

Estudio y modelización de la influencia de las partículas de segunda fase sobre el crecimiento de grano austenítico en un acero microaleado con niobio*

D. San Martín**, F. G. Caballero***, C. Capdevila*** y C. García-de-Andrés***

Resumen

En este trabajo se ha estudiado el crecimiento de grano austenítico producido durante el calentamiento continuo de un acero CMnNb. Se ha analizado la influencia de la velocidad de calentamiento sobre dicho proceso y se ha calculado la temperatura de crecimiento libre del grano austenítico, a la cual desaparece la influencia del pinzamiento provocado por los precipitados de carbonitruro de niobio. Finalmente, se propone un modelo del proceso de crecimiento de grano austenítico bajo pinzamiento que permite predecir el tamaño de grano austenítico (TGA) que se alcanza en el acero a una determinada temperatura por calentamiento continuo a velocidad conocida.

Palabras Clave

Crecimiento de grano austenítico. Aceros microaleados con Niobio. Temperatura de crecimiento libre. Modelización. Calentamiento continuo.

Study and modelling of the influence of second phase particles on the austenite grain growth in a niobium microalloyed steel

Abstract

The austenite grain growth occurred during continuous heating in a niobium microalloyed steel has been investigated in this work. The effect of temperature and heating rate on the grain size is studied. The free grain coarsening temperature is determined as a function of the heating rate. It is found that unpinning by precipitates occurs around 40-70K below the temperature of complete dissolution of carbonitrides. Furthermore, a new model has been proposed to describe the austenite grain coarsening under the influence of niobium carbonitrides during continuous heating at different rates.

Keywords

Austenite Grain growth. Nb microalloyed steel. Grain coarsening temperature. Modeling. Continuous heating.

1. INTRODUCCIÓN

La disminución de la energía libre del sistema, debido a la reducción de la superficie de frontera de gra-

no, es la fuerza motriz responsable del proceso de crecimiento de grano austenítico. Durante este proceso, los granos más grandes crecen a expensas de los más pequeños ^[1]. Los precipitados formados en

* Trabajo recibido el día 7 de octubre de 2004 y aceptado en su forma final el día 15 de marzo de 2006.

** Fundamental of Advance Materials Group, Faculty of Aerospace Engineering, TU Delft, Kluyverweg 1, 2629 HS Delft, The Netherlands. <http://www.lr.tudelft.nl/~fam>

*** Grupo de Transformaciones de Fase en Estado Sólido de Aceros (MATERALIA), http://www.cenim.csic.es/downloadzone/grupos/giftes0904/GIFTES0904/gitfes_es.html
Departamento de Metalurgia Física, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), CSIC, Av. Gregorio del Amo 8, 28040, Madrid, Spain.

el acero por elementos microaleantes, tales como vanadio, niobio y titanio, pinzan las fronteras de grano y las dislocaciones, inhibiendo su movimiento durante los procesos térmicos y termomecánicos [2]. La fuerza de pinzamiento depende de la propia existencia de los precipitados y, como consecuencia, de la estabilidad termodinámica de los mismos en la matriz de austenita [3-7]. La temperatura a la cual se rompe el equilibrio entre la fuerza motriz para el crecimiento de grano y la fuerza de pinzamiento se denomina temperatura de crecimiento libre (T_{CL}). A esta temperatura, comienza un crecimiento no uniforme en el que se producen algunas diferencias entre los tamaños de los granos que pueden llegar a ser muy importantes. Este crecimiento no uniforme se conoce como crecimiento anómalo del grano austenítico[8]. El estado en el que se encuentra la fase austenítica condiciona su forma de descomposición y predetermina las propiedades finales del acero. La forma y el tamaño del grano austenítico tienen una importancia significativa sobre las transformaciones de descomposición iso y anisotérmicas de la fase austenítica debido, principalmente, a la influencia de los lugares de nucleación sobre la velocidad a la que se producen dichas transformaciones. Por ello, conocer el proceso de crecimiento de grano durante el calentamiento continuo de un acero, conseguir predecir teóricamente el tamaño de grano austenítico (TGA) que se alcanza a una determinada temperatura en presencia de precipitados y poder calcular la temperatura de crecimiento libre, son aspectos esenciales para poder predecir la microestructura y las propiedades mecánicas finales de un acero y representa un tema de investigación de gran interés científico y tecnológico [9-14]. En principio, una microestructura de grano fino y uniforme puede dar lugar a una buena combinación de propiedades mecánicas de resistencia y tenacidad, aunque también es necesario tener en cuenta, en relación con esto, que la ductilidad puede disminuir cuando se afina el grano[15] y que, recientemente, se ha demos-

trado, para microestructuras ultrafinas, que en comparación con una distribución uniforme de tamaños de grano, una distribución bimodal con el mismo tamaño de grano equivalente —en tamaño promedio— puede mejorar la ductilidad del material sin una pérdida considerable de su resistencia [16 y 17].

Zener [18] fue el primero en proponer un modelo teórico para evaluar cuantitativamente el efecto de inhibición o entorpecimiento que ejercen los precipitados al movimiento de los límites de grano. Este modelo se basa en el establecimiento de un balance entre la fuerza motriz para el crecimiento de grano austenítico, que procede de la disminución de la superficie de límite de grano por unidad de volumen, y la fuerza de pinzamiento ejercida por los precipitados presentes en la matriz austenítica. A partir de dicho balance, Zener obtuvo la siguiente ecuación general:

$$\bar{D}_{crit} = \beta \frac{r}{f} \quad (1)$$

donde, \bar{D}_{crit} es el tamaño de grano austenítico cuando se inicia el crecimiento libre, f , cuyo radio promedio se representa por r . En este trabajo, el valor del \bar{D}_{crit} se asimila al del tamaño de grano austenítico promedio en tres dimensiones ($3DTGA$). El valor de β depende de factores tan diversos como la geometría de los precipitados y de los granos austeníticos, así como de la coherencia entre los precipitados y la matriz. Normalmente, el valor de β se considera constante para un acero dado. Desde el trabajo original de Zener, otros autores [19-29] han desarrollado algunas expresiones fundamentadas, en muchos casos, en las ideas básicas de aquel. De acuerdo con estos resultados, el tamaño de grano austenítico promedio y su velocidad de crecimiento estarán afectados considerablemente por el tamaño y la cantidad de precipitados. En la tabla I se indican los valores del factor β que pueden ser encontrados en la bibliografía.

