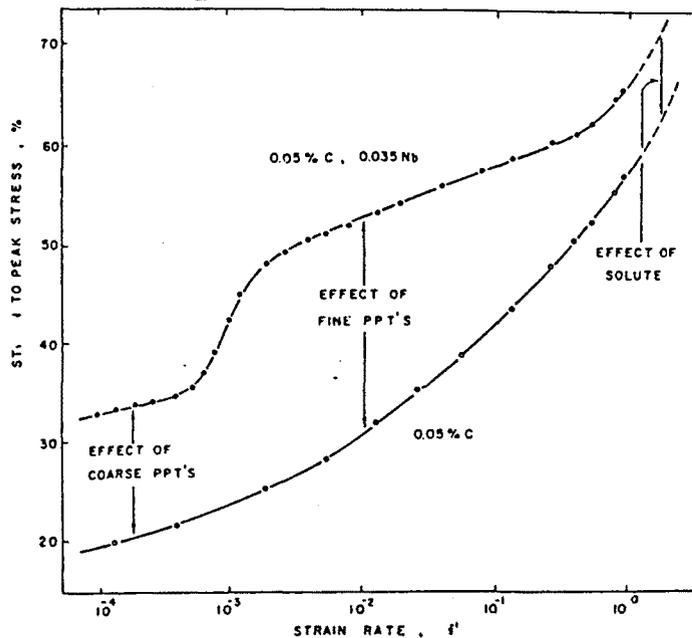


Figura 6.9. Efecto del soluto y los precipitados sobre la deformación necesaria para recristalización dinámica.

6.5.1.- EFECTO DE ELEMENTOS EN SOLUCION SOLIDA

La influencia sobre la recristalización de los distintos elementos químicos en solución sólida que entran en la composición de los aceros microaleados (vanadio, titanio, aluminio y niobio) ha recibido considerable atención en literatura, especialmente en lo que a aceros HSLA se refiere. Así Cuddy⁽¹³⁾ en un completo análisis con diferentes monoadiciones de microaleantes demostró que cantidades crecientes del elemento en

solución sólida aumentaban la temperatura de no-recristalización en condiciones de deformación en caliente. Observó igualmente que el orden de efectividad era niobio, titanio, aluminio y vanadio, siendo especialmente importante el efecto del niobio (véase la Fig. 6.10). Similares resultados han sido reportados por Jonas y col.^(14,15,17,110,111)

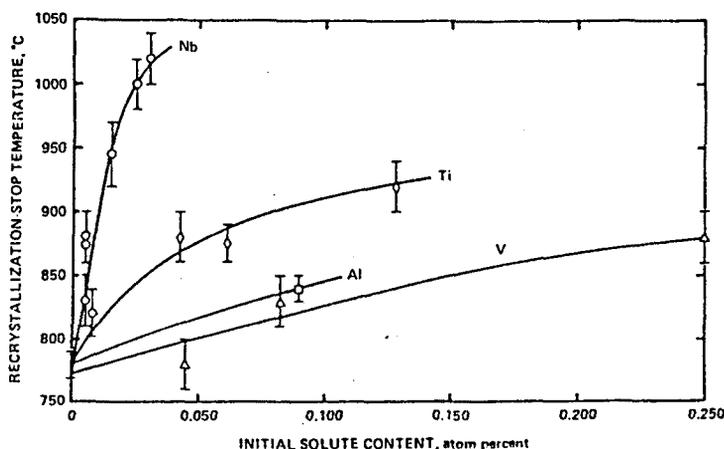


Figura 6.10. Aumento de la temperatura de no recristalización con el aumento de la concentración en solución sólida de los elementos microaleantes, para un acero de 0.07%C, 1.4%Mn y 0.75%Si⁽¹³⁾.

Todos los estudios muestran que el niobio tiene un efecto especialmente significativo en retrasar la recristalización, efecto que se aprovechará en mejorar el control de la deformación como más adelante se comentará. El efecto de retardo del niobio puede evaluarse no sólo en temperaturas, como hace Cuddy, sino también en tiempos, como hace Jonas, demostrando que la recristalización de la austenita microaleada con niobio tiene una cinética de casi dos órdenes de magnitud más lenta que la de la austenita sin microalea.

Sin embargo elementos como el manganeso y el silicio no parecen tener una gran influencia directa en el retraso de la recristalización, por lo que a su efecto como elementos en solución sólida se refiere. No obstante como más adelante se comprobará si pueden tener un cierto efecto indirecto.

6.5.2.- EFECTO DE LA PRECIPITACION.

Es este apartado uno de los que ha recibido una mayor atención experimental durante la década de los 80. En esos años se han estudiado con amplia contrastación experimental los fenómenos de precipitación dinámicas (i.e. precipitación simultánea con la deformación) de los elementos microaleantes de la austenita, habiéndose desarrollado incluso modelos teóricos que predicen razonablemente bien las denominadas curvas PTT (precipitación-temperatura-tiempo)^(112,113).

La realización de medidas precisas sobre los procesos cinéticos de recristalización es relativamente sencilla por medio de técnicas de análisis microestructural (microscopía) o por técnicas mecánicas. En cambio las técnicas utilizadas para seguir la cinética de la

VI. El conformado en caliente.

precipitación de segundas fases (extracción electroquímica, microdurezas, resistividad eléctrica, etc.) son más complejas e inexactas. Sin embargo Jonas y col.^(110,111) sobre la base de ensayos de compresión en caliente (y por lo tanto con una técnica mecánica) determinaron la forma en que se podía seguir con notable precisión el inicio de la precipitación cuando ésta era concurrente con la deformación, de modo que obtenían las curvas similares a las de la Fig. 6.9. La obtención de estas curvas a diferentes temperaturas permite la determinación de los inicios y finales de precipitación a cada temperatura, con lo que en la práctica es posible la obtención de las curvas PTT. Puesto que los ensayos se realizan a velocidad de deformación constante, la escala de deformaciones es equivalente a la de tiempos sin más que aplicar:

$$t = \frac{\varepsilon}{\dot{\varepsilon}} \quad (6.5)$$

Estudiando un acero HSLA microaleado con niobio, Jonas y col.^(110,111) mostraron como la cinética de precipitación venía fuertemente afectada por la deformación concurrente. Así pudo llegar a estudiar la precipitación estática (manteniendo las probetas a temperatura de ensayo durante tiempos variables antes de deformar), y analizar como variaba con la pre-deformación aplicada (antes de deformar y de iniciar el mantenimiento se le daba una pequeña deformación, $\approx 5\%$, a la probeta), o con la deformación concurrente (las probetas eran directamente deformadas después de haber sido austenizadas). Sus resultados son bien elocuentes y se muestran en la Fig. 6.11. En primer lugar puede apreciarse una clara forma en C de las curvas de precipitación, y como la predeformación, o la deformación concurrente básicamente aceleran la cinética, esto es, trasladan la curva PTT estática a tiempos más cortos.

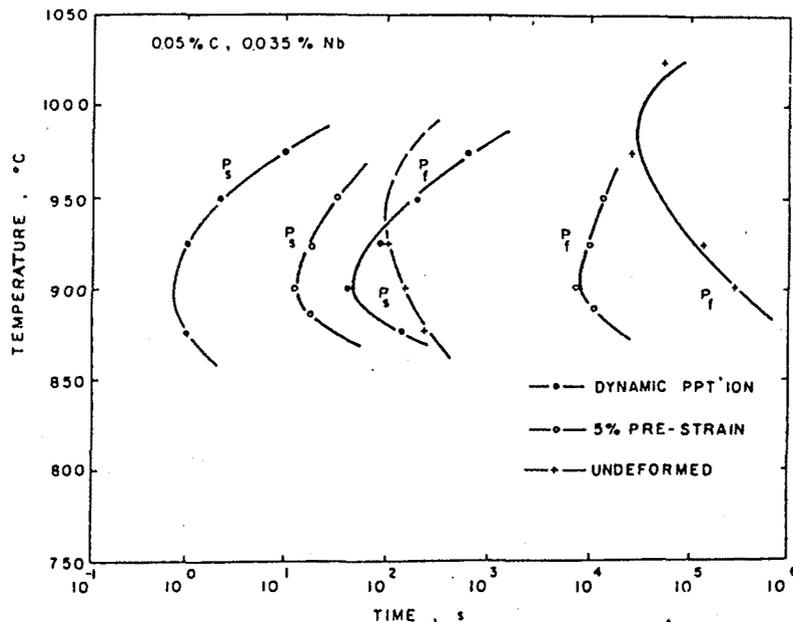


Figura 6.11. Efecto de la predeformación y la deformación concurrente (precipitación dinámica) sobre la cinética de precipitación en un acero HSLA microaleado con Nb. P_s : Inicio de precipitación, P_f : Final de precipitación⁽¹¹¹⁾.

Mediante la citada técnica experimental (o similares como la de relajación de tensiones propuesta también por Jonas y col.⁽¹¹⁴⁾) se han efectuado amplios análisis sobre el comportamiento de la precipitación dinámica y determinación de las curvas PTT de los habituales microaleantes: niobio^(14,15,17,110-112,114-120), vanadio⁽¹¹⁴⁻¹¹⁶⁾, titanio^(17,114,121-123) y aluminio^(124,125).

