

# Diagrama de Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) de un acero microaleado al vanadio<sup>(\*)</sup>

A.B. Quispe<sup>(\*)</sup> y S.F. Medina<sup>(\*)</sup>

**Resumen** Se describe un método desarrollado en el CENIM, que permite estudiar la interacción de la recristalización-precipitación inducida por deformación de un acero microaleado al vanadio. Mediante ensayos de torsión, y aplicando el método *back extrapolation*, se ha determinado la fracción recristalizada a diferentes temperaturas. Cuando la precipitación comienza, la fracción recristalizada se desvía de la ecuación de Avrami y esto permite conocer el instante en que la precipitación comienza ( $P_s$ ) y el instante en que termina ( $P_f$ ). De este modo, se pueden trazar los diagramas Recristalización- Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT), que muestran gráficamente la interacción Recristalización-Precipitación y que simultáneamente permiten la determinación de la temperatura crítica de recristalización estática (SCRT). Dicha temperatura crítica representa el límite entre las dos fases, antes y después de la precipitación.

Palabras clave: **Torsión. Interacción. Recristalización. Precipitación inducida. Diagramas RPTT.**

## Recrystallization-Precipitation-Time-Temperature (RPTT) diagram of a vanadium microalloyed steel

**Abstract** A method developed in the CENIM is described which allows to study the interaction recrystallization-induced precipitation by the deformation of vanadium microalloyed steel. By means of torsion test and applying the *back extrapolation* method, has been determined the recrystallized fraction to different temperatures. When the precipitation begins, the recrystallized fraction is separated of the Avrami's equation and this allows to know the instant the precipitation begins ( $P_s$ ) and the instant the precipitation finishes ( $P_f$ ). Thereby can be traced the Recrystallization-Precipitation-Time-Temperature (PTT) diagrams, which graphically show the interaction Recrystallization-Precipitation and simultaneously allows the determination of the static recrystallization critical temperature (SCRT). The mentioned temperature represents the limit between the two phases, before and after of the precipitation.

Keywords: **Torsion. Interaction. Recrystallization. Induced precipitation. RPTT diagrams.**

### 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros microaleados son generalmente aceros del tipo C-Mn, que se caracterizan por tener concentraciones menores de 0,15 % V, Nb o Ti, adicionados en forma individual o combinada, mejorando sus propiedades mecánicas (1) a través del afinado de grano y el endurecimiento por precipitación. La precipitación inducida por la deformación inhibe la recristalización y es responsable del endu-

recimiento de la austenita y, por lo tanto, de la obtención de microestructuras finas. El tratamiento termomecánico (TTM), bajo ciertas condiciones de operación (temperatura, tiempo, etc.) y la composición química del acero, determinarán la microestructura y por tanto las propiedades mecánicas.

La adición de un elemento microaleante retrasa la recristalización y hace que la cinética de recristalización se desvíe de la ecuación de Avrami (2), facilitando la determinación del instante en que comienza (período de incubación) y finaliza la precipitación inducida. Por ello, respecto a la recristalización, se identifican dos fases perfectamente diferenciadas, antes y después de la precipitación.

(\*) Trabajo recibido el día 17 de abril de 1997.

(\*) Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CSIC). Avda. de Gregorio del Amo, 8. 28040-Madrid.

En la primera fase, los aceros microaleados se comportan como los aceros tipo C-Mn, ya que todos los elementos están en solución. En la segunda fase, que comienza a la temperatura crítica de recristalización (SRCT), o temperatura a la cual comienza la inhibición de la recristalización como consecuencia de la precipitación inducida, los precipitados inhiben la recristalización durante un cierto tiempo. El tiempo que dura la inhibición aparece en forma de meseta cuando la fracción recristalizada es representada frente al tiempo a cualquier temperatura inferior a SRCT (3 y 4).

