

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

Facultad de Ciencias Físicas

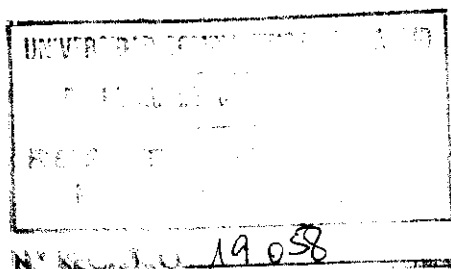
Departamento de Física de Materiales

BIBLIOTECA UCM



5303522395

**INFLUENCIA DE LA DEFORMACION
CONTROLADA DE LA AUSTENITA SOBRE
LAS PROPIEDADES MECANICAS DE
ALEACIONES FERREAS
HIPOEUTECTOIDES DOPADAS CON
VANADIO Y TITANIO.
ACCION DE LA PRECIPITACION DE SUS
COMPUESTOS INTERMETALICOS**



Félix Peñalba Díaz

Madrid, 1992

Colección Tesis Doctorales. N.º 80/92

X-53-19724-9

© Félix Peñalba Díaz

Edita e imprime la Editorial de la Universidad
Complutense de Madrid. Servicio de Reprografía.
Escuela de Estomatología. Ciudad Universitaria.
Madrid, 1992.
Ricoh 3700
Depósito Legal: M-12166-1992



La Tesis Doctoral de D. Felix Peñalba Diaz.....

.....
Titulada "Influencia de la deformación controlada de la austenita sobre las propiedades mecánicas de aleaciones ferreas hipoeutéctoides dopadas con vanadio y titanio. Acción de la precipitación de sus compuestos intermetálicos."
Director Dr. D. Miguel Pedro DE ANDRES SANZ.....

fue leída en la Facultad de CIENCIAS FÍSICAS.....
de la UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID, el día 30...
de mayo..... de 19 91., ante el tribunal

constituido por los siguientes Profesores:

PRESIDENTE Javier PIQUERAS DE NORIEGA.....
VOCAL Francisco MOLLEDA SANCHEZ.....
VOCAL José Antonio PERO-SANZ ELORZ.....
VOCAL Manuel CARSI CEBRIAN.....
SECRETARIO Antonio BALLESTER PEREZ.....

.....
habiendo recibido la calificación de

Apto Cum Laude por unanimidad

Madrid, a 30 de mayo de 19 91 .

EL SECRETARIO DEL TRIBUNAL.

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES

TÍTULO: INFLUENCIA DE LA DEFORMACIÓN CONTROLADA DE LA
AUSTENITA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE
ALEACIONES FERREAS HIPOEUTECTOIDES DOPADAS CON
VANADIO Y TITANIO. ACCIÓN DE LA PRECIPITACIÓN DE
SUS COMPUESTOS INTERMETÁLICOS.

AUTOR: FÉLIX PEÑALBA DÍAZ

DIRECTOR DE TESIS: DR. MIGUEL PEDRO DE ANDRÉS

Esta Tesis Doctoral fue leída el día 30 de Mayo de 1991 ante el siguiente Tribunal:

PRESIDENTE: ⇔ Dr. Javier PIQUERAS DE NORIEGA.

VOCALES: ⇔ Dr. Francisco MOLLEDA SANCHEZ.

⇔ Dr. José Antonio PERO-SANZ ELORZ.

⇔ Dr. Manuel CARSÍ CEBRIAN.

SECRETARIO: ⇔ Dr. Antonio BALLESTER PÉREZ.

y fue calificada de *Apto Cum Laude por unanimidad*.

Actuó como Ponente el Catedrático Dr. Cayetano SERNA ALCARAZ y fue dirigida por el Dr. Miguel P. DE ANDRÉS SANZ.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se ha realizado en INASMET, Centro Tecnológico de Materiales de San Sebastián, bajo la dirección del Dr. Ing. Miguel P. de Andrés Sanz, Profesor de Investigación del C.S.I.C y Director del C.E.N.I.M.

Al Departamento de Industria y Comercio del Gobierno Vasco que ha permitido con su ayuda económica, que este trabajo vea la luz.

Toda mi gratitud al Dr. M.P. De Andrés, por haber aceptado ser mi Director de Tesis y por sus continuos consejos y directrices y al Dr. C. Serna por haber aceptado ser mi ponente, y por su ayuda en la estructura y corrección del texto.

A D. J.M. Giral, Director General de Inasmet por su continuo apoyo en la realización de este proyecto de investigación.

A D. M.A. Olmos, al Dr. A.M. Irisarri, a D. J.C. García, al Dr. J.L. Viviente, a D.I. Garmendia, a D. F. Marín, a D.J. Eguizábal, a D. F. Zapirain y a D. M. Rodríguez, compañeros y colaboradores en INASMET por su especial colaboración en el trabajo experimental, en las discusiones de diversos puntos del trabajo en los cálculos y en la confección de las gráficas por ordenador.

Un agradecimiento especial a la Dra. I. Gutierrez del CEIT por su inestimable ayuda en la utilización de la microscopía de transmisión y al Dr. M. Fuentes por su amabilidad en permitirnos utilizarlo.

A mis colegas y amigos los Dres. M. Carsí y C. García por su apoyo en la realización del trabajo de simulación en la máquina de torsión, en la contrastación de los datos de dilatometría y por las numerosas discusiones tenidas sobre puntos fundamentales de este trabajo y cómo no, por la paciencia que han tenido para corregir el primer ejemplar.

Enfin, a todos mis compañeros de INASMET, que de una u otra manera han colaborado en la materialización de este trabajo, les transmito la expresión de mi más profunda gratitud y especialmente, a mi secretaria L. Vicente que ha confeccionado, tras numerosas correcciones, este trabajo.

INDICE

0.-	INTRODUCCION	7
1.-	ANTECEDENTES Y OBJETIVOS DEL TRABAJO	8
2.-	MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES	41
2.1	ALEACIONES ESTUDIADAS	41
2.2	DEFORMACION EXPERIMENTAL	43
2.2.1	Deformación experimental en el dominio austenítico γ ("caliente")	43
2.3	ANALISIS DILATOMETRICO	48
2.4	SIMULACION POR TECNICAS DE TORSION	50
2.4.1	Ductilidad en la región austenítica (γ) y en el dominio bifásico austeno-ferrítico ($\gamma+\alpha$)	53
2.4.2	Recristalización dinámica	53
2.4.3	Recristalización estática	53
2.4.4	Simulación por torsión de la deformación en fase γ ("caliente")	54
2.4.5	Simulación de la deformación en el dominio $\gamma+\alpha$ ("semicaliente")	55
2.5	EXÁMENES METALOGRAFICOS Y MICRODUREZAS: METALOGRAFIA CUANTITATIVA	56
2.5.1	Exámen metalográfico y microdurezas	56
2.5.2	Metalografía cuantitativa	56
2.6	EXAMENES CON MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION (TEM)	58
3.-	RESULTADOS	
3.1	TRANSFORMACIONES DE INEQUILIBRIO POR CICLOS ANISOTERMICOS. DIAGRAMAS DE ENFRIAMIENTO CONTINUO-CCT	59
3.2	EVOLUCION DE LAS ESTRUCTURAS DE LAS ALEACIONES EN FUNCION DE LOS PARAMETROS DE DEFORMACION	64
3.2.1	Crecimiento de grano de la fase austenítica (γ) durante el calentamiento	64
3.2.2	Recristalización y ecuación de Zener-Hollomon	69

3.2.2.1	<i>Recristalización</i>	69
3.2.2.2	<i>Ecuación de Zener-Hollomon</i>	82
3.2.3	<i>Variación de la ductilidad en la fase austenítica (γ)</i>	92
3.2.4	<i>Evolución de la estructura austenítica γ durante la deformación</i>	93
3.2.5	<i>Influencia de la temperatura de deformación final sobre las microestructuras finales</i>	103
3.2.6	<i>Variación de la ductilidad en la zona de existencia de las fases austenítica y ferrítica ($\gamma+\alpha$)</i>	108
3.2.7	<i>Evolución de la estructura austenítico-ferrítica durante la deformación a temperaturas intermedias (<u>dominio $\gamma+\alpha$</u>)</i>	110
3.2.8	<i>Influencia de la temperatura de deformación en el dominio bifásico ($\gamma+\alpha$) sobre las microestructuras finales</i>	119
3.3	PRECIPITACION DE LOS COMPUESTOS DE VANADIO Y TITANIO	122
3.3.1	<i>Naturaleza, morfología, número y distribución de los microprecipitados.</i>	122
3.3.2	<i>Acción de los precipitados en el control del grano austenítico y en el endurecimiento por precipitación de las tres aleaciones estudiadas</i>	125
3.4	VALORES E INFLUENCIA DEL CONSTITUYENTE BIFASICO LAMINAR PERLITICO EN LAS ALEACIONES MICROALEADAS CON V Y TI	129
3.4.1	<i>Valores de los parámetros del microconstituyente bifásico laminar (perlita)</i>	129
3.4.2	<i>Variación de la fracción de volumen de la perlita con la temperatura final de deformación.</i>	130

4.- DISCUSION DE LOS RESULTADOS

4.1	ACCION DEL CONTENIDO DE TITANIO EN LAS PROPIEDADES DE ESTAS ALEACIONES DOPADAS CON VANADIO Y TITANIO	134
4.1.1	<i>Relación del titanio con las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos (Diagramas CCT).</i>	134
4.1.2	<i>Relación del contenido de titanio con el tamaño de grano en el calentamiento</i>	135
4.1.3	<i>Relación del contenido de titanio con la ductilidad.</i>	135
4.1.4	<i>Relación del contenido de titanio con el tamaño de grano austenítico después de la deformación</i>	137
4.1.5	<i>Relación del contenido de titanio con el tamaño de grano ferrítico-perlítico final</i>	139

4.1.6	<i>Relación del contenido de titanio con la microestructura (fracción de volumen de las fases)</i>	139
4.1.7	<i>Relación del contenido de titanio con la microdureza final</i>	142
4.2	<i>RESOLUCION DE LA ECUACION DE HALL-PETCH MEDIANTE LAS ECUACIONES OBTENIDAS POR GLADMAN Y OTROS AUTORES EN LAS ALEACIONES FERREAS HIPOEUTECTOIDES DOPADAS CON V Y TI</i>	144
4.3	<i>COMPARACION DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LOS COMPONENTES DE AUTOMOCION (BIELAS) CONFORMADOS EN γ ("CALIENTE") Y LOS DEDUCIDOS TEORICAMENTE. INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE TITANIO EN LAS CARACTERISTICAS TEORICAS Y EN LAS EXPERIMENTALES</i>	149
4.3.1	<i>Comparación de los resultados obtenidos experimentalmente en las bielas conformadas en γ ("caliente") y los deducidos teóricamente mediante las ecuaciones de Gladman y la ley de Orowan y Ashby.</i>	149
4.3.2	<i>Relación entre los parámetros hallados experimentalmente sobre los componentes conformados y los que suministra el ensayo de torsión.</i>	156
4.3.3	<i>Influencia del contenido de titanio en los características mecánicas obtenidas sobre los componentes de automoción (bielas) conformados en γ "caliente" y en las características obtenidas teóricamente.</i>	158
5.-	<i>CONCLUSIONES</i>	163
6.-	<i>BIBLIOGRAFIA</i>	169
7.-	<i>ANEXOS</i>	173
7.1	<i>MAQUINA DE SIMULACION POR TORSION</i>	173
7.2	<i>DILATOMETRO</i>	176
7.3	<i>ANALIZADOR DE IMÁGENES</i>	179
7.4	<i>SISTEMA DE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION-BARRIDO (STEM)</i>	181
7.4.1	<i>Microscopio electrónico de transmisión-barrido (STEM)</i>	181
7.4.2	<i>Preparacion de réplicas y láminas delgadas ("thin foils")</i>	187
7.4.3	<i>Interpretación de las figuras de difracción. Técnica utilizada</i>	188

7.5	RESOLUCION DE LA ECUACION DE ZENER-HOLLOMON MEDIANTE EL METODO DE MINIMOS CUADRADOS	193
7.5.1	<i>Planteamiento del problema</i>	193
7.5.2	<i>Datos para este caso</i>	194
7.5.3	<i>Transformacion de la ecuacion</i>	194
7.5.4	<i>Minimos cuadrados</i>	195
7.5.5	<i>Resultados</i>	195
7.5.6	<i>Discusion de los resultados</i>	197

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS
FISICAS. QUE PRESENTA D. FELIX PEÑALBA DIAZ

Bajo la dirección del Dr. Miguel P. de Andrés Sanz

TITULO: INFLUENCIA DE LA DEFORMACION CONTROLADA DE LA AUSTENITA SOBRE LAS PROPIEDADES MECANICAS DE ALEACIONES FERREAS HIPOEUTECTOIDES DOPADAS CON VANADIO Y TITANIO. ACCION DE LA PRECIPITACION DE SUS COMPUESTOS INTERMETALICOS.