Antes de proseguir cabe hacer una pequeña reflexión sobre las curvas PTT. Como puede apreciarse son curvas con forma de C, similares a las curvas TTT (transformación-temperatura-tiempo), sólo que en este caso no son estrictamente de cambio de fase, sino de cinética de precipitación de una segunda fase, muy minoritaria. Son dos los fenómenos contrapuestos que determinan la forma en C de estas curvas; uno es la fuerza motriz de precipitación, y el otro es la difusión. A modo de simplificación se puede suponer que la fuerza motora de precipitación es exclusivamente de carácter químico, aunque en la práctica deben considerarse otros factores como la aparición de nuevas superficies, y el acomodo con la matriz. A temperaturas por encima de la "nariz", aunque la difusividad es muy alta, la fuerza motora de la precipitación es relativamente baja pues se está muy cerca de la temperatura de disolución del precipitado. A medida que la temperatura disminuye, el grado de supersaturación aumenta, aumentando la fuerza motriz química. Por debajo de la "nariz" la escasa difusividad provoca que la precipitación no progrese, o lo haga muy lentamente, a pesar de que la supersaturación sea alta. Todo ello finalmente produce la forma en C.

De todos los estudios anteriormente referenciados pueden extraerse las siguientes conclusiones:

* La nariz de la curva PTT depende de la concentración del elemento microaleante considerado. El límite o rama superior de la curva tiende a la temperatura de disolución en equilibrio del precipitado. Algunos estudios^(121,122) han encontrado que la rama inferior es común, independientemente de la concentración.

* Existe una aparente tendencia a considerar precipitados más o menos complejos, carbonitruros de niobio, carbonitruros de titanio, pero no carbonitruros de vanadio, sino nitruros de vanadio. En los estudios referenciados no es habitual la presencia conjunta de dos microaleantes con excepción del niobio y vanadio. Para este caso se considera un precipitado complejo con una curva PTT común, pero con predominancia de niobio a altas temperaturas y de vanadio a bajas.

* Adiciones de terceros elementos afectan a la cinética de la precipitación en la medida que afectan a la difusividad o actividad química del elemento microaleante considerado. Así, adiciones de manganeso^(14,17) retrasan la cinética de precipitación de carbonitruros de niobio, de nitruros de vanadio y de carbonitruros de titanio. Similares resultados se obtienen con el molibdeno^(125,126). En cambio el boro y el silicio⁽¹¹⁸⁾ tienen efectos opuestos, es decir aceleran la velocidad de precipitación, y en el caso del boro, incluso traslada las temperaturas de disolución a valores superiores (en esta ocasión modificando el producto de solubilidad).

* Disminuciones en las concentraciones de carbono y nitrógeno (elementos intersticiales) también ralentizan la cinética de precipitación por motivos similares a los anteriores, aunque su efecto es menos importante que disminuciones de microaleantes (elementos sustitucionales). La inferior movilidad de estos últimos los hacen controladores de la cinética de precipitación.

* Las cinéticas de precipitación dinámicas son por término medio entre uno y dos órdenes de magnitud más rápidas que las de la precipitación estática.

* Los efectos en retrasar la recristalización dinámica por partículas precipitadas (altura del abultamiento intermedio, véase Fig. 6.12) son similares, independientemente del elemento microaleante considerado, sugiriendo como a continuación se verá, que es más importante el efecto por arrastre de soluto en el retraso de la recristalización.

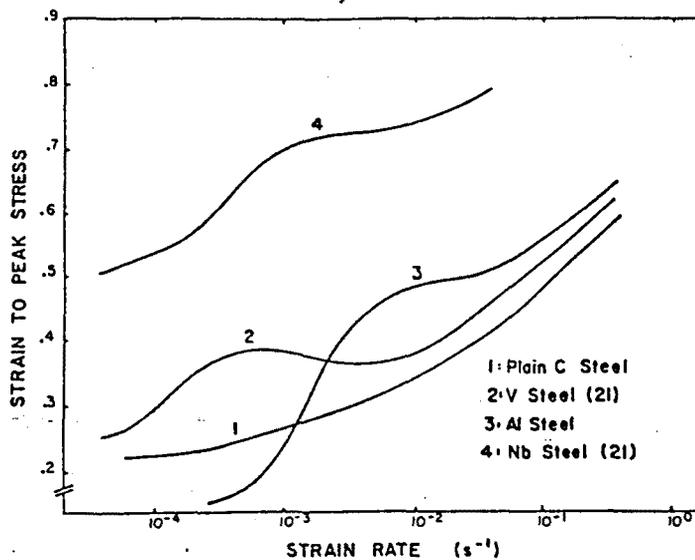


Figura 6.12. Efecto de distintos microaleantes en el retraso por precipitación sobre la recristalización dinámica⁽¹²⁴⁾.

6.6.- INTERACCION PRECIPITACION-RECRISTALIZACION.

Existe una aparente discusión en literatura respecto a quien es más efectivo en el retraso de la recristalización, si el efecto soluto⁽¹⁵⁾, o el efecto precipitado⁽¹¹⁷⁾. Para resolver tal cuestión es muy útil acudir a la superposición entre gráficos RTT (recristalización-temperatura-tiempo) obtenidos a una velocidad de deformación dada, y gráficos PTT. Ello se muestra en la Fig. 6.13.a para el caso del niobio en un acero HSLA (i.e. de bajo carbono). Puede apreciarse que antes de iniciarse la precipitación hay un importante retraso en la recristalización (respecto al acero base) y que cuando la precipitación aparece (nariz de la curva PTT) es capaz de retrasar aún más o de llegar a inhibir completamente la recristalización ("bahías" de la curva RTT). Las mismas curvas comparadas para aceros microaleados con vanadio o titanio muestran que el retraso por arrastre de soluto del elemento en solución sólida no es tan efectivo como ocurre con el

niobio (Fig. 6.13.b), de modo que cuando la precipitación tiene lugar, aún existiendo un adicional retraso, éste de nuevo no es tan efectivo como con el niobio pues no llegan a intersectarse las curvas PTT y RTT. La conclusión es que son ambos efectos los que producen el retraso en la recrystalización, pero un significativo retraso debido al efecto soluto (que asegure el cruce de las curvas PTT y RTT) es imprescindible para llegar a inhibir en la práctica la recrystalización dinámica (o la posterior metadinámica o estática).

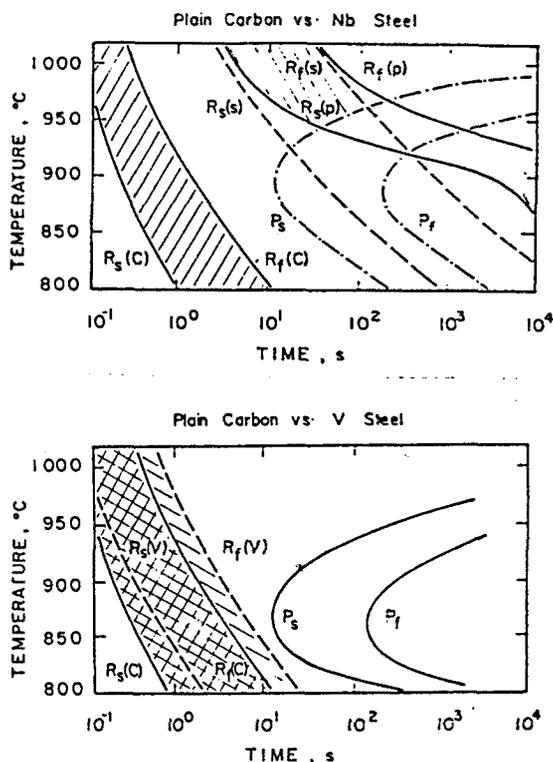


Figura 6.13. Superposición de los gráficos PTT y RTT. Se muestra la importancia del retraso por efecto soluto, para potenciar el retraso por efecto de la precipitación.

6.7.- LA TECNOLOGIA DEL CONTROL DEL PROCESADO TERMOMECANICO.

Durante siglos el conformado en caliente fue utilizado para dar a los metales la forma deseada. Hoy en día, sin embargo, la deformación en caliente no sólo proporciona la geometría deseada sino las características mecánicas necesarias mediante un adecuado diseño del proceso de termoconformado. Tradicionalmente el control del proceso termomecánico se ha venido realizando en la laminación en caliente, no aplicándose estrictamente en otros procesos de deformación como podrían ser los procesos de forja.

Las primeras aplicaciones del control del proceso de conformado⁽¹²⁷⁾ afectaban únicamente a las condiciones de laminación y no ha sido sino recientemente que se han incluido sistemas de control de enfriamiento. El objetivo final es el afino de la estructura

como único medio de mejorar simultáneamente las propiedades de tenacidad y de resistencia, independientemente del tipo de microestructura desarrollada. Para ello se pretende introducir en la austenita suficientes heterogeneidades microestructurales que actúen como lugares de nucleación ferríticos durante la transformación alotrópica $\gamma \rightarrow \alpha$.

En principio, la modificación de la microestructura austenítica para producir tamaños de grano ferrítico finos durante la transformación se realiza por los siguientes medios:

- a) Disminuyendo la temperatura de recalentamiento, tanto como sea posible, para obtener un tamaño austenítico inicial fino.
- b) Optimizando las pasadas de laminación intermedias para obtener un tamaño de grano austenítico fino mediante repetida recristalización.
- c) Deformando la austenita por debajo de su temperatura de recristalización, de modo que se incrementa el área de tamaño de grano por unidad de volumen por la elongación de los granos y por las bandas de deformación.