El contenido de vanadio apenas tiene influencia sobre la cinética de recristalización estática cuando los elementos están en solución, pero ejerce una notable influencia sobre el período de incubación de los precipitados y sobre el valor de SRCT (4).

La energía de activación, se determina tomando como base la expresión del parámetro  $t_{0,5}$  de la ecuación de Avrami. Esta energía es constante antes de la precipitación y es algo más compleja después de la precipitación (4).

La cinética de la recristalización estática de la austenita obedece a la ecuación de Avrami y se expresa como:

$$X_a = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{t}{t_{0,5}} \right)^n \right] \quad [1]$$

donde  $t_{0,5}$  es el tiempo correspondiente al 50 % del volumen recristalizado y depende de la temperatura, deformación, velocidad de deformación, tamaño de grano y composición química del acero, según la expresión:

$$t_{0,5} = A \epsilon^p \dot{\epsilon}^q D^s \exp \frac{Q}{RT} \quad [2]$$

donde  $\epsilon$  es la deformación,  $\dot{\epsilon}$  es la velocidad de deformación en  $s^{-1}$ ,  $Q$  es la energía de activación en  $J \text{ mol}^{-1}$ ,  $R = 8,3144 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ,  $T$  es la temperatura absoluta,  $D$  es el tamaño de grano en  $\mu\text{m}$  y  $p$ ,  $q$ ,  $s$  son constantes.

En cuanto a  $n$ , para algunos autores (5) debe ser un valor constante, próximo a 2, y para otros (6) varía dependiendo, aunque en menor medida, de las variables mencionadas para el parámetro  $t_{0,5}$ .

Recientes estudios han modificado la forma de obtener SCRT y establecen una nueva concepción del fenómeno de la recristalización en la segunda fase, es decir, cuando la precipitación ha finalizado. El conocimiento de SCRT en un acero microaleado es de gran importancia en la laminación en caliente, debido a que el intervalo de temperaturas (SCRT- $A_{r3}$ ) representa la región donde es necesario aplicar las últimas deformaciones (pasos) para obtener un fuerte endurecimiento de la austenita (*pancaking*). La consecuencia de esto es que la ferrita obtenida

después de la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$  es mucho más fina.

En el presente trabajo se estudia, mediante ensayos de torsión, la interacción recristalización-precipitación inducida para un acero microaleado al vanadio y sus resultados se ilustran sobre el diagrama de Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) construido.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En la tabla I se muestra la composición química del acero estudiado, fabricado en una instalación de refusión bajo electroescoria (ESR) capaz de producir lingotes de 30 kg. Los ensayos de torsión en caliente se realizaron en una máquina completamente automatizada y de gran precisión.

Las probetas usadas para torsión tenían 50 mm de longitud útil y 3 mm de radio. Durante el ensayo la probeta era protegida por una corriente de argón para evitar la oxidación.

Previamente a la deformación, la probeta era calentada hasta 1.200 °C durante 10 min y a continuación la temperatura era reducida rápidamente hasta la temperatura de ensayo. La deformación equivalente aplicada fue 0,35 y la velocidad de deformación fue siempre de 3,63  $s^{-1}$ , calculadas ambas sobre la superficie cilíndrica de la probeta, de acuerdo con el criterio de Von Mises (7). Las fracciones recristalizadas se determinaron a diferentes temperaturas utilizando el método conocido como *back extrapolation* (8).