SINOPSIS

Se examina la influencia de los parámetros de la deformación controlada en aleaciones férreas hipoeutectoides dopadas con vanadio y titanio, en cantidades que no sobrepasan valores de $15 \times 10^{-2}\%$ en peso y en las que el último microaleante se encuentra en proporciones crecientes, sobre la evolución de las estructuras en la región austenítica (γ) ("caliente") y en el dominio bifásico austenítico-ferrítico ($\gamma+\alpha$) ("semicaliente") y sobre las características mecánicas finales obtenidas después de un enfriamiento posterior a la deformación controlado. Este estudio, realizado mediante simulación por torsión en caliente (o semicaliente) y por conformación experimental, ha permitido examinar el papel de la temperatura del calentamiento previo a la conformación, el de las temperaturas de cada operación de deformación intermedia y, sobre todo, el de las finales, tanto en la región γ como en la $\gamma+\alpha$. Igualmente se muestra la influencia que el estado de la austenita o de la austenita-ferrita ejerce sobre la transformación $\gamma \rightarrow \alpha+p$ (ferrita + perlita) y $\gamma+\alpha \rightarrow \alpha+p$ (ferrita + perlita) respectivamente, producida en el enfriamiento.

Se han investigado las características de los compuestos de los elementos dopantes precipitados en el curso del enfriamiento con objeto de conocer la influencia de los mismos en el control del tamaño de grano austenítico durante el calentamiento previo a la deformación y sobre la recristalización, así como su influencia en el endurecimiento por precipitación de la estructura ferrítico-perlítica final. También se ha estudiado la influencia que la cantidad de titanio, presente en la aleación, ejerce sobre estas variables y sobre las características mecánicas finales. Los resultados han

puesto de manifiesto que el nivel de titanio óptimo se sitúa entre $Ti=0.015\%$ y 0.020% en peso.

Dada la influencia que el componente bifásico laminar perlítico ejerce sobre las características mecánicas (resistencia a la tracción, límite elástico y tenacidad), se han determinado en las aleaciones estudiadas y para diferentes secuencias de deformación los valores de su distancia interlaminar (s) y del espesor de su lámina de cementita (t).

Al mismo tiempo, se han comparado los valores de las características mecánicas obtenidas mediante simulación por torsión con los hallados en la conformación experimental, contrastando estos últimos resultados con los hallados teóricamente a través de cuatro familias de ecuaciones (Gladman, Kouwenhoven, Licka y Burnett) que generalizan, para este tipo de aleaciones, la ley de Hall-Petch.

Los valores de las características mecánicas encontradas en estas aleaciones microaleadas han resultado ser cercanos a los obtenidos en las aleaciones clásicas templadas y revenidas a las que aquellas deben sustituir.

Finalmente se ha concluido: que la simulación por torsión es un medio adecuado para estudiar los fenómenos de conformación, que la ecuación de Gladman es la que da los valores teóricos de las características mecánicas de este tipo de aleaciones más próximos a los reales, que cuanto menor es la temperatura de deformación mejores son sus propiedades mecánicas, que las características de resistencia pueden ser controladas con la temperatura de deformación en la región $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") y que, por último, estas aleaciones pueden sustituir a las aleaciones clásicas con un menor coste y con calidad similar, especialmente cuando los niveles de titanio se sitúan en el entorno de $Ti = 0.015\%-0.020\%$ en peso.

RESUMEN

En este trabajo se estudia inicialmente la influencia que la deformación controlada de la austenita γ ("en caliente") y de la austenita-ferrita $\gamma+\alpha$ ("en semicaliente") ejerce sobre las estructuras ferrítico-perlíticas y sobre las características mecánicas finales en aleaciones férricas hipoeutectoides dopadas con vanadio y titanio en cantidades menores de $15 \times 10^{-2}\%$ en peso y en las que el titanio varía de 0.003% a 0.039% en peso, en el curso de una conformación a velocidades de deformación altas. También se investiga la acción que ejercen los precipitados de los compuestos (nitruros, carburos y carbonitruros), de los elementos dopantes sobre dichas características mecánicas.

Poniéndose una especial atención en conocer la cantidad de titanio que optimiza dichas estructuras y sus características mecánicas finales.

Para ello se han examinado, en primer lugar, mediante técnicas de simulación por torsión, técnicas dilatómetricas y con ayuda de la técnica de análisis de imagen:

Las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos (diagramas de enfriamiento continuo - C.C.T.) y la ley de crecimiento del grano austenítico durante el calentamiento previo a la deformación. Asimismo se ha estudiado la evolución del grano austenítico recristalizado para diferentes parámetros de deformación (grado de deformación, velocidad de deformación y temperatura) y se ha resuelto la ecuación de Zener-Hollomon en una de las tres aleaciones estudiadas. Se ha encontrado que el aumento de la cantidad de titanio de $Ti = 0,003\%$ a $Ti \approx 0,039\%$ en peso presente en la aleación, produce un desplazamiento de las curvas C.C.T. a tiempos mayores (si bien en los valores intermedios de Ti no se aprecia este desplazamiento) y una disminución inicial de la dureza hasta contenidos intermedios de Ti ($Ti = 0,015-0,020\%$ en peso), para posteriormente crecer con el aumento de este dopante debido a la aparición de estructuras bainíticas, además de las ferrítico-perlíticas que se obtienen con porcentajes en peso de Ti menores de $0,020\%$. También se ha investigado la importancia que tiene el contenido de Ti y la velocidad de calentamiento en el crecimiento del grano austenítico. Elevándose la temperatura de engrosamiento de grano (T.G.C.) (temperatura a la que aparece un crecimiento brusco del grano) para valores de titanio intermedios y disminuyendo ésta con el aumento de la velocidad de enfriamiento. Por otra parte, el tamaño de grano austenítico recristalizado disminuye, hasta llegar a un cierto límite, con la disminución de la temperatura de deformación, con el aumento de la deformación y el de la velocidad de deformación. Los diagramas de recristalización estática ponen de manifiesto que el mayor retraso de ésta se produce para niveles de titanio intermedios y muestran, la importancia que la disminución de la temperatura de deformación ejerce sobre dicho retardo. La observación metalográfica ha mostrado cómo los nuevos granos recristalizados germinan sobre los bordes de grano de la austenita deformada.

Además se han estudiado las características de ductilidad tanto en la región γ como en la bifásica $\gamma+\alpha$ para un amplio intervalo de temperaturas y cuyos valores han reflejado el aumento de este parámetro con la temperatura de deformación y con la velocidad de deformación, tanto en una como en otra región. Si bien, en la región bifásica $\gamma+\alpha$ aparece un máximo relativo entre los 750°C y 775°C , que se hace más pronunciado a medida que crece la velocidad de deformación, y que corresponde a la zona de

deformación en "semicaliente" óptima.

Se ha puesto en evidencia en estas aleaciones la importancia de la temperatura final de deformación (T_f) sobre el tamaño de grano austenítico previo a la transformación (menor tamaño de grano a medida que disminuye la temperatura de deformación) y la mínima influencia de la temperatura de calentamiento inicial, previa a la deformación, tanto en la región γ como en la bifásica $\gamma+\alpha$. La relación del tamaño de grano austenítico final (d_{γ_2}) con el tamaño del grano perlítico (d_p) obtenido después del enfriamiento, viene definida, en las tres aleaciones estudiadas (tres niveles de titanio), por la expresión $d_{\gamma_2} = 1,5 d_p \cdot 3$. En cambio, con el tamaño de grano ferrítico (d_f), para los menores niveles de titanio (aleación 1 y 2), se define por la expresión $d_{\gamma_2} = 3d_f \cdot 9$ y para el mayor nivel de este dopante (aleación 3), mediante $d_{\gamma_2} = 15d_f \cdot 30$. Los tamaños de grano ferrítico y perlítico menores se han obtenido para cantidades de titanio intermedias (0,015-0,020% en peso). Respecto a los valores de dureza y las fracciones de volúmen de las fases presentes, la influencia de la temperatura final de deformación es mínima en la región γ . En cambio, esta influencia es muy acusada en la región bifásica ($\gamma+\alpha$), aumentando aquellos parámetros de modo apreciable con la disminución de ésta. También se observa que la dureza disminuye para niveles de titanio intermedios en cualquiera de las regiones estudiadas. Por otro lado, no se observa influencia de la temperatura final de deformación, ni del nivel de titanio en las fracciones de volúmen de las fases ferrítica y perlítica.

También, se han examinado mediante microscopía electrónica de barrido, las principales características (naturaleza, morfología, número y distribución) de los compuestos de vanadio y titanio, precipitados en el curso del proceso de conformación, en función de las condiciones de deformación para las conformaciones extremas: $T_f=1250^\circ\text{C}$, $T_f = 1180^\circ\text{C}$, $T_f = 1125^\circ\text{C}$ (alta) y $T_f = 1100^\circ\text{C}$, $T_f = 1080^\circ\text{C}$, $T_f=1050^\circ\text{C}$ (baja). Encontrándose que los microprecipitados resultan ser, después de analizados mediante energía dispersiva de rayos X y con ayuda de las figuras de difracción, del tipo Ti₃N o Ti(C,N), junto con microprecipitados mixtos de (V, Ti)₃N o (V,Ti)₃(C,N) y de VN o V(C,N). Con bajos contenidos de titanio aparecen estas últimas partículas en un porcentaje mayoritario. En la aleación con mayor contenido de Ti, aparecen rosarios de partículas gruesas de TiN asociados a bandas de bainitas; en las zonas no segregadas las partículas predominantes son el VN o V(C,N). Para la aleación con niveles de titanio intermedio (Ti = 0,019% en peso), las partículas están compuestas fundamentalmente por precipitados de Ti y mixtos Ti y V. Los tamaños menores de las partículas y en mayor número se han encontrado en las aleaciones con contenido de Ti bajo y medio. Las más grandes y en muchísimo menor número se han observado en las

zonas segregadas de la aleación con mayor nivel de Ti. Ello, ha permitido explicar el comportamiento de las aleaciones tanto en lo que concierne a su ley de crecimiento de grano como a su endurecimiento por precipitación, que viene determinado por la ley de Orowan y Ashby: $\sigma_p = 5,9 \sqrt{f/x} \ln(x/2,5 \cdot 10^{-4})$, donde f es la fracción de volúmen de los precipitados, y x es la media de las intersecciones planas de los diámetros de las partículas (tamaño de las partículas).

Otra parte importante de este trabajo se ha centrado en el papel que el componente bifásico laminar perlítico juega en las características mecánicas finales. Por lo que se han determinado los parámetros de la perlita: distancia interlaminar (s) y el espesor de la lámina de cementita (t) para las mismas condiciones de deformación que las ya comentadas para los microprecipitados. Comprobándose que s y t disminuyen con la temperatura final de deformación. Una s menor redundará en un incremento en la resistencia a la tracción y en el límite elástico y provocará una reducción de la tenacidad. Esta última se incrementará con el aumento de t. Respecto a la fracción de volúmen de la perlita, que produce un efecto análogo, pero inverso a s, no se ha encontrado una relación que la ligue a la temperatura final de deformación.

Finalmente se han examinado las características mecánicas: resistencia a la tracción, límite elástico y tenacidad (curva de transición), de los componentes conformados experimentalmente. Confiéndose que las aleaciones con niveles de titanio intermedios (0.015%-0.020% en peso) son las que ofrecen mejores características de tenacidad (aunque se produce una cierta disminución de la resistencia y el límite elástico, que podrán elevarse mediante adiciones de aleantes apropiados) incluso a temperaturas de conformación altas, con lo que se consigue mejorar la vida del utilaje.