De este modo se puede llegar a definir diversos métodos de laminación⁽¹²⁷⁻¹²⁹⁾. Así es habitual hablar de laminación controlada por recristalización (LCR) cuando la estructura es afinada por sucesivos ciclos de recristalización estática, dando suficiente tiempo para ello en las pasadas intermedias. También es usual el término de laminación controlada convencional (LCC) cuando se lamina por debajo de la temperatura de recristalización, produciendo estructuras deformadas (“pancake”) y no recristalizables, aumentando apreciablemente los núcleos potenciales para la posterior transformación alotrópica. No son tampoco extraños los sistemas de laminación controlada por recristalización dinámica (LCRD) especialmente cuando los tiempos entre pasadas son muy cortos, del orden de milisegundos, donde se busca obtener estructuras de recristalización dinámica pues producen el grano más fino, así como una disminución de las fuerzas y potencias involucradas. Este sistema de deformación va acumulando deformación entre pasadas hasta obtener la deformación necesaria para recristalización dinámica en las últimas pasadas. En este caso y si los tiempos entre pasadas no son suficientemente cortos son muy importantes los efectos post-dinámicos, y se llega a hablar entonces de laminación controlada por recristalización meta-dinámica (LCRMD). La Fig. 6.14 muestra de forma esquemática los distintos modos de control y los tamaños de grano que producen. En el caso de LCRD debe notarse que si no se controlan efectivamente los fenómenos post-dinámicos puede surgir una microestructura no homogénea. En función de cada uno de los sistemas de deformación los elementos microaleantes y su efecto como retardadores de la recristalización (bien por efecto de arrastre de soluto, bien por efecto de anclaje de precipitados) serán más o menos interesantes. A modo de resumen en la tabla 6.1 se indica la relación habitual entre la precipitación y la recristalización para cada proceso⁽¹²⁹⁾.

Todos estos sistemas de control de la deformación suponen en primer lugar un perfecto conocimiento de las condiciones del equipo de conformado, y luego, mediante adaptación de las composiciones químicas, un conocimiento de los tiempos de recristalización y precipitación para finalmente determinar que sistema de control es

VI. El conformado en caliente.

mejor (LCR, LCC, LCRD o LCRMD), en función del producto a laminar (palanquilla, plancha, barrote, etc.) y por lo tanto de las velocidades de deformación y tiempos entre pasadas involucrados.

Proceso	Temperatura respecto a la de no-recristalización	Papel de los precipitados inducidos por deformación	Relación entre precipitación y recristalización
LCR	Por encima	Se requiere su ausencia	Recristalización estática antes de precipitación.
LCC	Por debajo	Se requiere su presencia	Precipitación antes de recristalización estática o dinámica.
LCRD	Por debajo	Se requiere su ausencia	No recristalización estática. Rec.dinámica antes de precipitación.

Tabla 6.1. Relación entre precipitación y recristalización en función del proceso de control ⁽¹²⁹⁾.

En este sentido en este trabajo se afirma que tal filosofía es posible aplicarla a la forja en caliente, especialmente en piezas de geometrías relativamente homogéneas, sin grandes gradientes de secciones, requiriéndose un estudio desde el inicio de las matrices de conformado, y secuencia de operaciones de conformación, tiempos entre pasadas y velocidades de enfriamiento.

Finalmente cabe notar que existe también la posibilidad de deformación en la zona intercrítica ($\alpha+\gamma$) o bien el conformado en semicaliente (conformado en fase ferrítica), pero todo ello ya queda fuera del alcance de esta tesis.

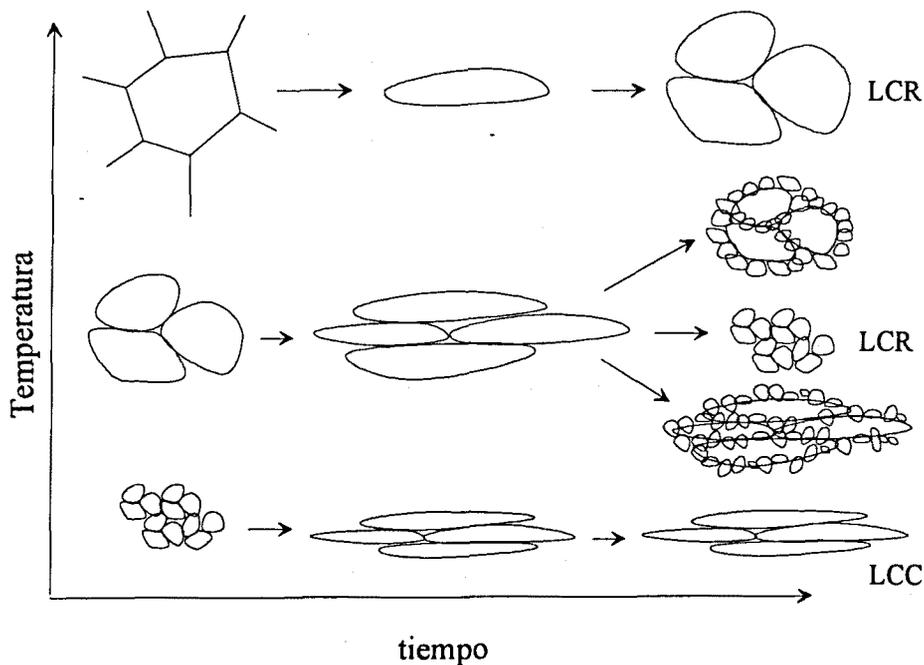


Figura 6.14. Modos de control de la laminación en caliente y tamaño de grano producido.

6.8.- MODELIZACION DE LA CURVA DE FLUENCIA EN CONDICIONES DE DEFORMACION EN CALIENTE.

6.8.1.- INTRODUCCION.

A medida que van apareciendo nuevos materiales de propiedades mejoradas aumenta la necesidad del control de los procesos de deformación, especialmente en los materiales tradicionales, de modo que pueda definirse a priori el comportamiento a deformación teniendo en cuenta la microestructura. Dicho en otras palabras, el conocimiento de una ecuación constitutiva se convierte en una obligación.

Las leyes constitutivas^(130,131) de la deformación plástica describen la relación entre los parámetros básicos de la deformación a una temperatura dada, los parámetros del material y la microestructura. Los parámetros de la deformación o variables macroscópicas son la tensión σ , la temperatura T y la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ (i.e. el tiempo t). Los parámetros relevantes del material P_j son aquellas constantes propias del material: parámetro de red, volumen atómico, energías de enlace, constantes elásticas, constantes de difusión, temperatura de fusión, energía de falla de apilamiento, etc. Y finalmente las variables de estado que describen la microestructura actual del material S_i pueden agruparse en las relacionadas con las dislocaciones y las relacionadas con la estructura del grano. De este modo la forma general de las ecuaciones constitutivas es la indicada en la ec. (6.6):

$$f(\dot{\epsilon}, \sigma, T, S_i, P_j) = 0 \quad (6.6)$$

Además las variables de estado generalmente evolucionan con el progreso de la deformación, lo que da lugar a ecuaciones como la (6.7) para cada variable:

$$\frac{dS_i}{dt} = g_i(\sigma, T, S_i, P_j) \quad (6.7)$$

Estrictamente hablando el conjunto de ecs. (6.6) y (6.7) forman la ley constitutiva para un mecanismo de deformación dado. Por simplicidad se ha obviado el carácter tensorial de las ecuaciones anteriores.

Si bien las ecuaciones cinéticas (ec (6.6)) son relativamente fáciles de obtener y hay considerable estudios teóricos^(130,131), las ecuaciones evolutivas (ec. (6.7)) están menos desarrolladas y son más difíciles de verificar experimentalmente, y es que no se le debe escapar al lector que la multitud de parámetros estructurales que pueden influenciar la deformación plástica, así como la posibilidad de presencia simultánea de diferentes mecanismos de deformación, hacen que la resolución conjunta de las ecuaciones anteriores sea poco menos que imposible en la práctica, por lo que debe acudir a simplificaciones del problema, como por ejemplo asumir u obtener condiciones de estructura constante ($dS/dt = 0$).

6.8.2.- SIMILITUD ENTRE “CREEP” Y CONFORMADO EN CALIENTE.

Para el estudio de las ecuaciones cinéticas (“rate equations”) dos tipos de ensayos han sido utilizados tradicionalmente como se ilustra en la Fig. 6.15. Si la tensión y la temperatura son variables independientes se obtienen los resultados de la Fig. 6.15.a, y son el tipo de ensayos usualmente utilizados para estudiar “creep”. Cuando las variables independientes son la velocidad de deformación verdadera y la temperatura los resultados son los mostrados en la Fig. 6.15.b, y son los tradicionales ensayos de conformado. Puede apreciarse que en cuanto se comienza a conformar en caliente, tras un transitorio inicial, ambos tipos de ensayos producen el mismo resultado: tensión constante da lugar a velocidad de deformación constante, o viceversa. Y ello ocurre en lo que se denomina condiciones de estado estable. Puesto que el material no endurece con la deformación se sigue que se ha alcanzado una estructura dinámicamente estable como ya se ha discutido en apartados anteriores de este capítulo. La similitud de condiciones en estado estable hace que ecuaciones inicialmente derivadas para “creep” puedan utilizarse perfectamente en estudios de conformabilidad, o a la inversa.

Sin embargo la evolución transitoria en ambos casos es diferente, como esquemáticamente indica la Fig. 6.16. En ensayos a velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ constante hay un gradual refinamiento de la estructura de dislocaciones debido a su continua generación, lo cual da lugar a un incremento continuo en la tensión de fluencia. La distribución espacial de las dislocaciones no es homogénea, formándose los típicos enmarañamientos de las mismas, dando lugar a la aparición de subgranos. La estructura de dislocaciones puede caracterizarse por el tamaño de los subgranos y por el espaciado medio de las dislocaciones (inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la densidad de dislocaciones móviles). Durante ensayos a velocidad de deformación constante ambos valores decrecen con aumentos de la tensión. Sin embargo la secuencia de eventos es diferente en ensayos a tensión constante. No hay tiempo y deformación suficientes para que se forme la estructura de subgranos durante la inicial aplicación de la tensión, y por tanto la formación de subgranos es comparativamente más lenta que en ensayos a velocidad de deformación constante. Tal formación sólo comienza cuando se ha alcanzado un valor crítico de la densidad de dislocaciones. Ya que la tensión es mayor en el rango transitorio del creep (i.e. σ constante) que en el rango transitorio de $\dot{\epsilon}$ constante, el desarrollo de la estructura de dislocaciones hacia el estado estable ocurre en un intervalo de deformación más corto en creep que a $\dot{\epsilon}$ constante. En ambos casos se terminaría alcanzado la misma subestructura de estado estable. Sin embargo, en la práctica, esto puede no ser así en materiales ingenieriles, donde las microestructuras son inestables con el tiempo (por ejemplo, en materiales resistentes a fluencia en caliente por precipitación de segundas fases).