El tamaño del grano austenítico a la temperatura de austenización (1.200 °C) se determinó mediante temple y posterior análisis metalográfico de 20 campos aplicando la técnica de la intersección lineal. También se determinaron las microestructuras al comienzo y final de la meseta con el fin de ilustrar el fenómeno de la inhibición de la recristalización por efecto de la precipitación.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1 muestra la fracción recristalizada frente al tiempo a diferentes temperaturas, para una

TABLE I.— Composición química (% en masa) y tamaño de grano ( $D_\gamma$ ) a 1.200 °C  $\times$  10 min del acero estudiado

TABLE I.— Chemical composition (% wt) and grain size ( $D_\gamma$ ) at 1,200 °C  $\times$  10 min of the steel used

C	Si	Mn	V	S	P	N, ppm	O, ppm	$D_\gamma$ , $\mu\text{m}$
0,37	0,24	1,42	0,120	0,013	0,011	151	53	157

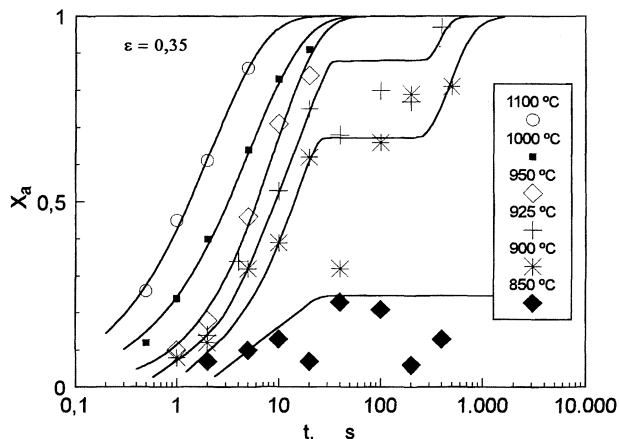


FIG. 1.— Fracción recrystalizada ( $X_a$ ) frente al tiempo, para una deformación de 0,35.

FIG. 1.— Recrystallized fraction ( $X_a$ ) against the time for a strain of 0.35.

deformación de 0,35 y velocidad de deformación de 3,63 s<sup>-1</sup>. Se observa el comienzo de una meseta sobre las curvas correspondientes a 925, 900 y 850 °C, respectivamente, y una vez que la meseta ha finalizado, las curvas vuelven a ascender, completándose la recrystalización. La formación de las mesetas se debe a la precipitación inducida y su comienzo y fin se identifican aproximadamente con el comienzo y final de la precipitación (9). Observaciones realizadas en el microscopio de transmisión muestran que el comienzo de la meseta no coincide exactamente con el comienzo de la precipitación, habiéndose estimado una precipitación de aproximadamente el 5 % en volumen (10).

Las curvas que corresponden a temperaturas superiores a 925 °C, muestran la forma habitual de la ley de Avrami para la recrystalización. A temperaturas inferiores a 925 °C, las curvas muestran siempre la meseta, cuyo comienzo va teniendo lugar a fracciones recrystalizadas cada vez menores.

Se deduce que la precipitación inducida es capaz de bloquear momentáneamente la recrystalización y, si este tiempo se aprovecha en la laminación o en cualquier otro proceso de conformación en caliente, podría obtenerse una austenita ( $\gamma$ ) muy deformada y, en consecuencia, una ferrita ( $\alpha$ ) muy fina después de la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$ .

El tamaño de grano austenítico a la temperatura de austenización fue de 156  $\mu\text{m}$  (Fig. 2), un valor ligeramente menor a otros aceros al vanadio, debido a que el alto contenido de vanadio no es significativo en la disminución del tamaño de grano de la austenita (4). En la figura 3 se muestra la microestructura correspondiente a una deformación de 0,35, temperatura de 900 °C y tiempo de recrystalización de 40 s, algo superior al tiempo de comienzo de la meseta (25 s). La fracción recrystalizada fue

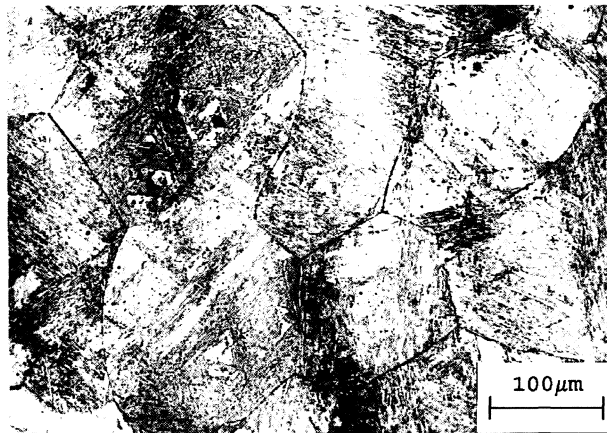


FIG. 2.— Microestructura del grano austenítico a 1.200 °C  $\times$  10 min.  $D_0 = 156 \mu\text{m}$ .