Tabla I. Valores de β (ecuación (1)) encontrados en la bibliografía.

Table I. Values for β (equation (1)) found in the literature.

Zener ^[17]	Hannerz ^[27]	Gladman ^[19]	Hellman-Hillert ^[22]	Rios ^[25]	Ogino ^[26]
3,41	0,44	$(2,56)\pi[(1/4) - (1/3 Z)]^{**}$	$(1,71)/\xi^*$	0,43	0,33

* Normalmente $1,3 < \xi < 1,6$.

** Z es la relación entre el diámetro de los granos que están creciendo y el de los granos de la matriz ($\sqrt{2} < Z < 2$). Ya que todos los autores consideran en sus cálculos el radio del grano en dos dimensiones (2D) en vez del diámetro en tres dimensiones, en esta tabla, sus valores han sido multiplicados por un factor igual a 2,56, de acuerdo con la fórmula de conversión de Hull y Houk^[28]: $D_{crit}(3D) = 2,56R_{crit}(2D)$.

Tabla II. Composición química (% en masa).*Table II. Chemical composition (mass-%).*

C	Mn	Si	S	P	Nb	Cu	Cr	Ni	Mo	Al	N
0,11	1,47	0,27	0,013	0,015	0,031	0,011	0,03	0,03	0,006	0,039	0,0051

En este artículo se describe el crecimiento de grano austenítico que experimenta un acero microaleado con niobio durante el calentamiento continuo a diferentes velocidades. Además de analizar la influencia de la velocidad de calentamiento sobre el proceso de crecimiento de grano austenítico, se calcula la temperatura de crecimiento libre a la que desaparece la influencia del pinzamiento producido por los precipitados y se modeliza el proceso de crecimiento bajo pinzamiento.

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

El estudio se ha realizado sobre un acero C-Mn de bajo carbono y microaleado con Nb niobio, cuya composición química se muestra en la tabla II.

Los granos austeníticos se revelaron por el método de ataque térmico [30 y 31] en muestras cilíndricas de 3 mm de diámetro y 12 mm de longitud. Con este propósito, se genera una superficie plana de 2 mm de ancho a lo largo de toda la longitud de la muestra, mediante un pulido muy fino con acabado en pasta de diamante de 1 μm . En estas condiciones, las muestras se austenizaron por calentamiento en un horno de vacío (>1 Pa) a diferentes velocidades (V_c), hasta temperaturas (T_γ) comprendidas entre 1.183 y 1.523 K; inmediatamente después, las muestras se enfriaron hasta temperatura ambiente a una velocidad de 1 K/s. En la Tabla III se recogen las velocidades de calentamiento y las temperaturas de austenización empleadas. Con el método de ataque térmico, las muestras no necesitan preparación metalográfica después del tratamiento térmico de austenización y las fronteras de los granos austeníticos se revelan sin ataque químico adicional.

El TGA promedio se midió con un analizador de imágenes que adquiere y procesa directamente la imagen de micrografías con fronteras de grano austenítico resueltos y genera, a continuación, una imagen binaria en la cual las fronteras de grano austeníticos se revelan en negro. A partir de estas imágenes binarias, se obtiene el área media de grano austenítico en dos dimensiones, \bar{A} .

En este trabajo el grano austenítico en tres dimensiones se aproxima a un tetracaidecaedro. Este polie-

dro satisface aceptablemente los requerimientos espaciales y fue empleado por Hull y Houk [29] para obtener la siguiente relación entre el área de intersección promedio, \bar{A} , y máximo, A_{max} , de dicho poliedro con un plano de referencia: $\bar{A}/A_{max} = 0,546$. Teniendo en cuenta que en un tetracaidecaedro la distancia media entre sus caras cuadradas, \bar{D} , está relacionada con A_{max} por la expresión $\bar{D} = 1,069 \sqrt{A_{max}}$, el correspondiente valor del diámetro promedio de grano austenítico en tres dimensiones, viene dado por:

$$\bar{D} = 1,447 \sqrt{\bar{A}} \quad (2)$$

Para la observación e identificación de los precipitados existentes en las fronteras de los granos austeníticos, se prepararon réplicas de carbono por un método de extracción en dos etapas [32-36]. En la primera, se desprenden las películas delgadas de triacetil-celulosa que han sido previamente aplicadas sobre la superficie de la muestra (unas gotas de metil acetato mejora la adherencia de las películas sobre la superficie de la muestra); a continuación, se realiza la evaporación de carbono sobre la película plástica en una cámara de alto vacío. Las réplicas de carbono obtenidas por este método fueron examinadas en un microscopio electrónico de transmisión Jeol Jem 2010 operando a 200 kv. Este equipo está dotado de un analizador espectroscópico de energía dispersiva (EDS) Oxford Inca para el análisis de las partículas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1 representa la evolución del 3DTGA producida durante el calentamiento continuo del acero a tres velocidades diferentes, 0,05; 0,5 y 5 K/s. En relación con el crecimiento de grano austenítico, es bien conocido que en los aceros al carbono dicho crecimiento se produce de forma exponencial con la temperatura [6]; sin embargo, en los aceros microaleados es muy frecuente encontrar un crecimiento en dos etapas diferenciadas [6, 8, 37 y 38]. En efecto, en el acero microaleado CMnNb estudiado en este trabajo puede observarse este tipo de crecimiento (figura 1), el cual se produce de forma