VI. El conformado en caliente.

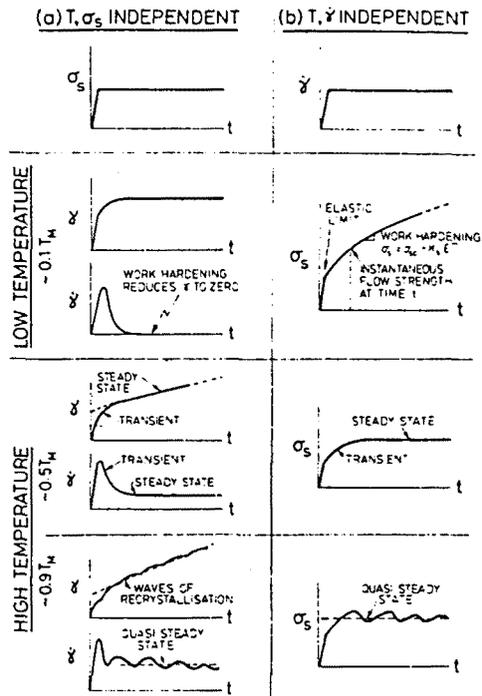


Figura 6.15. Forma en que la tensión σ , la temperatura T y la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ están interrelacionadas, cuando σ y T se predeterminan (a), o cuando $\dot{\epsilon}$ y T están prefijadas (b) ⁽¹³¹⁾.

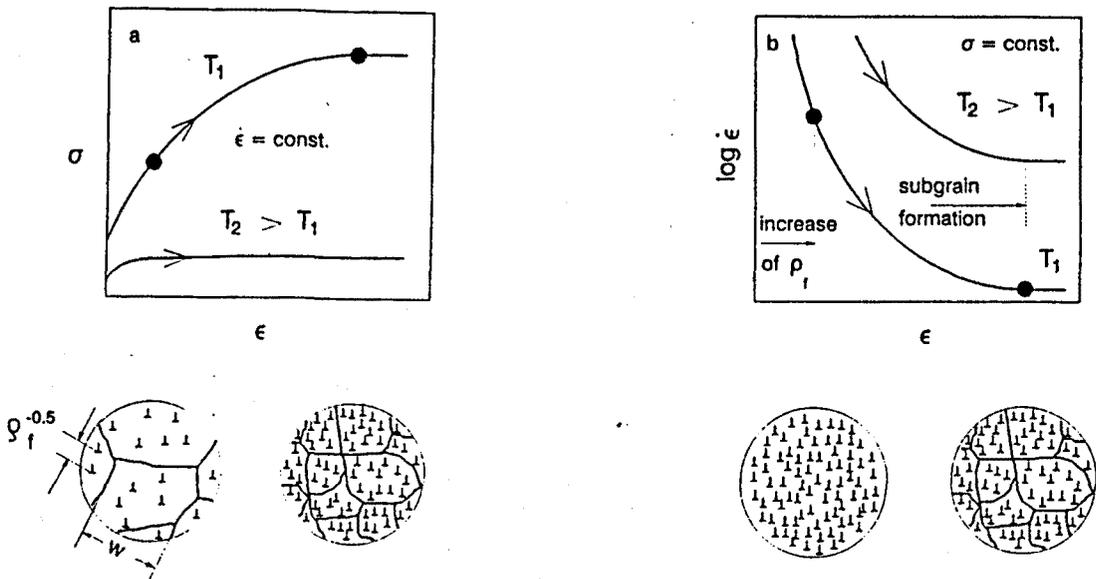


Figura 6.16. Descripción esquemática de la evolución de la estructura de dislocaciones en función de si se predetermina σ o $\dot{\epsilon}$ ⁽¹³⁰⁾.

6.8.3. - ECUACIONES CINÉTICAS PARA EL CONFORMADO EN CALIENTE.

La dependencia de la velocidad de deformación con la tensión de estado estable σ_{ss} durante el conformado en caliente, independientemente de si los mecanismos de recuperación progresan via únicamente restauración dinámica, o restauración más recristalización dinámica, pueden ser satisfactoriamente explicados por las ecuaciones potencial o exponencial siguientes⁽¹³¹⁾:

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma_{ss}^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (6.8)$$

$$\dot{\epsilon} = A' \cdot \exp(\beta \cdot \sigma_{ss}) \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (6.9)$$

En las ecuaciones anteriores A , A' y β son constantes del material, n es el exponente de "creep", Q es una energía de activación y R la constante de los gases. La ec. (6.8) es válida a bajos valores de tensiones mientras que la ec. (6.9) refleja mejor el comportamiento a altas tensiones. Garofalo⁽¹³²⁾ en condiciones de creep, y Sellars y Tegart⁽¹³³⁾ en condiciones de conformado en caliente propusieron una expresión más general que abarcase los rangos de altas y bajas tensiones:

$$\dot{\epsilon} = A'' [\sinh(\alpha \sigma_{ss})]^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (6.10)$$

siendo A'' una constante del material y α la tensión inversa que marca el cambio de comportamiento de potencial a exponencial. Se comprueba que la ec. (6.8) es válida y equivalente a la ec. (6.10) cuando $\alpha\sigma < 0.8$ mientras que la ec. (6.9) se iguala con la (6.10), y explica mejor el comportamiento observado, cuando $\alpha\sigma > 1.2$. Asimismo es relativamente fácil de comprobar que α , n y β están relacionados según indica la ec. (6.11):

$$\beta = \alpha \cdot n \quad (6.11)$$

También se observa⁽⁸⁷⁾ que a pesar de que en rigor las ecuaciones anteriores son válidas para estado estable (i.e. σ_{ss}) es posible aplicarlas a cualquier tensión σ para un valor de deformación ϵ fijo (en este caso las constantes son dependientes de ϵ) e incluso son aplicables a la tensión máxima σ_p cuando tiene lugar recristalización dinámica, y en ese caso ya no son a ϵ constante.

Los diferentes modelos teóricos para "creep" en función del mecanismo de deformación considerado predicen usualmente ecuaciones de tipo potencial⁽¹³¹⁾ (ec. (6.8)), siendo dependientes del mecanismo operante el valor del exponente n y la constante A . Esta última constante viene a ser un factor de estructura (entre otros términos incluye el vector de Burgers). Cuando los mecanismos de deformación operantes son los de deslizamiento y escalada de dislocaciones el exponente n oscila entre 3 y 10⁽¹³¹⁾.

Otros modelos teóricos llegan también a predecir comportamientos exponenciales a altas tensiones⁽¹³⁴⁾, pero son poco menos que inexistentes modelos teóricos que incluyan una ecuación similar a la ec. (6.10). Y teorías que aúnen las dos expresiones son difíciles de hallar, y es que como ya apuntaron Jonas y col.⁽¹³⁴⁾, las constantes cambian de significado físico al pasar de una ecuación a otra.

El origen del seno hiperbólico en la ec. (6.10) podría provenir del siguiente hecho⁽¹³⁵⁾. Tradicionalmente se ha supuesto que es la activación térmica el mecanismo que permite que las dislocaciones sobrepasen las barreras activas, y por ello se ha usado la formulación de Arrhenius (similar a la ec. (6.8)). Sin embargo cuando se deforma un material, la tensión concurrente ofrece un mecanismo adicional de ayuda para superar tales barreras. Considérese una barrera activa para un proceso controlado por velocidad (rate-controlling process), tal y como muestra la Fig. 6.17. Sin entrar en grandes detalles, asúmase que las dislocaciones se mueven de izquierda a derecha. En ausencia de tensión aplicada, la barrera de activación tiene un peso Q (energía de activación), y la velocidad a la cual la barrera se sobrepasa es proporcional a $\exp(-Q/RT)$. Sin embargo, a menos que la posición de la derecha sea más estable, i.e. tenga una energía asociada menor que la posición de la izquierda, la velocidad para sobrepasar la barrera de izquierda a derecha debe ser exactamente igual a la velocidad de derecha a izquierda, por lo que no habría movimiento neto de las dislocaciones. Con una tensión aplicada σ la energía sobre el lado izquierdo aumenta en una cantidad σV mientras que en el lado derecho disminuye σV (V puede verse como un volumen de activación, o área media recorrida por una dislocación de vector de Burgers b). Por lo tanto la velocidad desde la izquierda hacia la derecha es proporcional a $\exp[-(Q-\sigma V)/RT]$ y de la derecha hacia la izquierda es proporcional a $\exp[-(Q+\sigma V)/RT]$. La velocidad de deformación neta es entonces:

$$\dot{\epsilon} = C \left\{ \exp \left[-\frac{Q-\sigma V}{RT} \right] - \exp \left[-\frac{Q+\sigma V}{RT} \right] \right\} \quad (6.12)$$

que operando, rápidamente se transforma en:

$$\dot{\epsilon} = 2C \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \sinh \left(\frac{\sigma V}{RT} \right) \quad (6.13)$$

ecuación similar aunque no idéntica a la ec. (6.10).