FIG. 2.— Microstructure of austenite grain at 1,200 °C  $\times$  10 min.  $D_0 = 156 \mu\text{m}$ .

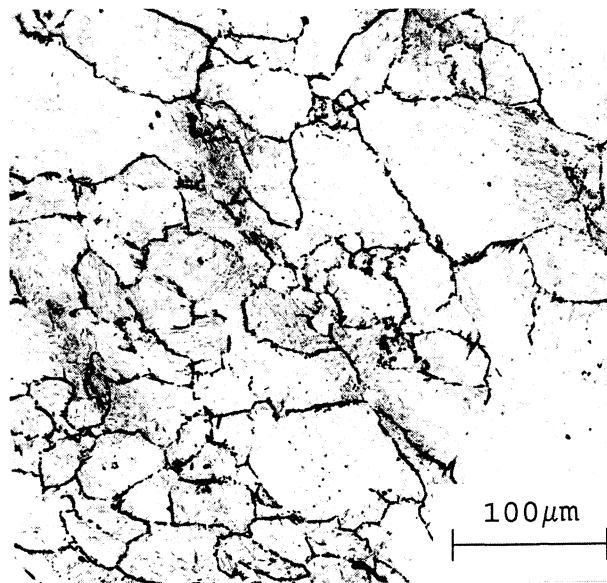


FIG. 3.— Microestructura del grano austenítico.  $\epsilon = 0,35$ ;  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{rec}} = 40 \text{ s}$ ;  $X_{\text{am}} = 0,60$ ;  $X_{\text{ac}} = 0,65$ .

FIG. 3.— Microstructure of austenite grain.  $\epsilon = 0,35$ ;  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{rec}} = 40 \text{ s}$ ;  $X_{\text{am}} = 0,60$ ;  $X_{\text{ac}} = 0,65$ .

medida por microscopía óptica ( $X_{\text{am}} = 0,60$ ) y su comparación con la fracción recrystalizada determinada por el método *back extrapolation* ( $X_{\text{ac}} = 0,65$ ) indica que dicho método es de razonable precisión.

En la figura 4 se muestra la microestructura correspondiente a un tiempo de 250 s, deformada en las mismas condiciones de deformación y temperatura. En este caso la fracción recrystalizada medida fue de 0,70 y la determinada por *back extrapolation* fue de aproximadamente 0,68 (Fig. 1).

De la figura 1 se obtuvieron datos de las diferentes fracciones de recrystalización, como es 0,1, 0,3, 0,5, 0,9 y 0,95 a las diferentes temperaturas de