Asimismo, se han estudiado las diferentes posibilidades de obtención de las características mecánicas mediante la resolución teórica de la ley de Hall-Petch ($\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$, σ_0 = límite elástico, σ_0 = tensión que se opone al movimiento de las dislocaciones en el interior del grano, d = tamaño de grano ferrítico, k_y = constante relacionada con el endurecimiento por afino de grano) generalizada de acuerdo con Gladman y col., para este tipo de aleaciones ferrítico-perlíticas como $\sigma_y = f_a^{1/3} \sigma_a + (1-f_a^{1/3})\sigma_{pe}$ y análogamente, para la tenacidad (temperatura de transición en impacto, T) como $T = f_a T_a + (1-f_a)T_{pe}$, siendo f_a la fracción de volúmen de la ferrita, σ_a y σ_{pe} el límite elástico de la ferrita y perlita respectivamente y T_a y T_{pe} la temperatura de transición en impacto para la ferrita y perlita respectivamente. La resolución de cuatro tipos de ecuaciones, que definen las características mecánicas teóricas a partir de la expresión de σ_y y T indicadas, y su comparación con los valores experimentales encontrados en

los componentes conformados, mostraron que son los valores obtenidos mediante las ecuaciones debidas a Gladman y col., sumados a los valores del endurecimiento por precipitación definidos la ley de Orowan y Ashby, los que se acercan con más precisión a los resultados de las características mecánicas experimentales.

Además, se han obtenido, para las aleaciones estudiadas, las relaciones entre los valores hallados en la simulación por torsión: dureza y tamaño de grano, con los parámetros que normalmente son objeto de garantía en el sector de la automoción: resistencia a la tracción, límite elástico y tenacidad, en los componentes conformados. Así, se podrán obtener, mediante torsión, estas últimas características para otras condiciones de conformación, evitando así efectuar pruebas en la línea de fabricación complicadas y, sobre todo, muy costosas.

Como conclusión, este trabajo ha contribuido a mejorar la comprensión de los mecanismos que rigen los procesos de conformación en γ ("caliente") y en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") con altas velocidades de deformación. También ha puesto de relieve el importante papel que juegan ciertos parámetros del proceso sobre las propiedades mecánicas finales (o de utilización) en este tipo de aleaciones dopadas con vanadio y titanio. Comprobándose que la adición adecuada de este último microelemento permite mejorar la tenacidad, incluso para las altas temperaturas de deformación que *generalmente son utilizadas en los procesos de conformación en γ ("caliente")* realizados en la actualidad. De este modo estas aleaciones pueden sustituir a las aleaciones templadas y revenidas clásicas con una disminución del coste importante, debido a que se evita el tratamiento térmico final, y se disminuye el tiempo total del proceso. Al mismo tiempo, se ha confirmado que, para adiciones de titanio intermedias (0.015-0.020% en peso), también se obtienen las mejores características después de una conformación en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente"). Esta deberá realizarse en la zona de temperaturas de ductilidad óptima situada entre 750°C y 775°C. Además, el componente así conformado presenta una calidad dimensional y superficial tal que se puede eliminar total o parcialmente su mecanizado, con lo que ello representa en la disminución del coste final del componente (el mecanizado representa cerca del 50% de su coste total). Por último, se ha puesto de manifiesto la utilidad del ensayo de torsión en caliente como un medio económico para el estudio de conformación en "caliente" y "semicaliente" y la bondad de las ecuaciones de Gladman para la predicción de las características mecánicas que van a obtenerse en estas aleaciones después de ser conformada en la región γ ("caliente").

0.- INTRODUCCION

El desarrollo y perfeccionamiento de las aleaciones férricas hipoeutéctoides se ha considerado desde hace siglos como uno de los indicadores más significativos acerca del desarrollo de una sociedad. Tan sólo en el momento actual está siendo contestado su uso por materiales alternativos que irrumpen con fuerza en parcelas tradicionalmente ocupadas por estas aleaciones férricas. ¿Cabe pues plantearse la oportunidad de realizar un estudio y enmarcarlo en un campo cuyos procesos de producción y optimización se pueden considerar tradicionales y que están en cierta medida estancados, cuando no en franca regresión?

La respuesta a tal pregunta se ha considerado afirmativa, porque si bien es cierta, como es bien conocido, la progresiva sustitución de componentes fabricados con materiales metálicos por plásticos, composites o cerámicos, también lo es que estos materiales alternativos sólo se aplicaran para usos específicos y en cantidades, generalmente, muy reducidas (excepto en el caso de los plásticos de bajo coste y características mecánicas bajas). No obstante, la relativa baja fiabilidad y el alto precio alcanzado por algunos de estos nuevos materiales, así como la exigencia de una infraestructura industrial totalmente nueva, están propiciando actualmente unos fuertes desarrollos técnicos en la producción de aleaciones férricas más fiables y de menores costos. Ello conlleva la aplicación de conceptos teóricos basados en un conocimiento más profundo de la estructura cristalina y sus mecanismos de recristalización y transformación en el estado sólido durante o posterior a la deformación, así como en la acción de los compuestos: nitruros, carburos o carbonitruros, de elementos tales como V, Ti, Nb, etc. añadidos a las aleaciones férricas hipoeutéctoides como dopantes. Estas nuevas aleaciones dopadas van a permitir proponer respuestas a los problemas planteados, de forma que éstas puedan ser una opción válida a las exigencias de un sector específico de la industria. Estas consisten principalmente, en la necesidad de reducir el tiempo o número de etapas del proceso de fabricación (p.e. eliminando el tratamiento térmico), y de disminuir el consumo energético (p.e. disminuyendo las temperaturas de deformación), y todo ello siempre que sean comparables o se mejoren los niveles de calidad tanto metalúrgicos como dimensionales y superficiales de los componentes obtenidos actualmente, en definitiva se busca disminuir los costes de estos manteniendo o superando los niveles de calidad actuales.

Se va pues a centrar este trabajo en el diseño y puesta en uso de aleaciones férricas hipoeutéctoides dopadas con vanadio y titanio utilizables para componentes críticos y de responsabilidad en el sector de automoción. Analizando, partiendo del tratamiento termomecánico realizado en el dominio austenítico ("caliente") y en el austenítico-ferrítico ("semicaliente"), las microestructuras y las características mecánicas obtenidas

en las mismas. Al mismo tiempo se estudiarán las posibilidades de prever teóricamente las variaciones inducidas en dichas características por cambios en las condiciones de contorno de cada problema de conformación particular (deformación, velocidad de deformación o temperatura de deformación).

Se demostrará que la solución existe, que es viable tecnológica y económicamente y que tanto en el presente como a medio plazo puede competir ventajosamente con los materiales alternativos antes mencionados, al conseguir obtener buenas características mecánicas (especialmente de tenacidad), simplificando el proceso productivo (eliminando el tratamiento térmico) y mejorando las características de calidad superficiales y dimensionales de los componentes conformados.

Finalmente señalar que este trabajo no puede considerarse como una acción aislada o desligada de la realidad científica actual ya que gran número de programas de investigación procedentes tanto de la Comunidad Económica Europea como de las grandes empresas del sector, van encaminadas a obtener soluciones específicas similares en la década recién comenzada. Los resultados que aquí se ofrecen han sido contrastados en la práctica, homologados por fabricantes y están siendo utilizados, aunque a escala relativa, a completa satisfacción de los mismos.

Al mismo tiempo se ha contribuido a cambiar algunas opiniones muy arraigadas en el medio, de forma que consideraciones y medios de simulación (dilatometría, torsión en caliente, etc.) tenidos por eminentemente teóricos hayan pasado a ser tecnologías de uso, si no cotidiano, sí cada vez más extendidas y valoradas.

I.- ANTECEDENTES Y OBJETIVOS DEL TRABAJO

Las aleaciones férricas dopadas con microaleantes se han venido desarrollando durante los últimos treinta años con el objetivo principal de preparar materiales más económicos y con mejores propiedades que los utilizados habitualmente.

Las aleaciones contienen pequeñas cantidades (generalmente hasta $15 \times 10^{-2}\%$ en peso) de elementos tales como niobio, titanio, vanadio o algunas de sus combinaciones. Estos elementos junto con el nitrógeno y el carbono forman compuestos: carburos, nitruros y/o carbonitruros, muy eficaces en el control de la microestructura, y que dan origen, después de precipitados, a una importante elevación de las características mecánicas.

Los fundamentos para el conocimiento de las propiedades de estos materiales fueron establecidos inicialmente por Hall y Petch ^(1,2) mediante una ley que relaciona el efecto del afino de grano con el aumento del límite elástico y que de forma reducida se expresa como:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

Donde σ_0 es el límite elástico, σ_y es la tensión que se opone al movimiento de las dislocaciones en el interior del grano, k_y es una constante relacionada con el endurecimiento por afino de grano y d el tamaño de grano.

Sin embargo, aun cuando previamente Gensamer ⁽³⁾ había demostrado la influencia que el espaciado interlaminar de la perlita ejercía sobre las características mecánicas de resistencia, la mayoría de las investigaciones que se han realizado hasta la década de los 80, se han realizado sobre aleaciones hipoeutectoides con muy bajos porcentajes en peso de carbono y por tanto, con un pequeño contenido de perlita.

Morrison y Woodhead ⁽⁴⁾ estudiaron los fundamentos de las aleaciones microaleadas, determinando el efecto de la precipitación de los carburos, nitruros o carbonitruros de los elementos dopantes sobre el aumento del límite elástico. Otros autores que posteriormente han contribuido de modo importante al conocimiento de estos materiales han sido recogidos con detalle por Woodhead y Keown ⁽⁵⁾.

La importancia que actualmente tienen estas aleaciones, se reflejan en el gran número de conferencias internacionales realizadas ⁽⁵⁻¹⁶⁾ y de revisiones ⁽¹⁷⁻²⁰⁾ que existen en la bibliografía, así como en el creciente porcentaje de utilización de estas aleaciones como alternativa a las aleaciones tradicionales.

En las aleaciones férricas hipoeutectoides con muy bajos porcentajes en peso de carbono, sus propiedades (alto límite elástico y buena tenacidad) se obtenían mediante la acción conjunta de los microprecipitados (sobre la recristalización y el endurecimiento por precipitación) y la de un tratamiento termomecánico adecuado, generalmente laminación.

La deformación de la austenita modifica los mecanismos de la recristalización (principalmente la estática) favoreciendo la obtención de un tamaño de grano austenítico final más fino, previo a su transformación estructural en ferrita-perlita. El tamaño de grano austenítico final dependerá de la composición de la aleación, del tamaño de grano inicial, del grado de deformación y fundamentalmente, de la temperatura de deformación, disminuyendo fuertemente aquél a medida que disminuye ésta.

La combinación de una deformación controlada de la austenita (temperatura y grado de deformación) y de los microprecipitados también favorecen la disminución del tamaño de grano ferrítico-perlítico final después de la transformación durante el enfriamiento.

Las dificultades que entrañan los procesos de conformación por deformación al limitarse la temperatura final de deformación de la austenita para evitar defectos de falta de llenado en las piezas conformadas, y la utilización de aleaciones férricas hipoeutectoides de porcentajes de carbonos medios ($C=0.30-0.45\%$ en peso), que inevitablemente conducen a bajas características de tenacidad (al aumentar la fracción de volumen de perlita y reducirse su espacio interlaminar), cuando se desea mantener el mismo nivel de resistencia a la tracción y límite elástico de las aleaciones férricas hipoeutectoides convencionales tratadas térmicamente (templadas más revenidas), han influido decisivamente en que las investigaciones en el campo de estas aleaciones utilizadas en la ingeniería mecánica (especialmente, en piezas de automoción críticas), se hayan iniciado durante los años 80 ^{(13), (21), (22)} con un retraso considerable respecto a otras aleaciones hipoeutectoides microaleadas con bajos contenidos de carbono.