A falta de un acuerdo en el significado físico de las constantes, la ec. (6.10) suele ser referida como una aproximación semi-empírica que se ajusta razonablemente bien al comportamiento observado.

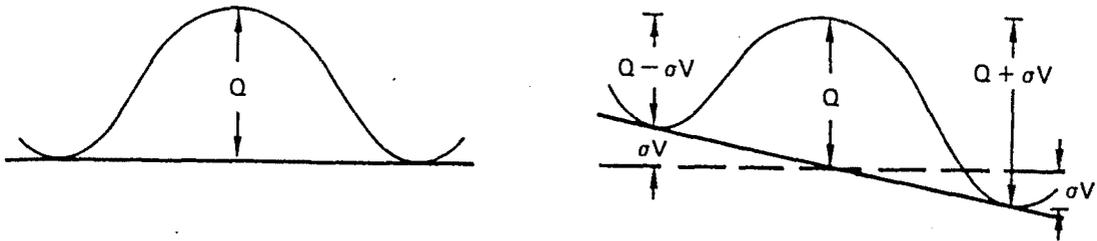


Figura 6.17. Ilustración esquemática del efecto de la tensión aplicada al variar o modificar la barrera al movimiento de las dislocaciones ⁽¹³³⁾.

6.8.4. - FORMALISMO MECANICO DE LA RESTAURACION DINAMICA.

Muy poco esfuerzo se ha dirigido a obtener ecuaciones evolutivas equivalentes a la ec. (6.7), aunque algunos modelos se han desarrollado para seguir la evolución de la densidad de dislocaciones cuando el mecanismo de ablandamiento operante es la restauración dinámica. A continuación son brevemente detallados.

Está bien establecido que la componente de tensión debida al deslizamiento de las dislocaciones (la cual se puede sobreimponer de una manera u otra a adicionales contribuciones a la tensión de fluencia global) está relacionada con la densidad de dislocaciones del siguiente modo:

$$\sigma = \alpha' \mu b \sqrt{\rho} \quad (6.14)$$

donde b es el vector de Burgers, α' es una constante de proporcionalidad cercana a la unidad, μ es el módulo de cizalladura y ρ la densidad de dislocaciones móviles.

Durante la deformación en caliente de materiales metálicos se acepta que la densidad de dislocaciones evoluciona con la deformación (o tiempo si la velocidad de deformación es constante) según la siguiente expresión ^(87,130,136-138).

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} = \frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} \Big|_{\text{almacenadas}} - \frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} \Big|_{\text{restauradas}} \quad (6.15)$$

VI. El conformado en caliente.

El primer término describe el cambio en la densidad de dislocaciones debido a que cierta fracción de la densidad de dislocaciones móviles se almacenan en el cristal después de haberse movido una determinada distancia. La segunda contribución se debe a procesos de recuperación o reordenamiento de las dislocaciones previamente almacenadas.

La combinación de las ecs. (6.14) y (6.15) con la ley de velocidad de endurecimiento θ (ver ec. (6.16)):

$$\theta = \left. \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right|_{\varepsilon, T} \quad (6.16)$$

permite disponer de un grupo de ecuaciones que van a predecir la evolución de la densidad de dislocaciones con la deformación, y por lo tanto el comportamiento a fluencia durante la deformación del material, cuando el único proceso de ablandamiento es debido a restauración y el de endurecimiento es debido a la generación de dislocaciones durante la deformación. Para ello será además necesario trabajar con la versión diferencial de la ec. (6.14) :

$$\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} = \left(\frac{\alpha' \mu b}{2 \sqrt{\rho}} \right) \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \quad (6.17)$$

El análisis de este grupo de ecuaciones deja bien claro que la resolución de las mismas pasa por la determinación de la evolución de la velocidad de endurecimiento por deformación θ con la tensión.

6.8.4.1.- ECUACIONES CLASICAS

Es usual encontrar en libros de referencia de metalurgia mecánica que la curva de fluencia se exprese por la ecuación de Hollomon:

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^n \quad (6.18)$$

donde K y n son constantes que dependen del material, y de las condiciones de conformación. La citada ecuación, propuesta sin una base física, tiene el adicional inconveniente de no predecir en ningún momento un estado de saturación, pues es siempre creciente. Además se observa que los valores de K y n pueden ser incluso dependientes de la deformación ε .

Para solventar la discrepante ausencia de estado de saturación se modificó la ecuación anterior y se propuso la conocida como ecuación de Voce:

$$\frac{\sigma_{ss} - \sigma}{\sigma_{ss}} = \exp\left(-\frac{\varepsilon}{\varepsilon_z}\right) \quad (6.19)$$

donde σ_{ss} es la tensión de saturación o de estado estable, y ε_z es una deformación que se obtiene como indica la Fig. 6.18. Tal ecuación suele ser válida para $\sigma > \sigma_{ss}/2$. Y aunque al

igual que la de Hollomon, pueden representar razonablemente bien el comportamiento observado no tienen base física, como la de los modelos que a continuación se describirán.

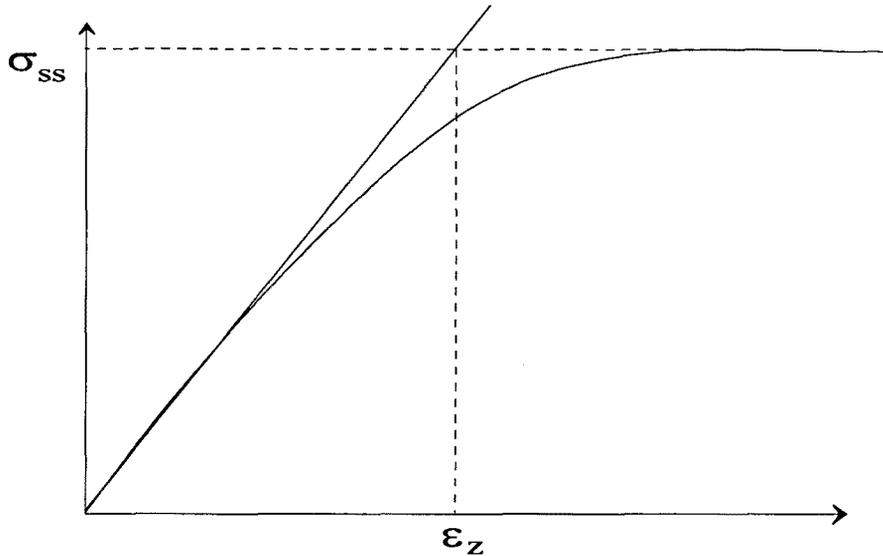


Figura 6.18. Determinación de ϵ_z en la ecuación de Voce.

6.8.4.2.- MODELO DE KOCKS.

Kocks⁽¹³⁶⁾ mostró que la ec. (6.15) podía expresarse como:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} = (K_1 \sqrt{\rho} - K_2 \rho) \quad (6.20)$$

siendo ρ la densidad de dislocaciones móviles. El primer término está asociado con la generación atérmica de las dislocaciones móviles, las cuáles se inmovilizan después de haber recorrido una distancia proporcional al espaciado medio que existe entre ellas. Y puesto que la densidad de dislocaciones es inversamente proporcional al cuadrado de su espaciado medio, resulta que la velocidad de generación es proporcional a la raíz cuadrada de la densidad de dislocaciones. Para evaluar el segundo término de la ec. (6.15) Kocks asumió que la restauración seguía una cinética de primer orden (lineal).

La constante K_1 puede evaluarse como sigue:

$$K_1 = 2 \cdot \left(\frac{\theta_H}{\mu} \right) \cdot (\alpha b)^{-1} \quad (6.21)$$

donde θ_H es la velocidad de endurecimiento atómico. K_1 debe mantenerse por lo tanto como una constante dependiente de la temperatura a través de la dependencia del módulo de cizalladura con aquélla. En cambio K_2 es dependiente de la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ y de la temperatura T puesto que la restauración es un proceso activado térmicamente.

Introduciendo la ec. (6.14) en (6.20) se obtiene:

$$\theta = \theta_o \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_{ss}} \right) \quad (6.22)$$

siendo σ_{ss} la tensión de saturación observada en la curva de fluencia obtenida a velocidad de deformación verdadera y θ_o una velocidad de endurecimiento relacionada con la velocidad de endurecimiento atómica θ_H (véase Fig. 6.1). Se puede comprobar fácilmente que :

$$\theta_o = \frac{\alpha' \mu b K_1}{2} \quad (6.23)$$

y que σ_{ss} vale:

$$\sigma_{ss} = \alpha' \mu b \cdot \left(\frac{K_1}{K_2} \right) \quad (6.24)$$

6.8.4.3. - MODELO DE ROBERTS.

Roberts⁽⁸⁷⁾ observó que con excepción de bajas deformaciones, θ era linealmente dependiente con $1/\sigma$, lo que le llevo a considerar una ecuación del tipo:

$$\theta = P \left(\frac{\sigma_{ss}}{\sigma} - 1 \right) \quad (6.25)$$

siendo P una constante. Expresando ahora esta ecuación en términos de densidad de dislocaciones (con ayuda de las ecs. (6.14) a (6.17)) se obtiene:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} = k_1 - k_2 \sqrt{\rho} \quad (6.26)$$

es decir la velocidad de generación de dislocaciones es constante (lo cual como se verá en el modelo siguiente es en cierto modo lógico si una celda o subestructura de granos estable se desarrolla en las etapas iniciales de la deformación, o el tamaño de grano es muy fino, o una dispersión de partículas de segunda fases está presente), mientras que durante la restauración

dinámica la velocidad de aniquilación es proporcional a $\sqrt{\rho}$. Los valores de las constantes de la ecuación anterior vienen dados por las ecs. (6.27) y (6.28):

$$\frac{k_1}{k_2} = \frac{\sigma_{ss}}{\alpha'\mu b} \quad (6.27)$$

$$k_2 = \frac{2P}{\alpha'\mu b} \quad (6.28)$$

Sin embargo el modelo falla a bajas deformaciones. Y es por ello que una clara alternativa es la de combinar la expresión de Roberts con la de Kocks.