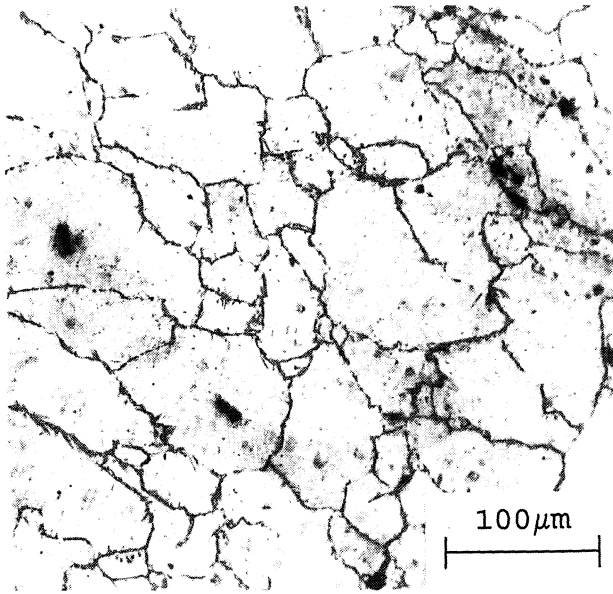


FIG. 4.— Microestructura del grano austenítico.  $\epsilon = 0,35$ ;  $T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{rec}} = 250\text{ s}$ ;  $X_{\text{am}} = 0,70$ ;  $X_{\text{ac}} = 0,68$ .

FIG. 4.— Microstructure of austenite grain.  $\epsilon = 0.35$ ;  $T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{rec}} = 250\text{ s}$ ;  $X_{\text{am}} = 0.70$ ;  $X_{\text{ac}} = 0.68$ .

ensayo y también los tiempos iniciales ( $P_s$ ) y finales ( $P_f$ ) de la precipitación inducida. De este modo, se trazó el diagrama Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) con las fracciones de recristalización mencionadas, como se muestra en la figura 5. De la intersección de las curvas de distinta fracción recristalizada con la curva  $P_s$ , se obtiene la figura 6. En esta última, la intersección de la recta de regresión con la horizontal trazada por la fracción recristalizada igual a 1, permite determinar SCRT, siendo en este caso de 1.201 K (928 °C), y que también representa la asíntota para las curvas  $P_s$  y  $P_f$  de la figura 5.

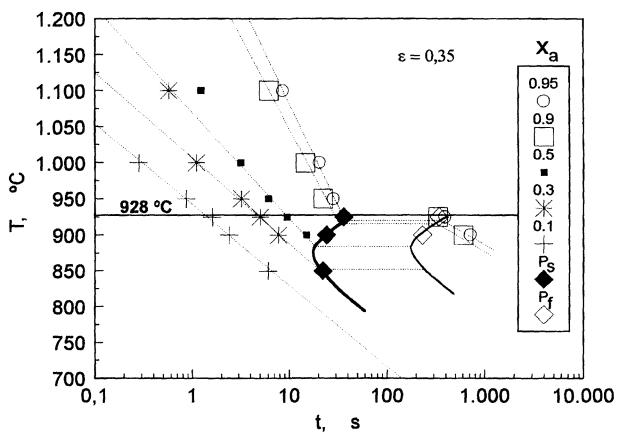


FIG. 5.— Interacción recristalización-precipitación, diagrama RPTT, para  $\epsilon = 0,35$ .

FIG. 5.— Interaction recrystallization-precipitation, RPTT diagram, for  $\epsilon = 0.35$ .

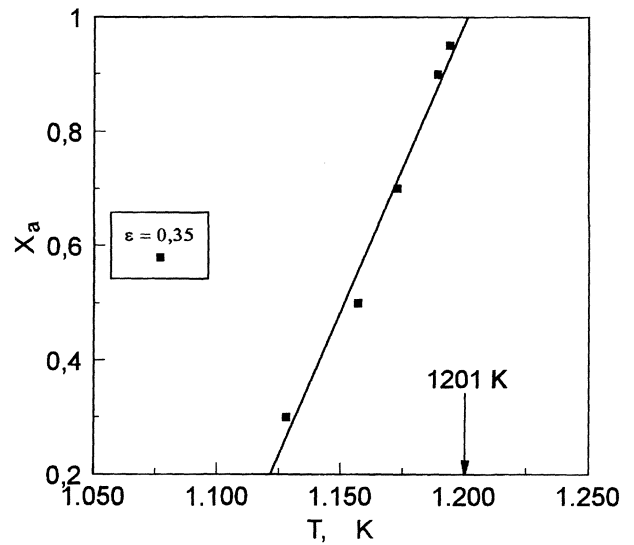


FIG. 6.— Variación de diferentes fracciones recristalizadas ( $X_a$ ), frente a la temperatura absoluta, para  $\epsilon = 0,35$ .