Este tipo de aleaciones microaleadas presentan indudables ventajas al poder conseguir características de resistencia altas sin necesidad de añadir elementos de aleación estratégicos y caros (Cr, Ni, Mo, etc., en proporciones variables en función de la sección de la pieza) o de efectuar un tratamiento térmico final específico y preciso. Permiten al mismo tiempo un importante ahorro económico, al poder eliminar el tratamiento térmico final o reducir los elementos de aleación, convirtiéndolas en una alternativa atractiva para sustituir a los materiales convencionales tratados térmicamente.

Sin embargo, la baja tenacidad obtenida en este tipo de aleaciones dopadas solamente con vanadio a las altas temperaturas que son necesarias para su conformación, las han impedido generalizar su uso en el campo de la ingeniería mecánica, especialmente en el campo de la automoción ⁽²³⁾.

La conjunción de un proceso de deformación bien definido junto a una combinación adecuada de elementos dopantes puede ser la solución que ayude a su aplicación en piezas críticas y exteriores donde las características de tenacidad son importantes.

Gladman ⁽²⁴⁾ y otros autores ^(23,25,26) apuntan que la combinación V y Ti como dopantes en este tipo de aleaciones, pueden ofrecer una buena oportunidad para la mejora de la tenacidad, debido a su acción conjunta sobre el afino de grano a altas temperaturas de deformación.

El estudio de este tipo de aleaciones férreas hipoeutectoides con cantidades de carbono medio, dopadas con V y Ti (en las que el Ti se encontrará en cantidades crecientes) después de ser deformados a velocidades de deformación altas, tanto en el dominio austenítico (γ) como en el austenítico-ferrítico ($\gamma+\alpha$), será uno de los principales objetivos del trabajo junto con la identificación de la cantidad de titanio óptima que deberán tener este tipo de aleaciones para obtener unas características mecánicas cercanas a las que se obtienen con las aleaciones férreas hipoeutectoides tratadas térmicamente (bonificadas), empleadas en la actualidad.

Respecto al proceso de deformación, éste deberá facilitar la obtención de un grano final ferrítico-perlítico fino y homogéneo compatible con la obtención de productos sin defectos. Previsiblemente, se deberá obtener una estructura austenítica fina, homogénea y si es posible, con bandas de deformación, antes de efectuarse la transformación $\gamma \rightarrow \alpha$.

Como es bien conocido, una forma de afinar la estructura es mediante la recristalización controlada de la austenita durante o después del proceso de deformación. Dicha recristalización se produce por nucleación y crecimiento de los nuevos granos, mediante:

- a) Recristalización estática, que ocurre cuando la nucleación y el crecimiento de los nuevos granos equiaxiales tienen lugar después de la deformación
- b) Recristalización dinámica, cuando la nucleación y el crecimiento de los nuevos granos tiene lugar durante la deformación.
- c) Recristalización metadinámica, si la nucleación de los nuevos granos tiene lugar durante la deformación, pero el crecimiento de los mismos se realiza una vez finalizada ésta.

A temperaturas de conformación altas se debe esperar afinar el grano mediante recristalización pos-dinámica. Para deformaciones pequeñas y tiempo suficientemente grandes entre deformaciones, hay un crecimiento del grano recristalizado estáticamente y su evolución depende de la temperatura y del grado de deformación. Por el contrario, si las deformaciones son suficientemente grandes, la estructura obtenida, después de un tiempo determinado, es independiente del grano inicial y de la deformación y puede estudiarse mediante el parámetro de Zener Hollomon (Z)⁽²⁷⁾, definido por la expresión.

$$Z = \dot{\epsilon} \exp Q/RT \quad (2)$$

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

En la recristalización dinámica se nuclean los granos, principalmente, en los límites de grano de la austenita inicial y en las bandas de deformación, desarrollándose los núcleos progresivamente a medida que aumentan las deformaciones ⁽²⁸⁾.

De todos modos, la estructura recristalizada dinámicamente dará lugar a una estructura metadinámica (ó cuasi estática) cuando la deformación ha finalizado y el componente deformado se enfría ⁽²⁹⁾.

La recristalización estática que sigue a cualquier deformación crítica es una función compleja del estado de la austenita inicial (tamaño de grano, distribución, condiciones de precipitación, etc.) y de los parámetros de deformación (temperatura, grado de deformación y velocidad de deformación). La adición de dopantes del tipo V, Nb o Ti retrasa o detiene el inicio de la recristalización o disminuye la velocidad de la misma. En este caso, es la nucleación (al contrario que en la dinámica) la que controla el proceso, determinando el tamaño de grano final.

La fracción recristalizada es función del tiempo y sigue una ley de tipo Avrami ⁽²⁹⁾:

$$X = 1 - \exp(-kt^n) \quad (3)$$

(donde, X es la fracción recristalizada, t el tiempo, k una constante que indica la relación de X con la temperatura, el tamaño de grano, la tensión inicial, etc. y n es una constante cuyo valor está entre 1 y 2 para el caso de la deformación en la región γ ("caliente")) ⁽³⁰⁾.

Sellars ⁽³¹⁾ tradujo esta expresión (3) en términos del tiempo de semirecristalización como

$$X = 1 - \exp[-\ln 2 (t/t_{0.5})^n] \quad (4)$$

donde $t_{0.5}$ es el tiempo correspondiente a la fracción 0,5 (50% de los granos recristalizados).

La nucleación comienza después de un período de incubación y en los puntos termodinámicamente favorables. El período de nucleación de los granos recristalizados estáticamente es pequeño, debido a la recuperación de la estructura deformada que alarga el tiempo de nucleación en la estructura no recristalizada. Como resultado, existe

una parada en el proceso de nucleación cuando los granos recrystalizados no pueden crecer más al chocar sus bordes de grano. Por tanto, el número de los potenciales puntos de nucleación se toma como parámetro de control de la estructura recrystalizada. Los núcleos recrystalizados se posicionan, como ya se ha comentado, en los bordes de los granos deformados y en las entrecaras de las bandas de deformación. Además del efecto de los microaleantes sobre la cinética de la recrystalización estática, éstos también producen un tamaño de grano de la austenita recrystalizada más fino que los de las aleaciones férricas que no contienen tales elementos dopantes. Este tamaño de grano austenítico recrystalizado depende del estado de la austenita antes de la deformación ⁽²⁸⁾. El grano se afina cuando se disminuye la temperatura de deformación y se aumenta la deformación hasta un límite en el que se alcanza la saturación. Un cambio en la velocidad de deformación no tiene una diferencia significativa. Sin embargo, la temperatura de deformación no debe descender por debajo de la de final de recrystalización. Esta temperatura se eleva cuando se aumenta la concentración de los microaleantes, de forma muy acusada en el caso del Nb, figura 1 ⁽³²⁾.

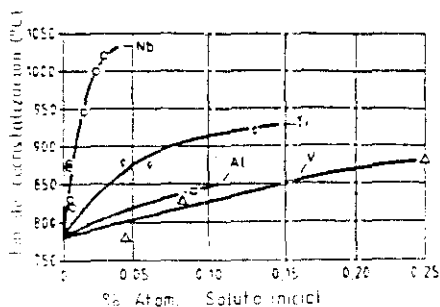


Figura 1: Aumento de la temperatura de fin de recrystalización en función de la cantidad de dopantes presentes ⁽³²⁾.

Consecuentemente serán estudiadas, con ayuda de la técnica de torsión, en estas aleaciones férricas hipoeutectoides dopadas con vanadio y titanio, los fenómenos relacionados con la recrystalización dinámica, estática y metadinámica y la evolución del tamaño del grano en función de los parámetros de deformación (temperatura, deformación y velocidad de deformación).

Fukuda y colaboradores ⁽³³⁾ establecieron el modo de transformación de la estructura austenítica durante la deformación considerando que podría dividirse en tres tipos (figura 2):

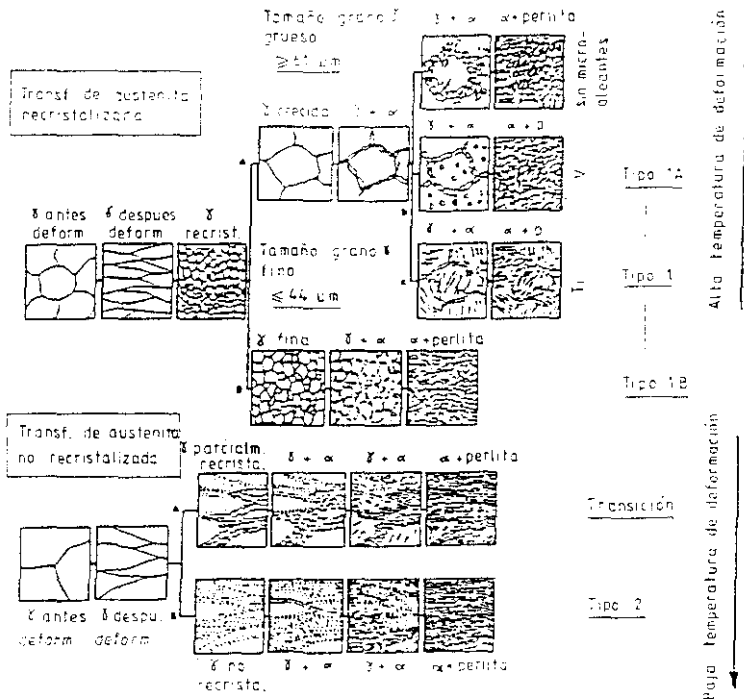


Figura 2: Tipos de evolución de la austenita y posterior transformación a ferrita después de la deformación (11).

En el tipo 1, la transformación proviene de la austenita recrystalizada. La nucleación de la ferrita tiene lugar exclusivamente en las juntas de grano de la austenita. Este tipo 1 se subdivide en dos, tipo 1A y 1B.

El primero, tipo 1A, corresponde a una deformación a temperaturas elevadas y en la zona en la que la recrystalización es rápida y da tamaños de grano austenítico grandes, que se transforman en ferrita gruesa o acicular.

El tipo 1B la deformación se realiza en la zona de temperaturas bajas dentro de la región de recrystalización. Aquí, la recrystalización estática es más lenta, produciendo una estructura austenítica equiaxial fina que dará lugar a una estructura ferrítico-perlítica igualmente fina.

En el tipo 2 la recrystalización se realiza a muy bajas temperaturas y ésta es tan lenta, que es prácticamente imposible obtenerla. La austenita obtenida está deformada y con bandas de deformación. Aquí, la nucleación de la ferrita durante la transformación tiene lugar no sólo en las juntas de grano, sino también en el interior de los mismos, sobre las bandas de deformación.

Finalmente, el tipo "transición" es un modo intermedio entre los tipos 1 y 2, por lo que se tiene una estructura mixta de granos heterogéneos.

La estructura más fina se obtiene con el tipo 2, seguido del 1B. Sin embargo, la más homogénea le corresponde el tipo 1B seguido del tipo 2.

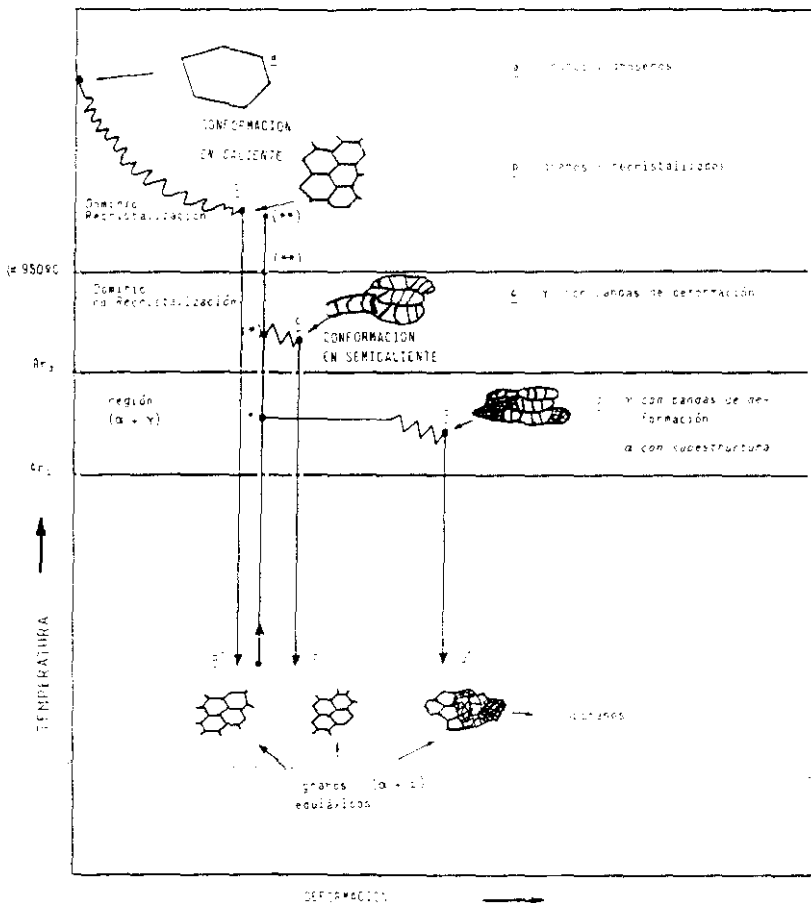
Dada la posible incidencia que en el grano austenítico recrystalizado final tiene el inicial, se estudiará con la ayuda de la dilatometría y la torsión, su evolución con la temperatura de austenización efectuando un mantenimiento que permita la disolución de los compuestos intermetálicos a cada temperatura.