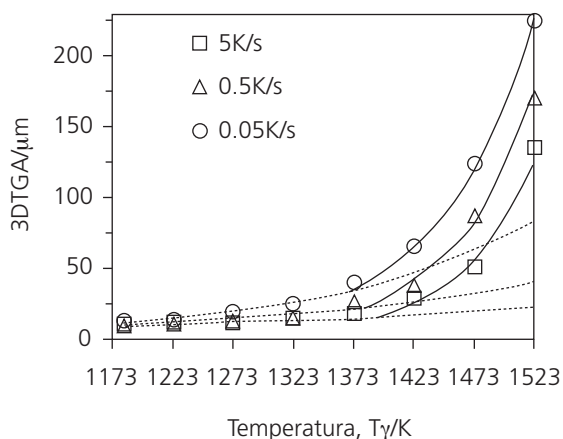


Figura 1. Evolución del tamaño de grano austenítico ($3DTGA$) con la temperatura (T_{γ}) para las tres velocidades de calentamiento ensayadas (V_c).

Figure 1. Evolution of the austenite grain size ($3DTGA$) with temperature (T_{γ}), for three tested heating rates (V_c).

lenta y bastante uniforme en el intervalo de temperaturas más bajas y de forma rápida para las temperaturas más altas. El crecimiento de la primera etapa está asociado a la existencia de precipitados que pinzan eficazmente a las fronteras de grano, entorpeciendo y retardando su movimiento. A medida que aumenta la temperatura, algunos precipitados se van disolviendo y otros engrosan, disminuyendo la capacidad de pinzamiento de los mismos y dejan-

Tabla III. Velocidades de calentamiento (V_c) y temperaturas de austenización (T_{γ}).

Table III. Heating rates (V_c) and austenitizing temperatures (T_{γ}).

V_c / Ks^{-1}	T_{γ} / K
0,05; 0,5; 5	1.183, 1.223, 1.273, 1.323, 1.373, 1.423, 1.473, 1.523

do libertad de movimiento a las fronteras, lo que da lugar a un rápido crecimiento del $3DTGA$. Por otra parte, en la figura 1 puede observarse también que el crecimiento de grano es muy sensible a la velocidad de calentamiento, habiéndose encontrado que cuanto mayor es la velocidad de calentamiento, más lento es el crecimiento de grano austenítico. En la figura 2 se muestra la evolución de la microestructura austenítica durante un calentamiento a 0,5 y 5 K/s hasta tres temperaturas distintas de austenización.

De acuerdo con el espectro de *EDS* de la figura 3, el análisis de los precipitados presentes en la matriz del acero estudiado indica que éstos son de carbonitruro de niobio. El pico del 'Cu' en este espectro corresponde a la malla de cobre que sustenta la réplica. En relación con su tamaño, midiendo directamente sobre las réplicas de carbono se ha obtenido un radio promedio, r_p , de $0,01 \pm 0,004 \mu m$ a una temperatura justo por encima de la temperatura Ac_3 , a la cual

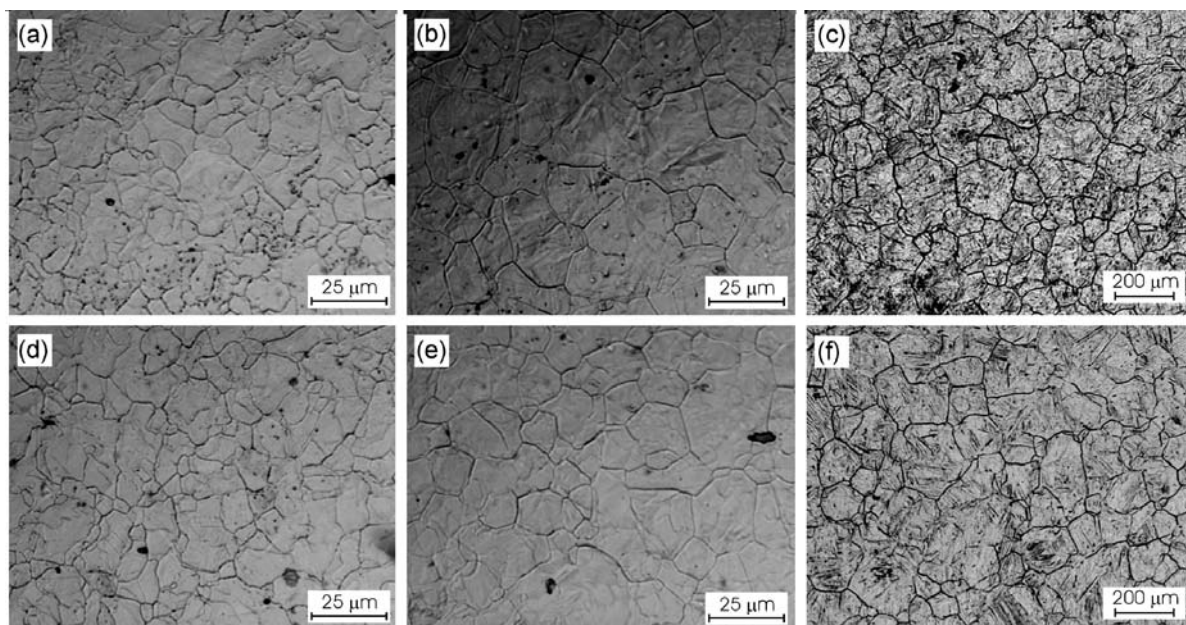


Figura 2. Microestructura austenítica obtenida durante un calentamiento continuo at 0,5 K/s (a)-(c) y 5 K/s (d)-(f); a diferentes temperaturas de austenización (a), (d) 1,323K, (b), (e) 1,423K and (c), (f) 1,523K .