6.8.4.4.- MODELO DE ESTRIN Y MECKING, Y BERGSTRÖM.

La aproximación anterior de considerar que la velocidad de endurecimiento es combinación lineal de una dependencia con σ y con $1/\sigma$ da lugar a una expresión del tipo:

$$\theta = \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} = \frac{A}{\sigma} - B\sigma \quad (6.29)$$

De nuevo si ahora expresamos esta ecuación en términos de densidad de dislocaciones se obtiene:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = U - \Omega\rho \quad (6.30)$$

Esta expresión es coincidente formalmente con los modelos propuestos por Estrin y Mecking⁽¹³⁷⁾, y Bergström^(138,139), aunque ambos modelos proporcionan una explicación distinta, un diferente significado físico a cada uno de los parámetros. Así Estrin y Mecking formulan un planteamiento similar al de la ec. (6.15), es decir entienden el proceso de deformación como un balance entre endurecimiento y ablandamiento. Para ello parten del modelo de Kocks, y corrigen el término de generación de dislocaciones. Afirman que el camino libre medio de las dislocaciones no es $\rho^{-1/2}$ cuando hay impedimentos geométricos, como partículas precipitadas, o tamaños de grano muy fino. En este caso es mejor suponer que el camino libre medio es una constante geoméricamente impuesta, y por lo tanto la velocidad de almacenamiento de dislocaciones, proporcional al camino libre medio, es también constante.

El planteamiento de Bergström es radicalmente opuesto, aunque finalmente llegue a expresiones similares. Para su modelo supone que la densidad de dislocaciones total se compone de la densidad de dislocaciones móviles y de las inmóviles, que la densidad de dislocaciones móviles es independiente de la deformación y que la variación de la densidad de dislocaciones inmóviles con la deformación viene determinada por la creación, inmovilización,

VI. El conformado en caliente.

removilización y aniquilación de dislocaciones. Finalmente afirma que la variación neta de la densidad de dislocaciones equivale a:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = U - A - \Omega \cdot \rho \quad (6.31)$$

donde U equivale a la velocidad a la que las dislocaciones móviles son inmovilizadas o aniquiladas, Ω mide la probabilidad de removilización o aniquilación de dislocaciones inmóviles, y A representa la velocidad a la que las dislocaciones móviles se aniquilan entre sí, o con límites de grano, o en la superficie libre del material. Finalmente admite que $U \gg A$ por lo que la ecuación definitiva es similar a la de Estrin y Mecking.

La integración de la ec. (6.30) es compleja cuando U y Ω son dependientes de ε de modo que la solución sería:

$$\rho(\varepsilon) = e^{-\int \Omega(\varepsilon) d\varepsilon} \cdot \int e^{\int \Omega(\varepsilon) d\varepsilon} \cdot U(\varepsilon) d\varepsilon + e^{-\int \Omega(\varepsilon) d\varepsilon} \cdot C_1 \quad (6.32)$$

donde C_1 es la constante de integración.

Sin embargo la integración se vuelve relativamente sencilla si se acepta que los términos U y Ω son aproximadamente independientes de ε . Ello viene corroborado por la adecuación de los resultados experimentales a la ec. (6.29) de la cual, a su vez, se obtiene la ec. (6.30). Con la anterior presunción y tomando como condiciones iniciales $\rho = \rho_0$ para $\varepsilon = 0$ resulta:

$$\rho = \rho_0 e^{-\Omega \varepsilon} + \left(\frac{U}{\Omega} \right) (1 - e^{-\Omega \varepsilon}) \quad (6.33)$$

Introduciendo la ecuación (6.14) en la anterior expresión se obtiene la ecuación de modelización:

$$\sigma = \left[\sigma_0^2 e^{-\Omega \varepsilon} + (\alpha' \mu b)^2 \left(\frac{U}{\Omega} \right)^2 (1 - e^{-\Omega \varepsilon}) \right]^{0.5} \quad (6.34)$$

o bien:

$$\sigma = \left[\sigma_{ss}^2 + (\sigma_0^2 - \sigma_{ss}^2) e^{-\Omega \varepsilon} \right]^{0.5} \quad (6.35)$$

donde :

$$\sigma_0 = \alpha' \mu b \sqrt{\rho_0} \quad (6.36)$$

y

$$\sigma_{ss} = \alpha' \mu b \sqrt{\frac{U}{\Omega}} \quad (6.37)$$

Finalmente cabe notar que Bergström⁽¹³⁹⁾ partiendo de su análisis calculó la dependencia del exponente n de la ecuación de Hollomon (ec.(6.18)) con los distintos parámetros (U , Ω) de su modelo, obteniendo la siguiente expresión:

$$n = \frac{1}{2} \cdot \frac{\varepsilon \cdot e^{-\Omega \varepsilon}}{1 + \frac{\sigma_{io}}{\sigma}} \cdot \frac{U - A}{\rho} \cdot \left(1 - \frac{\rho_o}{\rho_{max}} \right) \quad (6.38)$$

donde σ_{io} es la tensión de fricción de la red cristalina, ρ_o la densidad de dislocaciones inicial y ρ_{max} equivale a $U-A/\Omega$. Puede apreciarse que, como en la práctica se observa, el coeficiente n tiene una compleja dependencia con la temperatura (a través de U y Ω) y con la deformación, y como su significado físico es también complejo.

6.8.5.- LA CINÉTICA DE LA RECRISTALIZACIÓN DINÁMICA.

Anteriormente se comentó que la recristalización dinámica, a pesar de haber sido estudiada ampliamente desde un punto de vista mecánico, no lo ha sido tanto desde un punto de vista de la metalurgia física, y aunque se han propuesto diversos modelos en literatura⁽⁹⁰⁻¹⁰³⁾ no hay gran acuerdo sobre los mismos, ni proporcionan resultados totalmente concordantes con la práctica experimental. En otras palabras la ecuación evolutiva para la recristalización dinámica es todavía una tarea en curso.

Sin embargo a la hora de efectuar modelizaciones de la curva de fluencia es posible evitar esta indefinición o ausencia de una ecuación evolutiva^(85,87). La recristalización dinámica, como todo proceso de transformación de estado sólido que tiene lugar por nucleación y crecimiento, tiene una cinética de transformación que puede expresarse por una ecuación de Avrami :

$$X = 1 - \exp(-B't^{k'}) \quad (6.39)$$

donde X es la fracción de volumen recristalizada en un tiempo dado t , y B' y k' son constantes asociadas con el mecanismo de nucleación (k') y con la velocidad de nucleación y crecimiento (B').

Es habitual definir la cinética de la recristalización en términos del tiempo para el 50% de recristalización $t_{50\%}$ ⁽²²⁾. Puesto que $\exp(-0.693)=0.5$ la ec. (6.39) se transformaría en:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{t}{t_{50\%}}\right)^{k'}\right) \quad (6.40)$$

de manera que $t_{50\%}$ y B' están relacionadas como indica la ec. (6.41):

$$t_{50\%} = \left(\frac{0.693}{B'} \right)^{1/k'} \quad (6.41)$$

Experimentalmente se ha comprobado^(140,141) que el tiempo para el 50% de recristalización depende a su vez de las condiciones de deformación y de la propia estructura o tamaño de grano inicial d_o :

$$t_{50\%} = B'' \cdot \dot{\epsilon}^m \cdot d_o^n \cdot \exp\left(\frac{Q_{rec}}{RT}\right) \quad (6.42)$$

donde B'' , m y n son constantes, Q_{rec} es una energía de activación y R la constante de los gases.

Dado que los ensayos se efectúan a velocidad de deformación constante es equivalente considerar tiempos a deformaciones, y por ello la expresión (6.39) puede representarse como:

$$X = 1 - \exp\left(-B' \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\dot{\epsilon}}\right)^{k'}\right) \quad (6.43)$$

donde ϵ_p es la deformación asociada al máximo de tensión. Del mismo modo la ec. (6.40) se transformaría en:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \cdot \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\epsilon_{50\%} - \epsilon_p}\right)^{k'}\right) \quad (6.44)$$

Haciendo la hipótesis de que los ablandamientos son proporcionales a las fracciones de volúmenes transformadas (lo cual no es del todo cierto), es posible deducir a partir del análisis de las curvas de fluencia, la cinética de la transformación y por lo tanto expresar la evolución de la tensión con la deformación desde la tensión máxima σ_p a la de estado estable σ_{ss} * siguiendo una expresión de Avrami:

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot \left[1 - \exp\left(-0.693 \cdot \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\dot{\epsilon} \cdot t_{50\%}}\right)^{k'}\right) \right] \quad (6.45)$$

ecuación que sólo es válida para $\epsilon > \epsilon_p$.

Así pues el uso de las ecs. (6.10), (6.35) y (6.45) permitirán la modelización de la curva de fluencia, haya o no recristalización dinámica.

* Nota: La tensión de estado estable en condiciones de recristalización dinámica no debe confundirse con la de estado estable cuando sólo hay restauración, en este último caso $\sigma_p = \sigma_{ss}$.

VII.- ESTUDIO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS DE LA CONFORMACION EN CALIENTE.