El mejor proceso de deformación para conseguir el mayor afino de grano posible sería una deformación en la zona de menor temperatura de la región de recrystalización para continuar con otra deformación en la región de no recrystalización, (región inferior de γ y el dominio $\gamma+\alpha$) y así obtener una estructura de ferrita-perlita fina y relativamente uniforme y consecuentemente, unas características mecánicas óptimas.

Este proceso, en el caso de la conformación por deformación, podría optimizarse en esta línea si, la primera parte se efectuara durante la laminación del semiproducto de partida y se realizara la conformación posterior a las temperaturas correspondientes al dominio ($\gamma+\alpha$) ("semicaliente").

Sin embargo, en los procesos tradicionales de conformación, ésta se realiza a temperaturas correspondientes al tipo 1A, por lo que el efecto de los microprecipitados de los elementos dopantes es esencial para el control del tamaño de grano.

En la figura 3 se ilustra esquemáticamente los procesos de conformación por deformación en γ ("caliente") y en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") efectuados en este trabajo y sus diferentes etapas, así como los diferentes cambios microestructurales que se producen.



(*) Calentamiento desde la A_{r1} caliente a la A_{r2} de deformación en semicaliente.

(***) Calentamiento previo a 950°C - 1050°C y deformación en y con tramos de $\alpha-\gamma$ ("semicaliente")

Figura 3: Esquema de los procesos de deformación (en "caliente" y "semicaliente") estudiados en este trabajo, mediante simulación por torsión.

a) Conformación en γ ("caliente") (sólo una etapa)

1ª Etapa: El tamaño de grano austenítico grueso (a) (alta temperatura) es afinado en las 2, 3 ó 4 deformaciones sucesivas usuales en este tipo de procesos mediante la recrystalización (b). Su transformación da un tamaño de grano ferrítico-perlítico (b'), tanto más pequeño cuanto menor sea la temperatura de la última deformación.

b) Conformación en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") (varias etapas)

Etapa previa: Deformación por laminación a baja temperatura según el esquema anterior

1ª Etapa: a) Calentamiento y deformación en la región de no recrystalización en la que la austenita no recrystalizada es deformada, produciendo bandas de deformación (c). La ferrita se nuclea en las bandas y en los bordes de grano, dando lugar a un grano ferrítico-perlítico fino (c'). (Se va a estudiar también con calentamiento previo en la región de recrystalización, pero la deformación se realiza siempre en la región de no recrystalización).

b) Generalmente, la conformación en "semicaliente" se realiza en la zona $\gamma+\alpha$, si bien puede haber calentamientos previos en la región de recrystalización o no recrystalización. Pero, normalmente, los calentamientos se efectúan en la misma región bifásica $\gamma+\alpha$. Aquí la ferrita se deforma produciendo subestructuras (d). Durante el enfriamiento, la austenita no recrystalizada se transforma en granos ferríticos-perlíticos, mientras la ferrita deformada pasa a formar subgranos (d')

El tamaño de grano más fino pero heterogéneo se consigue en este último caso y, además, se produce un endurecimiento adicional debido a los subgranos. Un proceso de deformación en la región de no recrystalización y cercano a A_{r1} dará, sin embargo, un tamaño de grano ferrítico-perlítico final fino y homogéneo.

La influencia del estado de la austenita sobre la transformación es muy importante y varía con:

- ▶ La velocidad de la recristalización. Esta aumenta cuando se incrementa la deformación y la temperatura, y disminuye en presencia de partículas finas precipitadas.
- ▶ La velocidad de crecimiento de grano. Esta aumenta con la temperatura y disminuye con la presencia de precipitados.

Teniendo en cuenta este desarrollo esquemático de los procesos de deformación, el tamaño de grano ferrítico-perlítico final formado a partir de la austenita depende de:

- ▶ La temperatura a la que se inicia la transformación (A_r), disminuyendo el tamaño de grano cuando disminuye esta temperatura. Esta temperatura desciende cuando aumenta la velocidad de enfriamiento posterior a la deformación y puede tener un efecto igual o más importante que la deformación en el afino de la ferrita. Esta temperatura depende de la composición química de la aleación y de la deformación realizada ⁽⁴²⁾.
- ▶ Del tamaño de grano austenítico previo, ya que la ferrita se nuclea en los bordes de este grano, por lo que cuanto menor sea éste menor será el grano de aquél.
- ▶ La morfología de los granos austeníticos con sus posibles subestructuras de deformación, ya que dicha morfología controla el tamaño de grano final bien mediante la nucleación adicional sobre las bandas de deformación o bien porque impide el crecimiento de los nuevos granos ferríticos.
- ▶ Los precipitados, que pueden nuclea nuevos granos ferríticos.

A la suma de las áreas de las fronteras de grano y de las bandas de deformación por unidad de volumen se la denomina S_v . Altos valores de S_v indican menor tamaño de grano austenítico efectivo, siendo este tamaño de grano menor que el real porque a aquél se le incorpora, en la nucleación de la ferrita, el efecto de las bandas. La "relación de transformación" es la relación entre el tamaño de grano austenítico previo y el de la ferrita resultante.

Para una S_v dada, la "relación de transformación" puede ser incrementada (p.e. menor grano ferrítico) mediante un aumento de la velocidad de enfriamiento. El efecto de la

velocidad de enfriamiento es igual o más importante, en la disminución del tamaño de grano, que el que produce un incremento de Sv mediante una deformación más severa.

Con objeto de determinar las transformaciones en el enfriamiento continuo, se obtendrán (con ayuda de las técnicas dilatómetricas) las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos de las aleaciones férricas dopadas con vanadio y titanio que aquí van a estudiarse. Determinándose los puntos de transformación en el calentamiento Ac_1 y Ac_3 , y en el enfriamiento el punto Ar_1 .

Los resultados experimentales mostrarán que una disminución de la temperatura final de la deformación por conformación en "caliente", dentro de un intervalo que sea compatible con la obtención de componentes libres de defectos por "falta de llenado" producen un ligero aumento del límite elástico y una ligera disminución de la temperatura de transición en impacto, coincidente con lo obtenido por otros autores ⁽³⁴⁻³⁵⁾. En este proceso, las deformaciones se efectúan a altas temperaturas (1250°C-1000°C) {En lo sucesivo se utilizará como unidad de temperatura el grado centígrado excepto en los análisis teóricos que se usará la unidad del S.I. (Kelvin). Ello con objeto de evitar constantemente poner los dos tipos de unidades, dada la utilización más universal del °C y cuyo paso a Kelvin se obtiene sumando 273}.

Por tanto, será necesario examinar con ayuda de las técnicas de torsión en caliente la influencia de las deformaciones y de las temperaturas de deformación sobre el estado de la austenita y de ésta sobre el grano ferrítico-perlítico final.

Sin embargo, actualmente se están incrementando el número de componentes que se obtienen mediante un proceso de deformación en la zona bifásica $\gamma+\alpha$ (conformación en "semicaliente"). Este proceso permite un importante ahorro energético al reducirse la temperatura del mismo y produce una mejora en la calidad (superficial y dimensional) tal, que hace innecesario el mecanizado posterior del componente conformado (la incidencia de este último apartado en el coste del componente se sitúa por encima del 50% del coste total del mismo).

Será también preciso conocer la evolución de la estructura $\gamma+\alpha$ después de realizar las deformaciones a temperaturas comprendidas entre 700-825°C, sobre un semiproducto fabricado mediante deformación controlada. El calentamiento previo a la deformación se efectuará a temperaturas de disolución parcial o total de alguno de los microaleantes. Con ello se podrá saber el comportamiento de cada una de las aleaciones en esa región bifásica.

El estudio de la curva de ductilidad, tanto en el dominio γ ("caliente"), como en el $\gamma+\alpha$

("semicaliente") complementará el conocimiento de las aleaciones en lo que respecta a su deformación.

La utilización de elementos dopantes en pequeñas cantidades (max.: $15 \times 10^{-2}\%$ en peso) que añadida a la aleación férrea conducen a la formación de precipitados finos, permiten detener el inicio de la recristalización y en cualquier caso retrasan la misma. El efecto de los elementos en el aumento de la temperatura de detención de la recristalización ya fué señalado en la figura 1. La proporción máxima de dopantes en la solución sólida sobresaturada, depende de la temperatura de austenización (T_p). Cuanto más alta sea ésta, más completa es la solución de estos elementos y mayor será la probabilidad de influir en el tiempo de recristalización ⁽¹⁶⁾. Los precipitados que forman estos elementos dopantes, pueden modificar la cinética de la recristalización, tanto por su acción sobre los límites de grano como porque afectan a las dislocaciones asociadas con la nucleación. Durante la deformación en "caliente" a temperaturas no muy altas, puede que, la precipitación de estos compuestos inducida por la deformación impida la recristalización. Las condiciones que estos microprecipitados deben cumplir para impedir la recristalización han sido ampliamente expuestas por Gladman y colaboradores ^(16,24,36) y comprobada por otros autores ⁽¹⁷⁾. En ellas, además de otras muchas consideraciones, se recoge que la acción del V y Ti en la cinética de la recristalización es menor que la del Nb.

También, los precipitados de los dopantes impiden el excesivo crecimiento del grano austenítico durante el calentamiento (austenización) previo al proceso de deformación, favoreciendo, por tanto, el incremento de la temperatura del inicio del crecimiento del grano grosero (T.G.C.).

El calentamiento previo a la deformación es una primera e importante etapa en el tratamiento termomecánico para conseguir un grano final fino. La temperatura de este calentamiento debe sobrepasar un valor mínimo para disolver las partículas y así poder obtener los efectos esperados en la subsiguiente precipitación. Al mismo tiempo, como se ha indicado, el partir de un grano austenítico lo más fino posible, también favorece el objetivo de afinar el grano final. El crecimiento de grano en presencia de los precipitados no ocurre de modo uniforme, sino que suele ocurrir un crecimiento anormal, donde unos granos se desarrollan, mientras que otros mantienen su tamaño original.

Cuddy y Ralay ⁽³⁷⁾ determinaron, en función de la temperatura de solubilización, la temperatura de crecimiento del grano anormal para los carburos y nitruros de los elementos dopantes usuales (V, Ti, Nb). Poniendo de manifiesto que la temperatura de crecimiento anormal más alta se obtenía en las aleaciones con nitruros de titanio.

En la mayoría de los modelos conocidos sobre la acción de las partículas precipitadas en los bordes de grano ^(38,39), existe un equilibrio entre la fuerza que es necesaria para disminuir el área del borde de grano por volumen durante el avance de la frontera del grano y la fuerza de anclaje producida por las partículas en dicho borde. En otras palabras, el borde de grano avanza entre las partículas, cuando es capaz la primera fuerza de superar a la segunda. Este mecanismo da una idea clara del porque no se producen en estas aleaciones crecimientos normales de grano.

Gladman y col. ^(36,38,39) han desarrollado una teoría basada en consideraciones sobre los cambios energéticos que acompañan a la migración de los bordes y en el modo en que las partículas retrasan el crecimiento de la frontera de grano y muestra que existe un diámetro de la partícula crítico (r_c) por encima del cual, éstas no producen un anclaje efectivo en el crecimiento del grano. Este diámetro crítico resultó ser proporcional al tamaño del grano austenítico inicial y a la fracción de volumen de las partículas.