FIG. 6.— Variation of different recrystallized fractions ( $X_a$ ), against the absolute temperature for  $\epsilon = 0.35$ .

La tabla II contiene el valor de SCRT y el período mínimo de incubación, correspondiente a la “nariz” de las curvas  $P_s$ , así como la temperatura de solubilidad deducida de los productos de solubilidad para nitruros y carburos de vanadio, respectivamente (11). Una comparación de los valores de SCRT con las temperaturas de solubilidad calculadas, permite identificar con buena aproximación la naturaleza química de los precipitados. Estos son nitruros de vanadio, ya que los carburos se forman a temperaturas más bajas. Se observa, además, que SCRT siempre es menor que la temperatura de solubilidad, debido a que la precipitación inducida por la deformación se aleja de las condiciones termodinámicas de equilibrio, con las que se

TABLA II.— Temperatura crítica de recristalización estática (SCRT); temperatura  $T_N$  de la “nariz” de  $P_s$ ; período de incubación  $t_N$  de la nariz de  $P_s$  y temperatura de solubilidad ( $T_s$ )

TABLE II.— Static critical recrystallization temperature (SCRT); nose temperature ( $T_N$ ) of  $P_s$ ; incubation time ( $t_N$ ) of nose and solubility temperature ( $T_s$ )

Deformación	SCRT, K (°C)	$P_s$ , “nariz”		$T_s$ , K (°C)
		$T_N$ , K (°C)	$t_N$ , s	
$\epsilon = 0,35$	1.201 (928)	1.151 (878)	18,5	VN: 1.365 (1.092) VC: 1.177 (904)

determinan los productos de solubilidad. Un incremento de la deformación disminuiría la temperatura de la nariz y también el período de incubación, además también es menor el intervalo durante el cual se produce la precipitación (2). A medida que la fracción recristalizada a la que se presenta la meseta disminuye, el período de incubación crece notablemente. Después de que la precipitación ha finalizado, las curvas de diferente fracción recristalizada tienen una pendiente menor en valor absoluto, pero continúan siendo paralelas igual que antes de la precipitación, y de acuerdo con la relación  $\ln t_{0,5} \propto Q/RT$ , la energía de activación ( $Q$ ) será mayor.

La intersección de  $P_s$ ,  $P_f$  y  $t_{0,5}$  da la temperatura en el instante que comienza y finaliza la precipitación al 50 % de recristalización. Esto se refleja al representar el logaritmo de  $t_{0,5}$  frente al inverso de la temperatura absoluta ( $1/T$ ). La figura 7 muestra los valores de  $t_{0,5}$ . La pendiente de cada recta multiplicada por la constante universal de los gases ( $R = 8,3144 \text{ J/mol/K}$ ) da el valor de  $Q$ , antes y después de la precipitación, de acuerdo con la ec. [2]. En la primera fase, el valor de  $Q$  resultó ser de 171.000 J/mol. En la segunda fase, después de la precipitación, la energía de activación fue de 397.000 J/mol. Es decir, el valor de la energía de activación cambia de una fase a otra y esto ocurre a temperatura constante durante el tiempo en que se produce la precipitación ( $P_f - P_s$ ). Después de la precipitación, la energía de activación crece significativamente, lo que se traduce, obviamente, en una mayor dificultad para que la austenita recristalice.