Con objeto de estudiar el comportamiento durante la deformación en caliente del acero microaleado de estudio, y con idea de determinar una ecuación constitutiva de la fluencia del mismo, y el tamaño de grano producido por el proceso de termoconformado, se efectuó un amplio estudio del comportamiento a fluencia en caliente en función del tiempo, la temperatura, la velocidad de deformación y las condiciones iniciales de austenización. Para ello, previamente, y como a continuación se expone, se adaptó un sistema de ensayo de compresión en frío a ensayos en caliente a velocidad de deformación verdadera constante.

7.1.- METODOS DE ENSAYO PARA EL ESTUDIO DE LA CONFORMABILIDAD.

Son diversos los sistemas de ensayo mecánicos con los que se puede caracterizar el comportamiento de la fluencia en caliente de los materiales metálicos, y en especial de los aceros. En función del tipo de ensayo pueden agruparse en tres grupos: ensayos de tracción, ensayos de torsión y ensayos de compresión^(142,143).

El ensayo de tracción es el menos utilizado debido a la inestabilidad plástica que surge durante la estricción de la probeta. Se debe recordar que hay que determinar la curva de verdadero esfuerzo - verdadera deformación a velocidad de deformación verdadera constante, lo que en este caso requeriría determinar la variación de la sección en la zona de estricción con la deformación axial o alargamiento. La zona de aparición de la estricción es de difícil predicción, y aún pudiendo localizarla, debe desarrollarse un sistema de medición, a alta

temperatura, lo cual encarecería el ensayo. Adicionalmente el estado tensional en la zona de estricción deja de ser uniaxial, convirtiéndose en un complejo estado triaxial.

Los ensayos de torsión fueron los que históricamente se utilizaron en primer lugar para caracterizar la recristalización dinámica. Básicamente consisten en someter una probeta cilíndrica a un par torsor de momento paralelo al eje de aquélla. Ya que las dimensiones de la probeta no cambian, la velocidad de deformación permanece constante para una velocidad de giro constante. Este tipo de ensayo puede producir grandes deformaciones y un amplio rango de velocidades de deformación (desde 10^{-5} hasta 10^3 seg.⁻¹). La principal dificultad de este sistema de ensayo es la no uniformidad radial de tensiones y deformaciones y por lo tanto de las microestructuras involucradas resultantes. Esta dificultad puede solventarse en parte utilizando probetas tubulares. Un problema adicional es la excesiva reorientación del material cuando se provocan grandes deformaciones de modo que no llega a suponer una adecuada simulación de los procesos de termoconformado habituales.

Finalmente los ensayos de compresión pueden a su vez subdividirse en dos: ensayos de compresión uniaxial y ensayos de compresión en deformación plana (ver Fig. 7.1). El ensayo de compresión uniaxial consiste en someter una probeta cilíndrica a compresión entre dos mordazas planas. Los problemas que en tal situación pueden surgir son el abarilamiento y el pandeo. El primero es casi inevitable y se debe a la fricción en la intercara mordaza probeta. No obstante se puede disminuir mediante mecanizados especiales de la superficie de la probeta y/o lubricantes^(144,145). El pandeo aparece en probetas demasiado esbeltas y para evitarlo basta utilizar probetas con la relación diámetro/altura adecuadas (~1.5). No obstante debe notarse que disminuir la posibilidad de pandeo supone aumentar las posibilidades de abarilamiento, por lo que al final debe optarse por un valor de compromiso. En este tipo de ensayo pueden alcanzarse valores de deformación de 2 en materiales muy dúctiles.

La deformación verdadera ε de la probeta en el ensayo de compresión uniaxial equivale a:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right) \quad (7.1)$$

siendo h_0 la altura inicial de la probeta y h la altura instantánea. Para el cálculo de la tensión verdadera σ basta aplicar la ley de constancia de volúmenes, de modo que se cumple:

$$D_0^2 h_0 = D^2 h \quad (7.2)$$

siendo D_0 y h_0 el diámetro y alturas iniciales, y D y h el diámetro y alturas instantáneas. De esta manera la tensión verdadera σ llega a ser:

$$\sigma = \frac{4Ph}{\pi D_0^2 h_0} \quad (7.3)$$

donde P es la fuerza aplicada.

Este tipo de ensayo, al igual que los de torsión, no requieren un sistema de medición directo de la deformación sobre la probeta, sino que dicho valor se puede obtener a partir de los

movimientos de giro o desplazamiento de la máquina, con la salvedad de la propia deformación del sistema de ensayo, lo cual se discutirá más adelante.

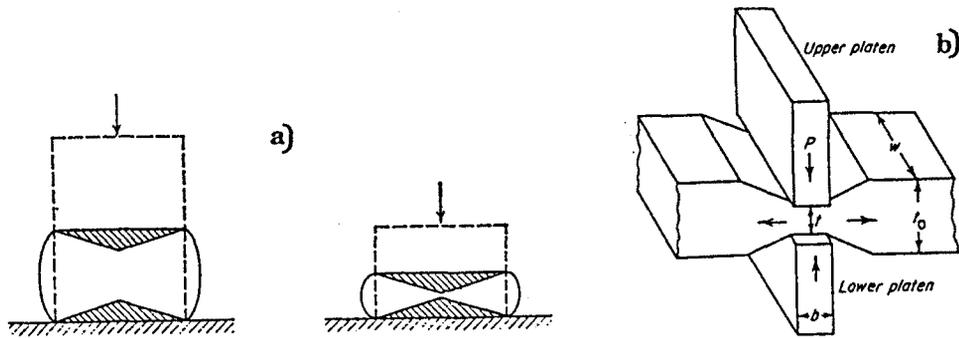


Figura 7.1. Sistemas habituales de ensayos de compresión.

El ensayo de compresión plana es un caso particular del anterior que evita en parte los problemas de abarilamiento y de pandeo. Requiere una geometría específica de las mordazas en relación con las probetas para conseguir condiciones de deformación plana ($W/b > 5$ y $1/4 < t/b < 1/2$) (ver Fig.7.1).

En esta situación la tensión verdadera coincide con la nominal puesto que la sección de aplicación de la fuerza sobre la probeta es constante, mientras que la deformación verdadera se calcula igual que en el caso de compresión uniaxial. Los valores así obtenidos deben convertirse a los correspondientes valores de compresión uniaxial mediante las expresiones siguientes:

$$\sigma_o = \frac{\sqrt{3}}{2} \sigma \quad (7.4)$$

$$\varepsilon_o = \frac{2}{\sqrt{3}} \varepsilon \quad (7.5)$$

donde el subíndice o se refiere al valor de compresión uniaxial.

Los ensayos de compresión son los más representativos de los procesos de termoconformado de materiales metálicos, y en particular el ensayo de compresión en deformación plana es el que mejor caracteriza condiciones de conformado por laminación. En la práctica los ensayos de compresión y los de torsión son utilizados indistintamente, aunque pueden dar resultados dispares⁽¹⁴⁶⁾, sobre todo en la determinación de las deformaciones críticas ε_p para el inicio de la recristalización.

En la tabla 7.1 y a modo de resumen, se hace un balance de las ventajas e inconvenientes de cada sistema de ensayo.

ENSAYO	VENTAJAS	INCONVENIENTES
Tracción	-Sencillez. -Normalizado. -Estado tensional homogéneo antes de estricción.	-Inestabilidad plástica tras estricción. -Dificultad obtención curva verd. esf.-verd. def. tras estricción.
Torsión	-Altas velocidades de deformación. -Grandes deformaciones. -Facilidad obtención curva verd. esf.-verd. def.	-Distribución de tensiones inhomogénea a través de la sección de la probeta. -Microestructura variable.
Compresión	-Estado tensional homogéneo -Facilidad obtención curva verd. esf.-verd. def.	-Abarrilamiento. -Pandeo.

Tabla 7.1. Ventajas e inconvenientes de los diferentes métodos de ensayo para la caracterización de la fluencia en caliente..

7.2.- METODO EXPERIMENTAL PUESTO EN MARCHA.

A la vista de los pros y los contras de los sistemas anteriormente descritos y de las disponibilidades del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Politécnica de Cataluña (UPC) se decidió poner a punto el método de compresión uniaxial.

Para ello se adaptó un pequeño horno cilíndrico de calentamiento por resistencias convencionales (capaz de alcanzar 1200°C) a una máquina de ensayos universal electromecánica INSTRON 4507. El citado horno se puede abrir por su plano medio de modo que se facilita la extracción de las probetas para el subsiguiente temple.

Como útiles de compresión se mecanizaron unas mordazas cilíndricas en una aleación resistente a alta temperatura. La aleación escogida fue TZM (0.5% Ti, 0.1% Zr, resto Mo), la cual presenta unas características mecánicas de resistencia muy superiores a las del acero a la misma temperatura. Las dimensiones de las mordazas fueron calculadas de modo que se evitase su pandeo, minimizando en lo posible la sección dado el coste económico de la aleación. Asimismo, teniendo en cuenta las dimensiones de las probetas a utilizar, la sección de las mordazas garantizaba que éstas trabajasen en régimen elástico, evitando problemas de deformación plástica de las mismas. Las mordazas entraban directamente en el horno y parte de ellas sobresalían del mismo. En la zona exterior se acoplaron unos soportes de acero para trabajo en caliente que a su vez iban roscados a unas bases que apoyaban directamente sobre los bastidores fijos y móvil de la máquina de ensayos.

Todo el conjunto se diseñó suficientemente alejado de la célula de carga para evitar el calentamiento de la misma. No obstante se añadió un sistema de refrigeración por agua para

reducir el problema. La práctica experimental demostró que la célula no sufría calentamiento. En la Fig. 7.2 se muestra el montaje de todo el conjunto.