Figure 2. Prior austenite microstructure obtained after a continuous heating at 0,5 K/s (a)-(c) and 5 K/s (d)-(f); at different austenitization temperatures (a) 1,323K, (b) 1,423K and (c) 1,523K.

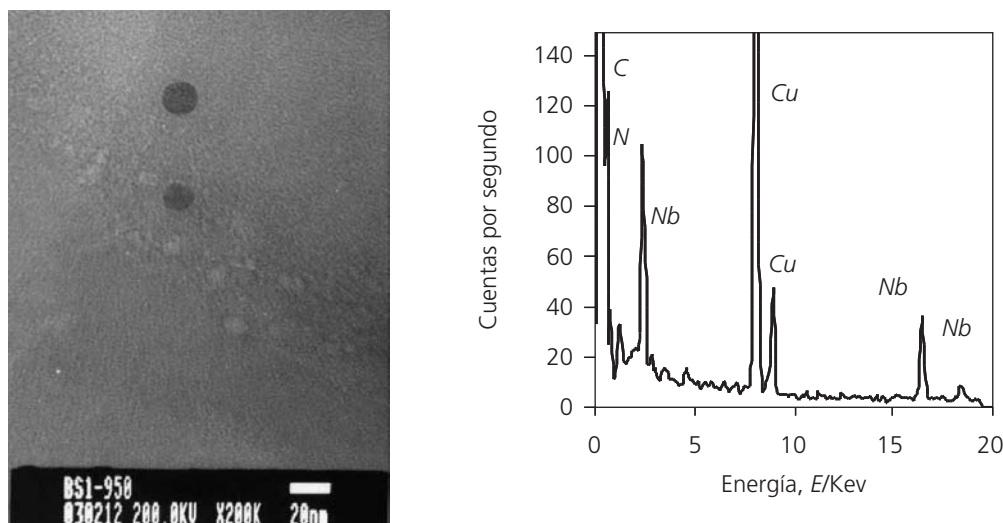


Figura 3. Carbonitruro de niobio precipitado en la matriz austenítica.

Figure 3. Niobium carbonitride precipitated in the austenitic matrix.

se completa el proceso de austenización del acero y cuyo valor, determinado experimentalmente en un trabajo anterior [39], es de 1.168 ± 3 K.

La temperatura de crecimiento libre de grano (T_{CL}) se define como la temperatura a la cual comienza un crecimiento anómalo de grano con un rápido y no uniforme aumento de tamaño [8, y 40]. Tal como fue mencionado anteriormente en relación con la figura 1, en el acero estudiado se ha detectado un crecimiento de grano austenítico en dos etapas; : en una primera etapa, al aumentar $T\gamma$, los granos crecen de forma lenta y uniforme bajo el efecto de pinzamiento producido por los carbonitruros de niobio hasta que se alcanza la temperatura T_{CL} . A esta temperatura, algunos granos permanecen pinzados mientras que otros tienen ya un crecimiento rápido, lo que da lugar a la formación de una distribución bimodal de tamaños de grano, conocida también como microestructura con tamaño de grano duplex. Para calentamientos superiores a T_{CL} desaparece el efecto de pinzamiento y se produce un crecimiento libre y rápido de los granos austeníticos. Una valoración geométrica de las curvas de la figura 1 ha permitido estimar las temperaturas T_{CL} para las tres velocidades de calentamiento que se indican en la tabla IV, donde se recogen también el $3DTGA$ promedio determinado para esas temperaturas.

De los resultados de la tabla IV se deduce que cuanto más alta es la velocidad de calentamiento, mayor es la temperatura T_{CL} . En efecto, a medida que aumenta V_c , la velocidad de disolución y de engrosamiento de los precipitados disminuye y, como consecuencia, aumenta la temperatura T_{CL} . Asimismo, estos resultados demuestran que el

Tabla IV. Resultados de T_{CL} y $3DTGA$ para las tres velocidades de calentamiento ensayadas.

Table IV. Results regarding the T_{CL} and $3DTGA$ for the three tested heating rates.

V_c /Ks ⁻¹	T_{CL} /K	$3DTGA$ / μ m
0,05	1.363	32
0,5	1.385	22
5	1.393	15

aumento de V_c produce valores de $3DTGA$ más pequeños, debido a que, a cada temperatura se dispone de menor tiempo para desarrollar el proceso de crecimiento de grano y, como consecuencia, el $3DTGA$ es tanto menor cuanto mayor es la velocidad de calentamiento.

Por otra parte, los resultados obtenidos para las temperaturas T_{CL} (Tabla IV) son muy aproximados a los obtenidos en otros trabajos experimentales [5, 8, y 40] para aceros microaleados con contenidos de Nb niobio y con carbono equivalente ($C_{eq} = C + (12/14)N = 0,07-0,09$ %) similares a los del acero estudiado en este trabajo. Como se verá posteriormente, en el cálculo del producto de solubilidad del carbonitruro de niobio, la temperatura T_{CL} a la velocidad de 0,05 K/s es unos 70 K más baja que la temperatura de disolución completa de los carbonitruros de niobio (T_{DIS}). Este resultado también coincide con los trabajos antes citados [5, 8 y 40], en los que se estima que la pérdida del efecto de pinzamiento en las fronteras de grano se produce cuando los precipitados se

Tabla V. Valores empleados para la resolución de la ecuación (6).

Table V. Values used for the calculation of equation (6).