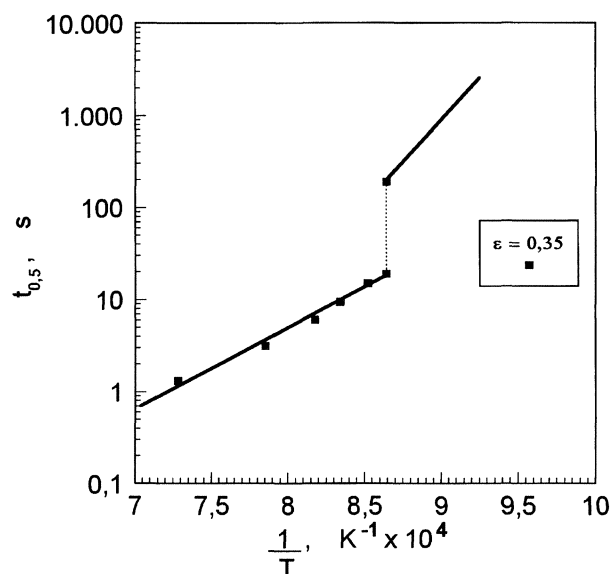


FIG. 7.— Variación del parámetro  $t_{0,5}$ , frente a la inversa de la temperatura absoluta, para  $\epsilon = 0,35$ .

FIG. 7.— Variation of parameter  $t_{0,5}$ , against the reciprocal of the absolute temperature for  $\epsilon = 0.35$ .

#### 4. CONCLUSIONES

- El método desarrollado permite determinar los diagramas RPTT, determinar la temperatura crítica de recristalización (SRCT) y conocer la interacción recristalización-precipitación.
- En la “nariz” de la curva  $P_s$  se produce el comienzo de la interacción recristalización-precipitación cuando la fracción recristalizada es de aproximadamente 0,5.
- Cuando la fracción es menor de 0,5, el período de incubación se hace cada vez mayor y cuando la fracción alcanza valores aún más bajos (< 0,2), la nucleación de los precipitados es prácticamente imposible.
- La temperatura SRCT es siempre menor que la temperatura de solubilidad.
- La energía de activación es mayor después de la precipitación.
- La obtención de estructuras finas en la laminación en caliente, especialmente en el tren de bandas, exige que los últimos pasos se realicen a temperaturas inferiores a SRCT.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) la financiación concedida al proyecto MAT 94-0798, en cuyo marco se ha realizado este trabajo, y a la Agencia Española de Cooperación Internacional (AECI), a través del Instituto de Cooperación Iberoamericana (ICI), la financiación de la estancia en el CENIM del coautor D. A. Quispe.

#### REFERENCIAS

- (1) GLADMAN, T. *Ironmaking Steelmaking*, 16 (4), 1989: 241-245.
- (2) MEDINA, S. F. *Rev. Metal. Madrid*, 31 (5), 1995: 314-319.
- (3) SAMUEL, F.H., YUE, S., JONAS, J.J. y ZBINDEN, B.A. *ISIJ Int.*, 29 (10), 1989: 878-886.
- (4) MEDINA, S.F., MANCILLA, J.E. y HERNANDEZ, C.A. *ISIJ Int.*, 34 (8), 1993: 689-696.
- (5) SELLARS, C.M. *Hot Working and Forming Processes*. Ed. SELLARS, C.M. y DAVIES, G.J. Metals Society. Londres, 1980: 3-15.
- (6) CHOQUET, P., LAMBERTERIE, B. y PERDRIX, C. *Proc. of the 4th Int. Steel Rolling Conf.* Ed. IRSID. Deauville (Francia), 1987, B5.1.
- (7) FAESSEL, A. *Rev. Metall. CIT*, 4, 1976: 875-892.
- (8) ANDRADE, H.L., AKBEN, M.G. y JONAS, J.J. *Metall. Trans. A*, 14A (10), 1983: 1.967-1.977.
- (9) MEDINA, S.F. y MANCILLA, J.E. *Acta Metall. Mater.*, 42 (12), 1994: 3.945-3.951.
- (10) QUISPE, A.B., VALLÉS, P. y MEDINA, S.F. *ISIJ Int.* 37(8), 1997: 783-788.
- (11) NARITA, K. *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 15, 1975: 145-152.