Aunque el Al ha sido ampliamente utilizado como afinador del grano para temperaturas de austenización relativamente bajas (aunque actualmente se emplea más como desoxidante), los carburos, nitruros o carbonitruros de los elementos dopantes usuales (V, Ti, Nb) pueden ejercer este papel mucho mejor que él. Si bien, el carburo de vanadio es bastante peor que el nitruro, ya que aquel se disuelve a más baja temperatura. En cambio, los compuestos de niobio y, sobre todo, de titanio son los más adecuados para efectuar la acción inhibitoria del crecimiento de grano a las altas temperaturas de los procesos de conformación tradicionales. No obstante, el nitruro de titanio debe ser utilizado adecuadamente. Pequeñas cantidades de titanio (0,010-0,020% en peso) pueden dar suficiente número de partículas de TiN para el control del grano ⁽⁴⁰⁾. La estabilidad y la baja velocidad de crecimiento de la partícula del TiN lo hacen muy efectivo (es el más efectivo que todos los dopantes usuales) como controlador del grano a temperaturas de deformación altas (el TiC también lo es, pero la velocidad de engrosamiento de la partícula es mayor). Si se añade demasiado titanio a la aleación, su sobresaturación producirá, a altas temperaturas, la coalescencia de las partículas finas dando precipitados de TiN demasiados groseros para frenar el avance del borde del grano, por lo que se producirá la formación de granos de austenita con crecimiento anormal y por tanto, disminuirá la temperatura de crecimiento del grano grosero ⁽⁴⁰⁾.

Debido a que los procesos de conformación por deformación se realizan, generalmente, a alta temperatura, la acción de los microprecipitados sobre el retraso en la recristalización no es muy importante. Si bien, los precipitados presentes en la austenita (caso del TiN) pueden ejercer como perturbadores del avance de las fronteras de grano, lo que junto al enfriamiento que se efectúa después de la deformación promoverá, en este caso, la obtención de un tamaño de grano austenítico recristalizado más fino.

Los tres elementos microaleantes más usuales V, Ti y Nb difieren notablemente en sus afinidades con el carbono y el nitrógeno. Particularmente, los productos de solubilidad de los nitruros de vanadio y titanio son significativamente más bajos que sus carburos (figura 4) ⁽⁴¹⁾. (Siendo k_s el producto de solubilidad definido por

$$k_s = [M][X] = A \exp(-Q/RT) \quad (5)$$

ó mejor

$$\log [M][X] = - \frac{B}{T} + C \quad (6)$$

$$B = 0.434 Q/R$$

donde [M] es el porcentaje en peso del microaleante, [X] el porcentaje en peso del nitrógeno o carbono, Q el calor de solución, T la temperatura absoluta, A, B y C constante y R la constante de los gases). La menor solubilidad de los nitruros frente a los carburos, los hacen más efectivos en cuanto a su dispersión y su resistencia al crecimiento.

Debido a la baja solubilidad de los elementos dopantes, la temperatura de calentamiento debe ser tal que los disuelva completamente en la austenita, si se quiere que su acción sea beneficiosa y total.

En la figura 5 ⁽⁴²⁾, se señalan las condiciones de solubilidad del Nb para diferentes temperaturas y cantidades de carbono presente en la aleación. En la figura 6 ⁽⁴²⁾, se indican las del V para diferentes porcentajes de nitrógeno. De modo análogo se obtienen las curvas de solubilidad para el vanadio-carbono y niobio-nitrógeno de acuerdo a las ecuaciones indicadas en las figuras anteriores. La solubilidad del Nb es muy baja para carbonos mayores de 0.20% en peso y forma carburos. En presencia de nitrógeno, la solubilidad del carbonitruro de niobio es muchísimo más reducida. Esta es la razón por lo que es preferible el vanadio como dopante para aleaciones hipoeutectoides de carbonos medios o altos ⁽⁴⁰⁾.

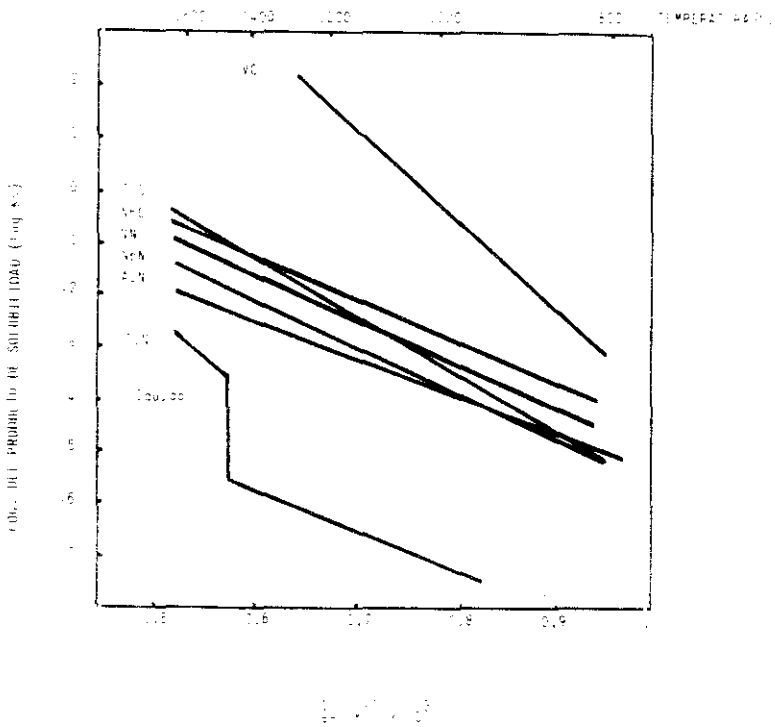


Figura 4: Solubilidad de los nitruros y carburos de los elementos dopantes usuales en la austenita⁽⁴⁶⁾.

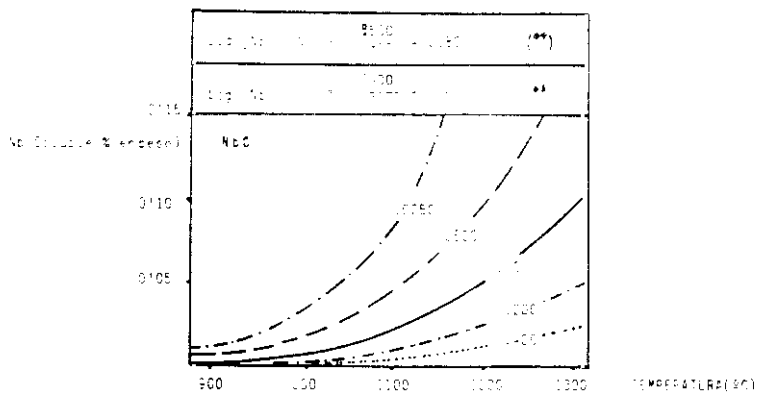


Figura 5: Solubilidad del NbC en la austenita para diferentes cantidades de carbono ⁽²⁾.

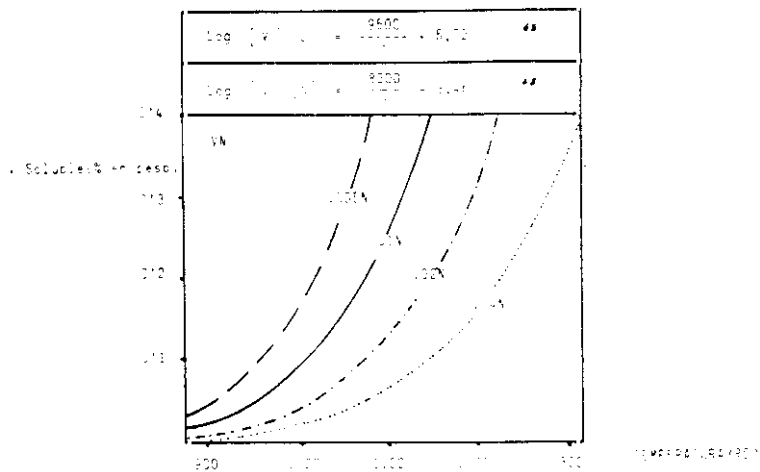


Figura 6: Solubilidad del VN en la austenita para diferentes cantidades de nitrógeno ⁽²⁾.

Entre los tres microaleantes, el nitruro de titanio (TiN) es el más estable. Este tiene, sin embargo, la menor solubilidad en la austenita. Para evitar la formación del TiN a temperaturas cercanas a la de "solidus", la adición del Ti debe ser baja (menor de 0.020% en peso). Si además, se quiere evitar la coalescencia de los TiN y mantenerlos como una dispersión fina de partículas, la velocidad de solidificación debe ser suficientemente rápida (sólo se consigue solidificando en lingotes pequeños o mediante colada continua de palanquillas)⁽²⁰⁾. Matsuda y Okumura⁽⁴³⁾ mostraron la variación de la solubilidad del nitruro de titanio en la austenita (figura 7). Conviene resaltar que para valores de titanio pequeños (menores de 0.020% en peso) la dependencia de la temperatura de solución del TiN con el contenido de nitrógeno es muy pequeña. Por lo que puede añadirse nitrógeno en exceso sin afectar a la dispersión de las partículas. Consecuentemente el nitrógeno no combinado puede usarse para formar nitruros de otros elementos dopantes, que en el caso estudiado en este trabajo corresponde al vanadio⁽⁴⁰⁾.

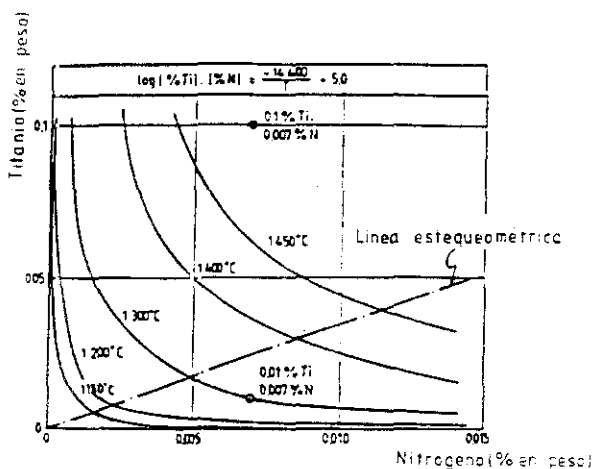


Figura 7: Isotermas de solubilidad del TiN en la austenita para distintos contenidos de N y Ti, según Matsuda y Okumura⁽⁴³⁾.

A causa de que las deformaciones en el dominio γ ("caliente") se realizan a alta temperatura, el grado de afino del grano ferrítico-perlítico está limitado y se hace imposible obtener un endurecimiento subestructural que sólo es posible para deformaciones por debajo de A_1 . Un mecanismo alternativo de endurecimiento (aumento de resistencia) de la estructura ferrítico-perlítica final consistirá en emplear un microaleante que sea totalmente soluble a las temperaturas de calentamiento previas a la deformación. El vanadio es el dopante más utilizado porque cumple esa condición (no así el Nb y el Ti que pueden estar sólo parcialmente solubilizados). Igualmente un aumento en el contenido de carbono, incrementará la fracción de volumen de la perlita y, por tanto, su resistencia. Dado el interés que tiene para este trabajo, a continuación se considera la influencia que ejerce el vanadio y el titanio en el aumento de la resistencia. La influencia de los otros microaleantes está recogida en la bibliografía ⁽⁴⁴⁾.

El vanadio con el nitrógeno producen un aumento de la resistencia y límite elástico a causa de la acción conjunta del afino de grano y el endurecimiento por precipitación. Este endurecimiento aumenta, para un contenido fijo de vanadio, con la elevación del contenido de nitrógeno, siempre que la relación V a N esté por encima de la estequiométrica para la formación del nitruro de vanadio. Esto sugiere que en el enfriamiento, la precipitación rápida de los compuestos de VN es la responsable del aumento de la resistencia y el límite elástico ⁽⁴⁰⁾.