	Símbolo	Valor	Referencia
Coefficiente de difusión en volumen del Nb en la austenita	$D_v/\mu\text{m}^2\text{s}^{-1}$	$0,83 \times 10^8 \exp(-266500/RT)$	[40]
Energía interfacial	$\sigma/\text{J}\mu\text{m}^{-2}$	$0,5 \times 10^{-12}$	[41]
Volumen molar de NbCN	$V_m/\mu\text{m}^3\text{mol}^{-1}$	$1,28 \times 10^{13}$	[41]
Constante de gases ideales	$R/\text{J}\text{K}^{-1}\text{mol}^{-1}$	8,31	
Radio del NbCN en Ac_3	$r_0/\mu\text{m}$	$0,01 \pm 0,004$	

disuelven y engrosan a un nivel en el que la fuerza de pinzamiento es inferior a un valor crítico que se alcanza a una temperatura inferior a T_{DIS} .

A continuación se propone un modelo que permite predecir el crecimiento de grano austenítico bajo el efecto de pinzamiento, es decir, el producido durante el calentamiento continuo hasta temperaturas $T_g < T_{CL}$. Para ello, es necesario analizar la evolución del radio y de la fracción de volumen de los precipitados de carbonitruro de niobio durante el calentamiento continuo a velocidad constante. En este sentido, es conocido que son dos los efectos producidos en los precipitados durante el calentamiento por debajo de T_{DIS} ; por un lado, se reduce la fracción de volumen de los precipitados y, por otro, se aumenta la velocidad de engrosamiento de los mismos debido a la mayor concentración de soluto en solución sólida. De acuerdo con la ecuación (1), ambos efectos contribuyen a aumentar el \bar{D}_{crit} durante el calentamiento.

De acuerdo con Lifshitz y Slyozov [41], la variación del radio del carbonitruro de niobio durante un tratamiento isotérmico a la temperatura T puede expresarse como:

$$r^3 = (r_0^3) + (4\sigma V_m D_v [Nb]t) / (9RT) \quad (3)$$

donde, r es el radio del carbonitruro en micras, r_0 es el radio del precipitado a la temperatura (Ac_3) a la que finaliza la formación de austenita, T es la temperatura absoluta, t es el tiempo en segundos, σ es la energía interfacial entre el precipitado y la matriz, V_m es el volumen molar de carbonitruros, D_v es el coeficiente de difusión en volumen del niobio en la austenita, $[Nb]$ es el contenido de niobio, en % en masa, en solución sólida en equilibrio con la matriz de austenita y R es la constante de los gases ideales. La difusividad del niobio en la austenita es mucho menor que la difusividad del carbono o del nitrógeno en esa fase, por lo que la difusión en volumen del niobio debe ser lo que controla la velocidad del proceso de engrosamiento de los carbonitruros de niobio. La cantidad de niobio en solución sólida puede calcularse a partir de la siguiente expresión

del producto de solubilidad del carbonitruro de niobio [42 y, 43].

$$\text{Log } [Nb] [C + (12/14)N] = 2.26 - (6770/T) \quad (4)$$

donde, C y N son, respectivamente, los contenidos de carbono y nitrógeno, en % en masa, en solución sólida y T es la temperatura en K.

Teniendo en cuenta que este estudio intenta modelizar el crecimiento de grano en condiciones isotérmicas, sino durante el calentamiento continuo efectuado a velocidad constante, derivando la ecuación (3) respecto al tiempo e introduciendo el cambio de variable $Vc = dT/dt$, se obtiene:

$$r^2 dr = (4\sigma V_m D_v [Nb]) dT / 27VcRT \quad (5)$$

Esta expresión permite calcular la variación del radio del precipitado al aumentar un dT la temperatura. Integrando el primero y segundo miembro de la ecuación (5) en los intervalos $[r_0, r]$ y $[Ac_3, T]$, respectivamente, se obtiene la siguiente expresión que describe el crecimiento de los carbonitruros de niobio como una función de la temperatura de austenización y de la velocidad de calentamiento:

$$r^3 = r_0^3 + (4\sigma V_m 9RVc) \int_{Ac_3}^T (DV [Nb] / T) dT \quad (6)$$

Para la resolución de esta ecuación se han empleado los valores que se recogen en la tabla V, donde se indican las referencias de las que han sido obtenidos.

Introduciendo las composiciones del acero estudiado en la ecuación (4), se obtiene una temperatura $T_{DIS} = 1.437$ K. Esta temperatura de disolución de los precipitados resulta ser muy similar a la obtenida con el programa MTDATA [44] (1.423 K), cuando se asume que en la microestructura inicial todo el Nb se encuentra formando carbonitruros. La fracción de volumen de carbonitruros en equilibrio con la fase austenítica a cada temperatura ha sido calculada también con el MTDATA y sus resultados se repre-