Figura 7.2. Montaje del equipo de ensayo de compresión uniaxial puesto a punto en la UPC.

La aleación TZM a alta temperatura ($>950^{\circ}\text{C}$) y en atmósfera ambiente presenta el problema de la volatilización del óxido superficial que se forma. Para minimizar el fenómeno, mantener las probetas en ambiente inerte y evitar su decarburación en el caso de aceros, todo el conjunto se protegió con un tubo de acero por cuyo interior se hacía circular una corriente de argón.

La realización de los ensayos exige que la velocidad del cabezal móvil de la máquina vaya variando conforme varía la altura de la probeta con objeto de conseguir una velocidad de deformación verdadera constante. Esto se aprecia claramente en la relación que tienen la

velocidad de deformación verdadera de la probeta $\dot{\epsilon}$ y la velocidad del bastidor de la máquina de ensayos v :

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d \ln\left(\frac{l}{l_0}\right)}{dt} = \frac{1}{l} \frac{dl}{dt} = \frac{v}{l} \quad (7.6)$$

donde l y l_0 son las alturas instantánea e inicial de la probeta.

En máquinas que tienen la posibilidad de ajustar la velocidad del bastidor según leyes variables, ésta debería ir variando con el tiempo del siguiente modo (por integración de la ec. (7.6)):

$$v = \dot{\epsilon} \cdot l_0 \cdot \exp(\dot{\epsilon} \cdot t) \quad (7.7)$$

Esto es posible en la mencionada INSTRON si las lecturas de desplazamiento son tomadas a partir de un extensómetro exterior y no del movimiento del cabezal. Dado que los ensayos a efectuar eran a alta temperatura se optó por otra solución.

Si los materiales a ensayar no son extremadamente sensibles al coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación m ($\sigma = C\dot{\epsilon}^m$) puede emplearse el recurso de escalar la función v , esto es, efectuar los ensayos a velocidad de bastidor constante recalculando cada ciertos intervalos el valor de v necesario y modificándolo en el ensayo. De este modo obtendremos una $\dot{\epsilon}$ en promedio constante.

En concreto la INSTRON 4507 permite diseñar ensayos con hasta 20 cambios de velocidad del cabezal móvil. En la práctica se demostró que estas 20 rampas eran más que suficientes para obtener resultados precisos, bajo las condiciones ensayadas.

El sistema finalmente puesto a punto requería un ordenador que adquiriese los valores de fuerza, desplazamiento y tiempo de cada ensayo. Mediante hojas de cálculo y las adecuadas conversiones se traducían estos puntos a la curva de verdadero esfuerzo verdadera deformación.

Las máximas velocidades de deformación verdaderas alcanzables fueron de 0.3 seg^{-1} , dadas las dimensiones de las probetas y la velocidad máxima del bastidor móvil de la INSTRON (500 mm/min). La célula de carga utilizada fue de 100KN.

Un comentario final debe realizarse sobre la rigidez o flexibilidad del conjunto. Es claro que cuando se deforma la probeta no es sólo ésta quien lo hace sino también el sistema de ensayo. Cuando se efectúan medidas de deformación es realmente importante tener esto en cuenta, salvo que la máquina sea suficientemente rígida ("máquinas duras") en cuyo caso el efecto es despreciable. La INSTRON 4507 puede considerarse como "dura" como así demuestra su constante de rigidez (400KN/mm) y por lo tanto este fenómeno puede obviarse. No obstante se efectuaron pruebas de la deformación del conjunto (INSTRON + mordazas+soporte) y se

pudo comprobar que efectivamente las deformaciones del sistema de ensayo a los valores de carga involucrados en los ensayos de compresión no iban a introducir ningún error significativo.

7.3. - OTROS SISTEMAS DE ENSAYO UTILIZADOS.

Con objeto de verificar los ensayos realizados y con idea de ampliar las velocidades de los mismos a velocidades cercanas a las de procesos de forja, se realizaron ensayos adicionales con una máquina servohidráulica y un plastómetro por leva.

Los ensayos de compresión en una máquina servohidráulica fueron efectuados en el Department of Mining and Metallurgical Engineering de McGill University, Montreal, Canadá. La máquina utilizada fue una MTS con una célula de carga de 25KN, y el montaje (ver Fig.7.3) era en esencia similar al desarrollado en la UPC; mordazas de TZM, protección con argón, escalonamiento de la velocidad del empujador, etc. El horno utilizado en este caso era de calentamiento por radiación de lámparas de tungsteno, lo que permitía grandes velocidades de calentamiento. Todo el ensayo era definido por ordenador, el cual finalmente proporcionaba un fichero de resultados en código ASCII manejable con el adecuado software. Las máximas velocidades de deformación alcanzables con este sistema, y la geometría de las probetas utilizadas, fue de 3 seg^{-1} . Esta máquina de ensayo, como todas las servohidráulicas, debe considerarse como "blanda", por lo que los efectos de deformación de la misma sí eran tenidos en cuenta en este caso y restados de la deformación global medida. Esta corrección estaba introducido en el software de control y por lo tanto proporcionaba las curvas corregidas.

El plastómetro por leva utilizado fue el del Metals Technology Laboratories CANMET, Ottawa, Canadá. Este sistema de ensayo de compresión es de hecho el único que efectúa en rigor un ensayo a velocidad de deformación verdadera constante⁽¹⁴²⁾. Para ello el bastidor sigue el movimiento que le transmite una leva con un perfil exponencial. Este sistema permite alcanzar velocidades de deformación verdadera superiores a 100 seg^{-1} , aunque a medida que se aumenta la velocidad de ensayo se limita la deformación máxima alcanzable. El montaje del conjunto se ilustra en la Fig. 7.4. A la probeta se le soldaba un termopar que ejercía las funciones de indicador de temperatura para el horno de inducción que se utilizaba. La probeta no se aislaba del ambiente exterior, pero se rodeaba de lana de vidrio, y se le insuflaba argón. Un actuador electromagnético desplazaba la probeta de la zona de ensayo una vez éste acababa, depositándola en un recipiente lleno de agua donde la muestra ensayada se templaba. En este sistema de ensayo también se tenía en cuenta el efecto de deformación de la máquina y se efectuaba la oportuna corrección en los resultados finales.

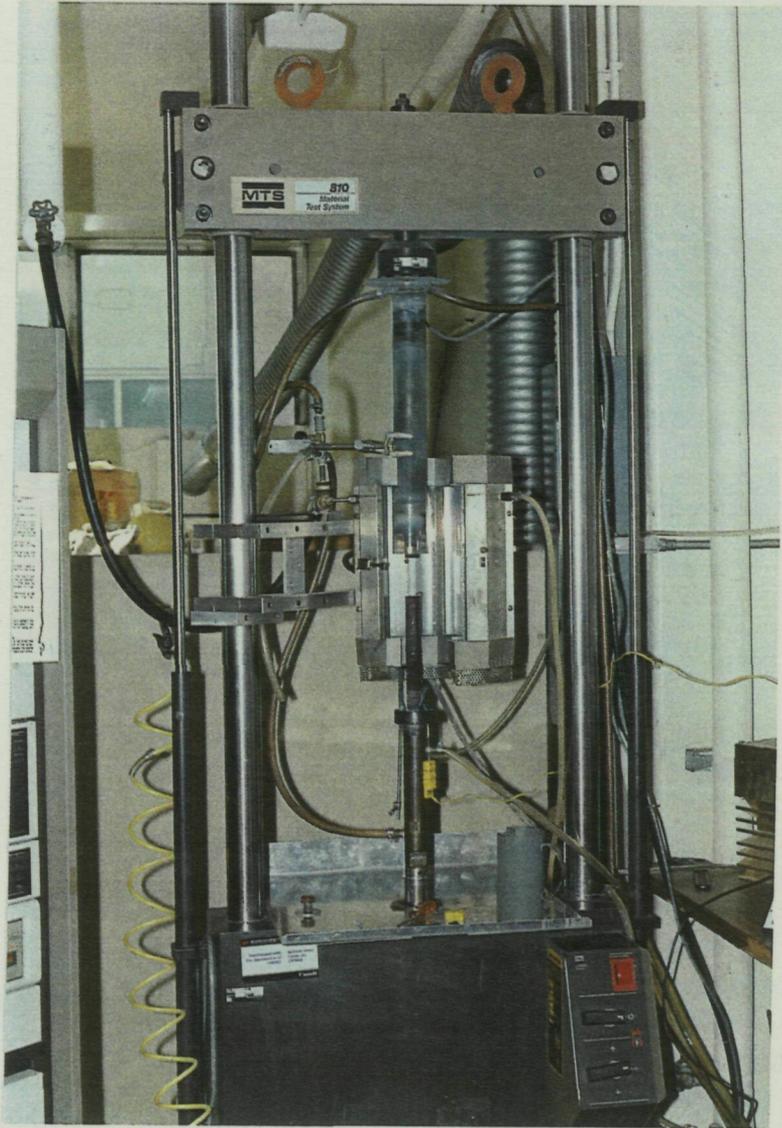


Figura 7.3. Montaje utilizado en los ensayos de compresión en la Universidad McGill.

Como parte de estudio se usó el diagrama A (ver capítulo II). De este modo se consiguió minimizar el efecto del crecimiento normal en la inicial etapa de deformación puesto que, sólo se mostró un pequeño crecimiento, una vez se alcanzó el punto de deformación normal suficiente. El efecto del crecimiento normal al principio había servido para poder distinguir este fenómeno.

Para estudiar su comportamiento a alta temperatura se llevaron a cabo ensayos de compresión uniaxial a velocidades de deformación variables y temperaturas que oscilaron entre 10^3 y 10^4