Cuando se añade titanio en bajas cantidades (menores de 0,020% en peso) a la aleación con vanadio y nitrógeno, sólo parte de este último se combina con el titanio. Y el resto del nitrógeno contribuye al endurecimiento por precipitación al combinarse con el vanadio. El incremento de la resistencia y límite elástico debido a la precipitación será menor que en las aleaciones únicamente dopadas con vanadio y nitrógeno, ya que parte del vanadio se une con el titanio formando precipitados de (Ti, V)N (además de los TiN) ^(25,29). Estas partículas precipitadas en la austenita actúan de núcleos para la precipitación del VN en esta fase y en consecuencia habrá menos vanadio disponible para precipitar como VN en la ferrita ⁽⁴⁰⁾. Naylor ⁽²³⁾ señala la necesidad de tener un porcentaje de nitrógeno superior a 60 ppm. (excluyendo el que está como TiN) para conseguir el endurecimiento por precipitación total del vanadio. Tanaka ⁽¹⁷⁾ muestra que el titanio colabora poco al aumento de este endurecimiento. Incluso, en aleaciones con V (0,1% en peso) y N (0,02% en peso), la adición de Ti (0,01% en peso) produce una disminución muy acusada del endurecimiento por precipitación (aprox. 150 MPa).

En cuanto a la relación del titanio con carbono, de la figura 8 ^(24,45) se deduce que, además de la variación de la solubilidad del carburo de Ti, si el incremento del carbono está por encima de su relación estequiométrica con el titanio se produce una reducción

de la cantidad de titanio disuelto. Lo mismo le sucede al niobio, pero no así al vanadio, ya que la solubilidad de su carburo es tan alta que no hay prácticamente restricción en la cantidad de carbono, incluso para temperaturas muy altas (24).

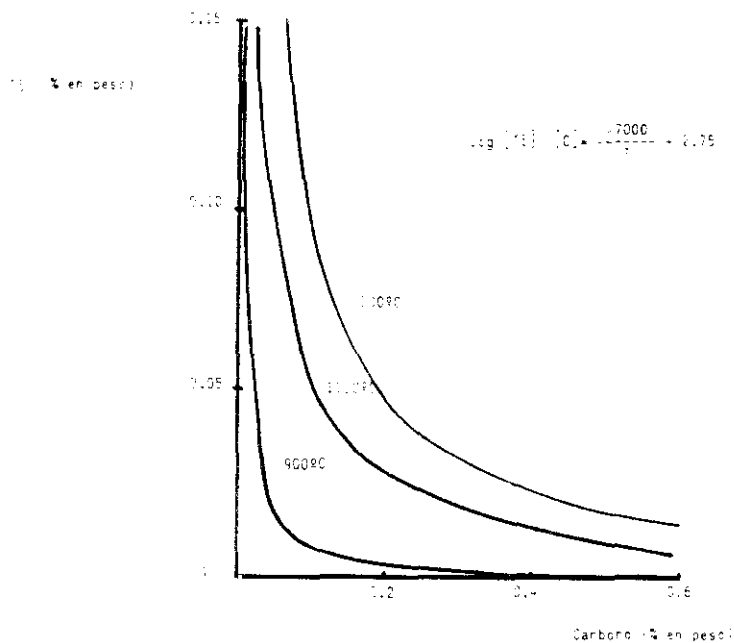


Figura 8: Isotermas de solubilidad del TiC para distintos contenidos de TiC según Meyer et al (24).

Como se ha señalado, el vanadio produce una contribución muy importante en el aumento de la resistencia debido a la precipitación de sus nitruros o carbonitruros en la ferrita proeutectoide y sobre la ferrita interlamilar de la perlita eutectoide. Pero,

también es importante indicar, que las adiciones de vanadio puede bajar la temperatura de transformación (A_{r1}) y como resultado tener un aumento adicional de la resistencia, debido a su efecto sobre la disminución del espacio interlaminar de la perlita ⁽²⁴⁾. Otros autores ⁽⁴⁶⁾ sin embargo no han podido comprobar que esto ocurra. Finalmente, debe subrayarse que la influencia del contenido de nitrógeno no es despreciable en el incremento del límite elástico y de la resistencia de las aleaciones dopadas con vanadio-titanio, como se señala en la figura 9 ⁽²⁵⁾ y como contrapartida, la adición de vanadio incrementa la temperatura de transición (disminuye la tenacidad). Este efecto también lo produce el aumento del contenido de carbono de la aleación ⁽³⁶⁾.

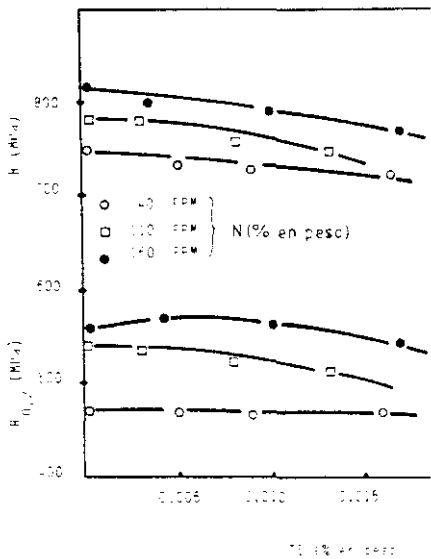


Figura 9: Influencia del Ti y N en el límite elástico ($R_{0.2}$) y resistencia (R) en una aleación férrea hipoeutectoide dopada con V y Ti ⁽²⁵⁾.

Orowan ⁽⁴⁷⁾ y Ashby ⁽⁴⁸⁾ determinaron la influencia que en el aumento del límite elástico y la resistencia tiene el tamaño y la fracción de volumen de las partículas precipitadas (endurecimiento por precipitación).

Para estudiar el endurecimiento por precipitación (aumento del límite elástico y de la resistencia) producido por las partículas, así como explicar su acción sobre el control del tamaño de grano austenítico y ferrítico perlítico final será necesario examinar, mediante técnicas de microscopía electrónica de transmisión, análisis por energía dispersiva de rayos X y figuras de difracción, la naturaleza, morfología, número y distribución de los microprecipitados.

La naturaleza de estos microprecipitados está relacionada, como ya se ha comentado, con el carbono y el nitrógeno presente en la aleación férrea. Los carburos son del tipo MC_x , donde M puede ser Nb, V ó Ti y x menor que 1 (llegando a 1 en el caso de TiC).

También, estos elementos forman nitruros con el mismo tipo de red cristalina, cúbica centrada en las caras (f.c.c.), que los carburos y con parámetros de red muy similares. Es, por tanto, razonable esperar una solubilidad completa entre ambos. De hecho, se suelen encontrar los microprecipitados formando carbonitruros. Y su composición depende de la relación de nitrógeno a carbono que exista. Cuando mayor sea ésta, mayor será el contenido de nitrógeno en el carbonitruro. También la composición de éstos, está influenciada por la temperatura a la que se forman, siendo mayor el contenido de nitrógeno a medida que se eleva ésta. En el caso del Ti, el TiN es prácticamente insoluble, aún a temperaturas donde el TiC es totalmente soluble. Como consecuencia, el TiN se forma en la aleación cuando todavía está en estado líquido utilizando prácticamente todo el nitrógeno, por ello el TiC formado posteriormente a más baja temperatura, estará virtualmente exento de nitrógeno. ⁽⁴⁹⁾

La adición de titanio al vanadio da como resultado la aparición de microprecipitados complejos de estos dos elementos. Gladman ⁽²⁴⁾ señala que, aunque se observa una velocidad de crecimiento de las partículas mayor en este tipo de precipitados complejos, los de Ti y V parecen que ofrecen la mayor oportunidad de afinar el grano de estas aleaciones de tenacidad mejorada para uso en la construcción mecánica. Sin embargo, como ya se ha indicado, se aprecia una disminución de la resistencia, sobre todo si el contenido de nitrógeno presente no es suficiente para conseguir el endurecimiento por precipitación total del vanadio ^(23,47).

Afortunadamente, la precipitación durante el enfriamiento de los compuestos intermetálicos no ocurre, de modo muy apreciable, en la austenita (a excepción del TiN). Si ésta ocurriera, se reduciría la precipitación en la ferrita y, como consecuencia, el endurecimiento por precipitación. La precipitación suele ocurrir en las proximidades del frente de avance de la transformación $\gamma \rightarrow \alpha$ y en la ferrita sobresaturada (dada la baja solubilidad de los dopantes en ella) propiamente dicha. Los primeros tipos de precipitados son más finos y colaboran más al endurecimiento (resistencia) por

precipitación que los segundos. Cuando menor sea la temperatura de transformación (enfriamientos más rápidos), más finos serán los precipitados y mayor, por consiguiente, el aumento de resistencia producida por la precipitación. Un enfriamiento demasiado lento daría lugar a precipitados groseros y uno excesivamente rápido podría impedir dicha precipitación. La adición de nitrógeno al vanadio promueve la precipitación en la interfase. También, se ha encontrado que el N produce una disminución del enriquecimiento del carbono en la austenita y acelera la transformación ⁽⁴⁹⁾.

Respecto al efecto de la precipitación sobre la perlita proeutectoide (fundamentalmente, se ha estudiado sobre aleaciones dopadas con vanadio) se ha encontrado que la de los carbonitruros ocurre dentro de la ferrita laminar y el vanadio se segrega sobre las láminas de cementita. Este tipo de precipitación produce un incremento del límite elástico del orden de 100 a 150MPa ⁽⁴⁹⁾. Este incremento es función del tamaño del precipitado y su fracción de volumen de acuerdo al modelo de Orowan-Ashby como se recoge en la figura 10 ⁽³⁹⁾.

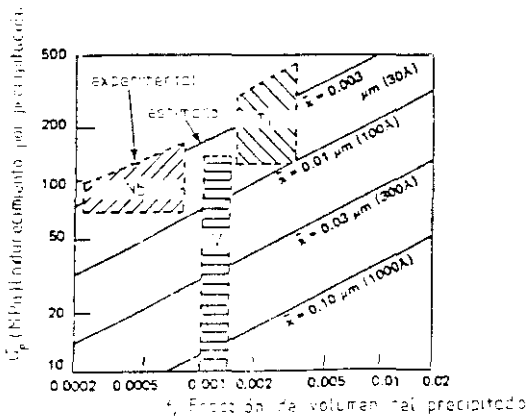


Figura 10: Incremento de endurecimiento por precipitación, en función de la fracción de volumen del precipitado y del tamaño de éste. (Comparación entre los datos obtenidos experimentalmente y los teóricos obtenidos mediante la relación de Orowan y Ashby ⁽³⁹⁾).

La acción conjunta de los precipitados y de la deformación permiten ejercer un control sobre el tamaño de grano ferrítico-perlítico final. El mantener un grano austenítico fino, para el caso de una conformación en las que las temperaturas de proceso son altas (1180°C a 1250°C), facilitará, aún más, el conseguir un grano ferrítico-perlítico final pequeño y con ello, la posibilidad de mejorar las características de resistencia y de tenacidad finales.

En definitiva, los factores que influyen en la elevación del límite elástico y la resistencia son, además del tamaño de grano fino, el endurecimiento por precipitación y el aumento de la fracción del volumen de la perlita. Si bien, estos dos últimos, producen un cierto deterioro en la tenacidad.

En resumen, la interrelación de los tres parámetros: 1) microaleación, 2) deformación plástica y 3) enfriamiento controlado, conducen a los dos objetivos principales en un tratamiento termomecánico: a) el afino del grano resultante y b) el endurecimiento por precipitación (figura 11) ⁽⁴⁰⁾. La acción de los microaleantes y de la deformación tienden a maximizar S_v (variable que define la posibilidad de nucleación y que ya ha sido comentada anteriormente) en la austenita. Para un S_v dado, el tamaño de grano ferrítico puede reducirse, aún más, mediante un enfriamiento acelerado. Sin embargo, este enfriamiento debe limitarse para no entrar en la región bainítica ya que ello perjudicaría las características de tenacidad. En las aleaciones que van a estudiarse dopadas con vanadio y titanio en cantidades pequeñas conviene insistir nuevamente que el aumento del contenido de nitrógeno produce un incremento importante de la resistencia a causa de una mayor precipitación, al igual que lo produce un incremento en la velocidad de enfriamiento, indicativo de que el nitrógeno se comporta como un microaleante más ⁽⁵¹⁾.