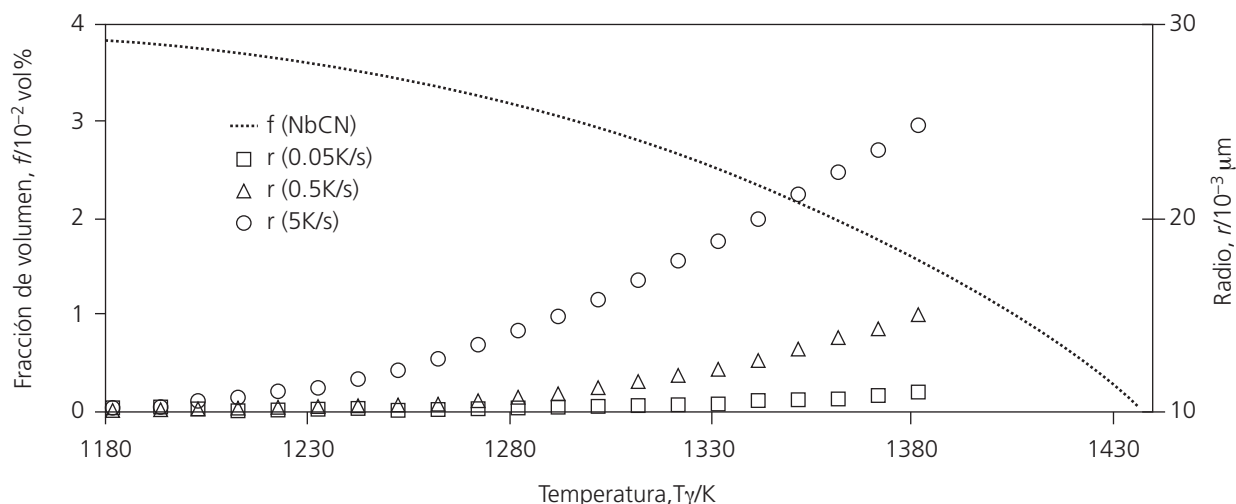


Figura 4. Evolución del radio de los carbonitruros de niobio, r , con la velocidad de calentamiento y la temperatura (ecuación (6)). También se muestra la evolución de la fracción de volumen de equilibrio de los carbonitruros de niobio, f (curva discontinua).

Figure 4. Evolution of the radius of niobium carbonitrides with heating rate and temperature (equation (6)). Evolution of the equilibrium volume fraction of niobium carbonitrides is also shown (dashed line).

sentan en la figura 4. Asimismo, en esta misma figura se representan los resultados de la evolución del radio promedio de las partículas de carbonitruro de niobio en función de la temperatura y la velocidad de calentamiento, que han sido obtenidos a partir de la ecuación (6).

Por otra parte, en este trabajo se propone un nuevo modelo para predecir el crecimiento de grano austenítico durante el calentamiento continuo en presencia de precipitados de carbonitruro de niobio. Así, para cuantificar el $3DTGA$ bajo el efecto de pinzamiento producido por los carbonitruros de niobio, se propone la siguiente expresión, en la que el parámetro a estima la influencia que tienen los ciclos de calentamiento continuo fuera del equilibrio sobre el valor de r/f .

$$\bar{D}_{crit} = \beta \left(\alpha \frac{r}{f} \right) \quad (7)$$

En esta expresión se ha asumido que la fracción de volumen de carbonitruros en equilibrio, f , y el contenido en equilibrio de niobio en solución sólida, $[Nb]$, a cada temperatura, únicamente se alcanza para una velocidad de calentamiento de 0,05 K/s o inferior. De esta forma, para condiciones de equilibrio (0,05 K/s) se obtendrá un valor de $\alpha=1$.

Dado que la ecuación (7) sólo es válida para temperaturas inferiores a T_{CL} , de acuerdo con los resultados de la tabla IV, para $V_C = 0,05$ K/s, dicha ecuación será válida para las temperaturas de ensayo comprendidas entre 1.183 K to y 1.323 K y, para

Tabla VI. Valores experimentales de los parámetros a y b .

Table VI. Experimental values of the parameters a and b .

V_C/Ks^{-1}	a	b
0,05	1	0,44
0,5	0,86	0,44
5	0,80	0,44

los calentamientos a velocidades de 0,5 y 5 K/s, el intervalo de las temperaturas de ensayo válidas será entre 1.183 K y 1.373 K. La figura 5 representa la evolución de los valores experimentales de $3DTGA$ frente a los valores calculados de r/f en los intervalos de temperatura antes mencionados, para las tres velocidades de calentamiento ensayadas. A partir de la pendiente de las rectas en las que se han ajustado los puntos experimentales correspondientes a cada V_C (líneas de trazos en la figura 5), pueden calcularse los valores de los parámetros β y α . Para ello, teniendo en cuenta que, para un acero determinado, β no varía con la temperatura y la velocidad de calentamiento, y asumiendo la aproximación bajo la cual a 0,05 K/s se alcanza el equilibrio a cada temperatura ($\alpha_{0,05}=1$), la tabla VI recopila los valores β y α obtenidos de la figura 5. Como es lógico, el valor de a disminuye a medida que aumenta la velocidad de calentamiento. Los valores de β encajan perfectamente dentro de los valores límite deduci-

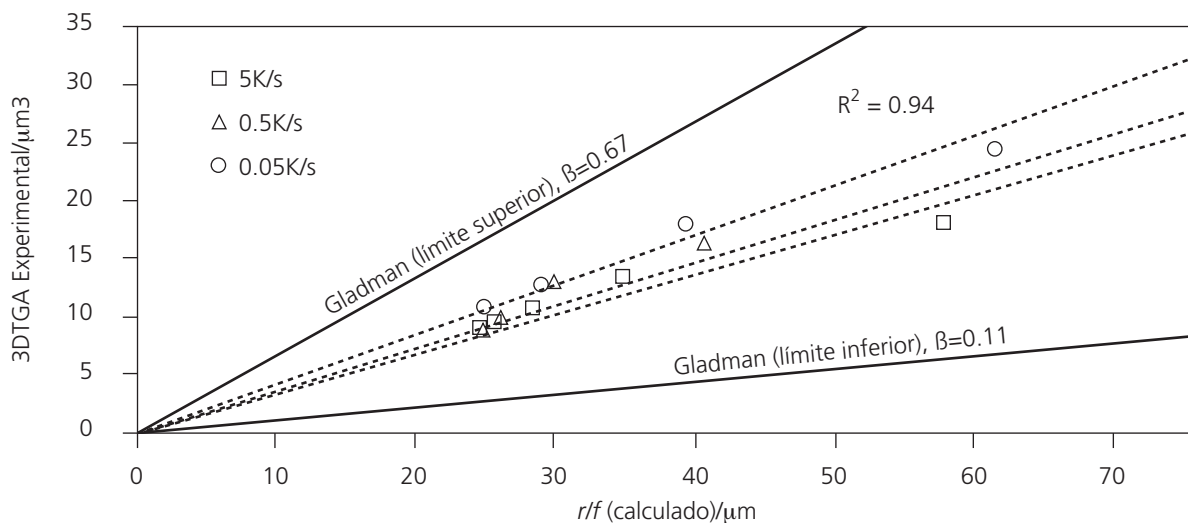


Figura 5. Relación entre el 3DTGA crítico promedio, $\bar{r/f}$, y para las tres velocidades de calentamiento comparado con los límites dados por Gladman^[4]

Figure 5. Relationship between average critical 3DPAGS, $\bar{r/f}$, and for the three heating rates compared with limits given by Gladman^[4].

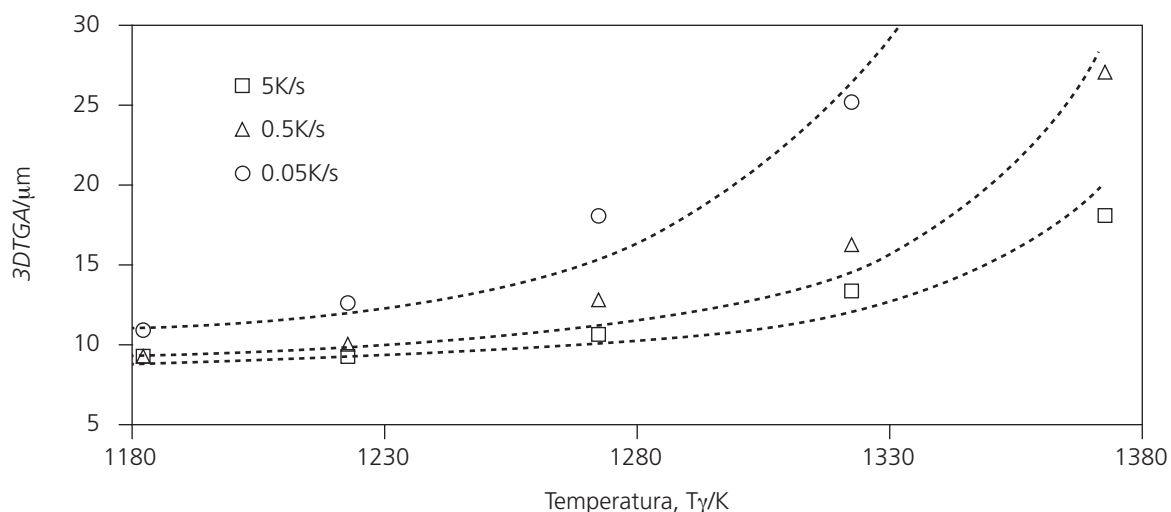


Figura 6. Comparación entre los datos experimentales (puntos) y teóricos (curvas discontinuas) de $\bar{r/f}$ durante un calentamiento continuo.

Figure 6. Comparison between the experimental (open points) and theoretical (dot lines) values of $\bar{r/f}$ during a continuous heating.

dos por la teoría de Gladman ^[45] para este parámetro (figura 5).

A partir de las ecuaciones (6) y (7), de los valores de la tabla VI y de los resultados de $\bar{r/f}$ obtenidos por MTDATA, se puede predecir la evolución del 3DTGA durante el calentamiento continuo de un acero microaleado al niobio hasta temperaturas inferiores a T_{CL} . En la figura 6 se puede comprobar que el modelo propuesto predice, con una buena aproximación, los resultados experimentales del 3DTGA obtenidos a

cada temperatura por calentamientos continuos a las tres velocidades ensayadas.

4. CONCLUSIONES

- Durante el calentamiento continuo del acero microaleado al niobio estudiado en este trabajo, se observa un crecimiento del grano austenítico en dos etapas claramente diferenciadas, que tiene su origen en la existencia de carbonitruros de

niobio en la fase austenita. Se han obtenido las temperaturas de crecimiento libre de grano austenítico para tres velocidades de calentamiento diferente, comprobándose que son entre 40 y 70 K inferiores a sus correspondientes temperaturas de disolución. Asimismo, se ha podido demostrar que a medida que aumenta la velocidad de calentamiento, aumenta la temperatura de crecimiento libre y disminuye el tamaño de grano a dicha temperatura.

- Se ha propuesto un nuevo modelo basado en la teoría de Zener, que permite predecir de forma fiable el crecimiento de grano austenítico que se produce, bajo los efectos del pinzamiento debido a los precipitados, durante el calentamiento continuo del acero estudiado a diferentes velocidades. Dicho modelo ha sido validado con éxito por resultados experimentales.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia y Tecnología la financiación del Proyecto de Investigación y Desarrollo Tecnológico Modalidad P4 (MAT2000-0412-P4-02). F.G. Caballero agradece al mismo Ministerio su ayuda en forma de contrato Ramón y Cajal (Programa RyC 2002).

REFERENCIAS

- [1] H.V. ATKINSON, *Acta Metall.* 36 (1988) 469-491.
- [2] N.T. BAKER, *Future Developments of Metals and Ceramics*, Institute of Materials, J.A. Charles, G.W. Greenwood and G.C. Smith (Eds.), Londres, (Inglaterra), 1992, J.A. Charles, G.W. Greenwood and G.C. Smith (Eds.), pp. 75.
- [3] T. KATAJARINNE, M. SOMANI, P. KARJALAINEN, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 329-334.
- [4] S.F. MEDINA, M. CHAPA, M. GOMEZ, A. QUISEPPE, V. LOPEZ y B. FERNANDEZ, *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 408-417.
- [5] T. GLADMAN y F. B. PICKERING, *J. Iron Steel Inst.* 205 (1967) 653-664.
- [6] R. COLADAS, J. MASOUNAVE, G. GUERIN y J.-P. BAILON, *Met. Sci.*, November (1977) 509-516.
- [7] G.R. SPEICH, L. J. CUDDY, C.R. GORDON y A.J. DEARDO, *Phase Transformations in Ferrrous Alloys*, TMS-AIME, A. R. Marder and J. I. Goldstein (Eds.), Warrendale, PA, (EE.UU.) 1984, A. R. Marder and J. I. Goldstein (Eds.), pp. 341.
- [8] L.J. CUDDY y J. C. RALEY, *Metall. Trans. A* 14 (1983) 1.989-1.995.
- [9] H. OHTANI, F. TERASAKI y T. KUNITAKE, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.* 12 (1972) 118-127.
- [10] N. J. PETCH, *J. Iron Steel Inst.* 174 (1953) 25-28.
- [11] A. GRANGE, *Trans. Am. Soc. Met.* 59 (1966) 26.
- [12] S. KIM, S. LEE y B. S. LEE, *Mater. Sci. Eng. A* 359 (2003) 198-209.
- [13] J. KUSIAK y R. KUZIYAK, *J. Mater. Process. Technol.* 127 (2002) 115-121.
- [14] A. DI SCHINO, M. BARTERI y J.M. KENNY, *J. Mater. Sci.* 38 (2003) 4.725-4.733.
- [15] W.B. MORRISON, *ASM Trans.* 59 (1966) 824-846.
- [16] Y.M. WANH, M.W. CHEN, F.H. ZHOU y E. MA, *Nature* 419 (2002) 912-915.
- [17] D. WITKIN, Z. LEE, R. RODRIGUEZ, S. NUTT y E. LAVERNIA, *Scripta Scr. Mater.* 49 (2003) 297-302.
- [18] C. ZENER, quoted by C. S. SMITH, *Trans. AIME* 175 (1948) 15-51.
- [19] M. HILLERT, *Acta Metall.* 13 (1965) 227-238.
- [20] T. GLADMAN, *Proceedings Proc. of the Royal R. Society Soc.* 294A (1966) 298.
- [21] N. A. HAROUN y D. W. BUDWORTH, *J. Mater. Sci.* 3 (1968) 326-328.
- [22] N. A. HAROUN, *J. Mater. Sci.* 15 (1980) 2816.
- [23] P. HELLMAN y M. HILLERT, *Scand. J. Metall.* 4 (1975) 211-219.
- [24] N. RYUM, O. HUNDERI y E. NES, *Scr. Metall.* 17 (1983) 1.281-1.283.
- [25] E. NES, N. RYUM y O. HUNDERI, *Acta Metall.* 33 (1985) 11-22.
- [26] P.R. RIOS, *Acta Metall.* 35 (1987) 2.805-2.814.
- [27] Y. OGINO, *Tetsu-to-Hagane* 57 (1971) 533.
- [28] N.E. HANNERZ y F. de KAZINCZY, *J. Iron Steel Inst.* 208 (1970) 475-481.
- [29] F. C. HULL y W. J. HOUK, *J. Met.* April (1953) 565-572
- [30] C. GARCIA-DE-ANDRES, M. J. BARTOLOME, C. CAPDEVILA, D. SAN MARTIN, F. G. CABALLERO, V. LOPEZ, *Mater. Charact.* 46 (2001) 389-398.
- [31] C. GARCIA-DE-ANDRES, F.G. CABALLERO, C. CAPDEVILA, D. SAN MARTIN, *Mater. Charact.* 4 (2003) 121-127.
- [32] G. R. BOOKER, J. NORBURY, *British Br. J. Appl. Phys.* 8 (1957) 109.
- [33] C. P. SCOTT, D. CHALEIX, P. BARGES, V. REBISCHUNG, *Scr. Mater.* 47 (2002) 845-849.
- [34] S. G. HONG, H. J. JUN, K. B. KANG, C. G. PARK, *Scr. Mater.* 48 (2003) 1201-1206.
- [35] A. FUKAMI, *Jeol News*, July (1967) 5-7.
- [36] J.E. MANCILLA, C.A. HERNANDEZ, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 188-192.
- [37] F. PEÑALBA, C. GARCIA-DE-ANDRES, M. CARSI, F. ZAPIRAIN, *J. of Mater. Sci.* 31 (1996) 3.847-3.852.

- [38] C. GARCIA-DE-ANDRES, C. CAPDEVILA, F. G. CABALLERO, D. SAN MARTIN, *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 565-571.
- [39] D. SAN MARTIN, Tesis Doctoral, Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Complutense of Madrid, 2003, pp.159.
- [40] E.J. PALMIERE, C.I. GARCIA y A.J. DEARDO, *Metall. Mater. Trans. A* 25 (1994) 277-286.
- [41] I.M. LIFSHITZ y V.V. SLYOZOV, *J. Phys. Chem. Solids* 19 (1961) 35-50.
- [42] H. S. ZUROB, C.R. HUTCHINSON, Y. BRECHET y G. PURDY, *Acta Mater.* 50 (2002) 3075-3092.
- [43] B. DUTTA, E. VALDES, C.M. SELLARS, *Acta Metall. Mater.* 40 (1992) 653-662.
- [44] H. DAVIES, *MTDATA*, National Physical Laboratory, Teddington, (Inglaterra), 2003.
- [45] T. GLADMAN, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, The Institute of Materials, Londres, (Inglaterra), 1997, pp.176.