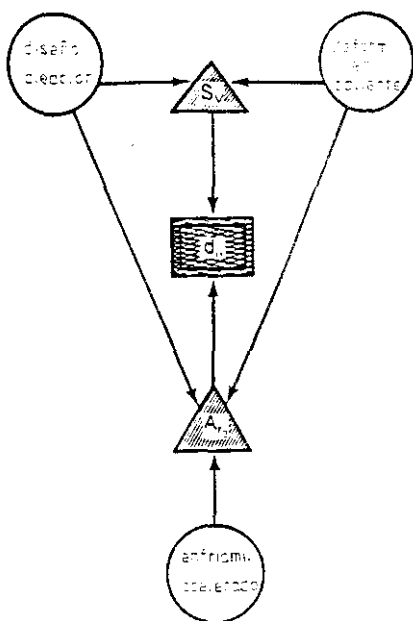


Figura 11: Esquema de la interacción de los tres parámetros fundamentales en un tratamiento termomecánico: donde S , es la suma de las áreas de la frontera de grano y bandas de deformación por unidad de volumen, d_n el tamaño de grano ferrítico y A_f , el punto de inicio de transformación a ferrita en el enfriamiento ⁽⁴⁾.

En las aleaciones con contenidos de carbono mayores de 0,25% en peso que suponen fracciones de volumen de perlita mayores del 20%, sus características (resistencia y tenacidad) dependen claramente de las propiedades de sus microconstituyentes (ferrita y perlita) y de sus proporciones relativas. Por tanto, la ecuación inicial (1) de Hall y Petch ha tenido que ser generalizada como

$$\sigma_y = f_a \sigma_a + (1-f_a) \sigma_{pe} \quad (7)$$

donde f_a es la fracción de volumen de ferrita y σ_a y σ_{pe} son el límite elástico de la ferrita y la perlita respectivamente. El término $(1-f_a)$ es la fracción de volumen de la perlita f_{pe} .

También una ecuación relativamente aceptable fué propuesta por Kouwenhoven ⁽⁵²⁾ para un amplio contenido de perlita.

Gladman y colaboradores ⁽⁵³⁾ encontraron a partir de datos estadísticos, una relación para el límite elástico de las aleaciones férreas hipoeutectoides ferrítico-perlíticas de la forma

$$\sigma_y = f_a^{1/3} \sigma_a + (1-f_a^{1/3})\sigma_{pe} \quad (8)$$

Esta expresión describe satisfactoriamente todo el rango de las fracciones de volumen de perlita contenido en dichas aleaciones férreas.

La tenacidad (temperatura de transición en impacto) de estas aleaciones depende fuertemente de la fracción de volumen de perlita, aún en el caso de que ésta sea pequeña. Una ley que describe los efectos de cada microestructura en la tenacidad (temperatura de transición T) se puede enunciar así ⁽³⁸⁾.

$$T = f_a T_a + (1-f_a) T_{pe} \quad (9)$$

Donde T_a y T_{pe} es la temperatura de transición en impacto para la ferrita y perlita respectivamente.

Otra medida de la tenacidad como es el valor de la energía de saturación (U.S.E.) también depende fuertemente de la fracción de volumen de la perlita ⁽⁵⁴⁾.

Para poder obtener las características de estas aleaciones férreas hipoeutectoides habrá que conocer las propiedades de las aleaciones totalmente ferríticas y las de las totalmente perlíticas.

Así para la *ferrita* la ecuación (1) de Hall-Petch, que describe la relación del límite elástico con el tamaño de grano, puede escribirse en forma generalizada como

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_s + \sigma_g + \sigma_p + \sigma_t + k_1 d^{-1/2} \quad (10)$$

Donde, σ_0 es el límite elástico, σ_s es la tensión de fricción interna del cristal (principalmente relacionada con la tensión de Peierls-Nabarro), σ_g es el efecto de endurecimiento de la solución sólida (principalmente relacionada con el contenido en Mn y en Si); σ_g es el endurecimiento debido a las dislocaciones y a los subgranos; σ_p señala el endurecimiento por precipitación o dispersión y σ_t describe el endurecimiento debido a la textura (aunque su contribución, según los estudios de Baker ⁽⁵⁵⁾, es

prácticamente despreciable), k_1 es una constante relacionada con el afino de grano. (este valor puede considerarse en buena aproximación independiente de la temperatura, de la composición, de la deformación y de la velocidad de deformación, etc y por ello puede suponerse constante) y d representa la media de las intersecciones lineales de las fronteras de los granos.

De forma análoga, la ecuación que describe la tenacidad ⁽⁵⁶⁾ se puede definir como

$$T = f_0(\sigma_0 + \sigma_s + \sigma_g + \sigma_p + \sigma_j) \cdot kd^{-1/2} \quad (11)$$

Donde T es la temperatura de transición en impacto, f_0 depende de todos los factores que intervienen en el aumento del límite elástico (p.e. aumenta con todos los que favorecen el endurecimiento, excepto el tamaño de grano, y aumenta también con la presencia de precipitados gruesos y su efecto, está relacionado con la raíz cuadrada de su tamaño o espesor, p.e.: espesor de la cementita ⁽⁵⁶⁾) y d tiene el significado indicado antes. El valor de k , que sigue siendo una constante relacionada con el afino de grano, no depende de estos factores.

Cuando d se mide en mm, σ_y se da en MPa y T en °C. (aunque la medida de la temperatura en el S.I. es en Kelvin (K) se utilizan habitualmente grados centígrados para la medida de este parámetro) el valor de k_1 en la ecuación (10) es próximo a 18 ⁽⁴⁹⁾ y el de k en la ecuación (11) próximo a 12 ⁽⁴⁹⁾. Un sencillo cálculo utilizando estos valores muestra la gran importancia del afino del grano en valor de σ_y y T .

Gladman ^(24,57,58) señala, para este tipo de aleaciones en carbono menores de 0,25% en peso, que la ecuación (10) puede enunciarse como

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_1(\%Mn) + k_2(\%Si) + k_3(\%N_2)^{1/2} + k_4 d^{1/2} \quad (12)$$

Donde se señala que el límite elástico viene controlado por la tensión de Peierls-Nabarro ($\sigma_0 = 88$ MPa para enfriamientos con velocidades cercanas al aire) y por otros sumandos que definen el efecto del endurecimiento en la solución sólida del manganeso, silicio y nitrógeno libre (en porcentaje en peso) y por el tamaño de grano ferrítico, d (mm). Los valores de k_1 , k_2 y k_3 encontrados fueron 37, 83 y 2918 MPa respectivamente. El de k_4 fué 15.1 MPa mm.

El endurecimiento por precipitación (σ_p), que habría de sumarse a la expresión (12), sigue la ley de Orowan ⁽⁴⁷⁾ y Ashby ⁽⁴⁸⁾ y cuya ecuación toma la forma:

$$\sigma_p(\text{MPa}) = 5.9 \sqrt{f/k} \cdot \ln(x/2.5 \times 10^{-4}) \quad (13)$$

Donde f es la fracción de volumen de los precipitados y x (en micrómetros) es la media de las intersecciones planas de los diámetros de los precipitados y que puede tomarse, para los precipitados usuales, como $x = 0.89165 d_0$, donde d_0 es el diámetro espacial de la partícula en micrómetros ⁽²⁴⁾.

El endurecimiento por dislocaciones y subgranos no se le considera particularmente importante a temperaturas finales de deformación relativamente altas, ya que solamente se incrementa, para temperaturas finales de deformación de 650°C, en 60MPa (en el caso de aleaciones ferrítico-perlíticas, la contribución de los subgranos, que dan un endurecimiento más importante que el de las dislocaciones es prácticamente nula ⁽⁵⁹⁾), por ello, la ecuación de Gladman (12) no la recoge.

Respecto a la tenacidad (temperatura de transición en impacto) en estas aleaciones ferríticas, Gladman ^(58,59) sugirió los siguientes coeficientes para la ecuación (11).

$$I.T.T(^{\circ}C) = -19 + 44(\%Si) + 700(\%N_L)^{1/2} + 2.2(\%perlita) - 11.5d^{-1/2} \quad (14)$$

Para la *perlita* el factor que más influye en la resistencia es la distancia interlaminar. Hugo y Woodhead ⁽⁶⁰⁾ mostraron que también en este caso el límite elástico σ_y se regía por una ley tipo Hall-Petch

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_s s^{-1/2} \quad (15)$$

Donde σ_0 es la tensión de fricción aparente, k_s es una constante y s es la distancia interlaminar.

Gladman y colaboradores ⁽⁵³⁾ definieron unos valores para esta ecuación y además, formularon unas ecuaciones del mismo tipo para obtener las características de resistencia. Estas fueron,

$$\sigma_y = 178 + 3.85 s^{-1/2} \quad (16)$$

$$\sigma_T = 720 + 3.5 s^{-1/2} \quad (17)$$

σ_y (límite elástico) y σ_T (resistencia) se miden en MPa y s se mide en milímetros, a las que añadieron dos términos para el endurecimiento por solución sólida de modo análogo a lo indicado en las aleaciones ferríticas. Estas finalmente quedaron, como sigue ⁽⁵⁹⁾

$$\sigma_y(\text{MPa}) = 178 + 3.85 s^{-1/2} + 63.1(\% \text{Si}) + 425(\% \text{N}_{\text{libre}})^{1/2} \quad (18)$$

$$\sigma_T(\text{MPa}) = 720 + 3.5 s^{-1/2} + 97(\% \text{Si}) \quad (19)$$

A estos valores hay que añadir el endurecimiento por precipitación para obtener el valor total del límite elástico y la resistencia. El resto de los factores se les considera despreciables, ya que el único endurecimiento importante es el debido a los subgranos, que es muy pequeño y, por tanto, se puede eliminar de la ecuación.

Respecto a la tenacidad de las aleaciones perlíticas, la temperatura de transición (T), aumenta cuando disminuye la distancia interlaminar (s) y disminuye cuanto menor sea el grano perlítico (p) ⁽⁵³⁾. También se observó ⁽⁵³⁾ que a medida que disminuía el espesor de la lámina de cementita (t) de la perlita, también descendía T.

La ecuación sugerida ⁽⁵³⁾ después del análisis por regresión múltiple de numerosas aleaciones perlíticas fue:

$$I.T.T(^{\circ}\text{C}) = -335 + 5.6 s^{-1/2} - 13.3p^{-1/2} + (3.48 \times 10^{-6})t \quad (20)$$

donde s, p, t se miden en mm y T en $^{\circ}\text{C}$

Para las aleaciones férricas hipoeutectoides ferrítico-perlíticas que se estudiarán a continuación, las ecuaciones propuestas por Gladman y sus colaboradores ^(24,53) de acuerdo a la expresión (8) y después de numerosas regresiones múltiples, fueron

$$\begin{aligned} \sigma_y(\text{MPa}) &= f_a^{-1/3} [35 + 58.5(\% \text{Mn}) + 17.4d^{-1/2}] + (1 - f_a^{-1/3}) [178 + 3.85 s^{-1/2}] \\ (\pm 45 \text{ MPa}) &+ 63.1(\% \text{Si}) + 425(\% \text{N}_J)^{1/2} \end{aligned} \quad (21)$$

$$\begin{aligned} \sigma_T(\text{MPa}) &= f_a^{-1/3} [246 + 1140(\% \text{N}_J)^{1/2} + 18.2d^{-1/2}] + \\ (\pm 45 \text{ MPa}) &+ (1 - f_a^{-1/3}) [720 + 3.5 s^{-1/2}] + 97(\% \text{Si}) \end{aligned} \quad (22)$$

Los valores de d y s se miden en mm y los porcentajes son en peso.

El endurecimiento por precipitación (σ_p) se obtendrá de la expresión de Orowan y Ashby (13). Con lo que, las ecuaciones que dan los valores totales serán

$$\sigma_{yt}(\text{MPa}) = \sigma_y(\text{MPa}) + \sigma_p(\text{MPa}) \quad (23)$$

$$\sigma_{Tt}(\text{MPa}) = \sigma_T(\text{MPa}) + \sigma_p(\text{MPa}) \quad (24)$$

Siendo σ_y el límite elástico teórico total y σ_{TS} la resistencia teórica total.

En la figura 12 ⁽⁴⁶⁾ se describe esquemáticamente la suma de cada una de las contribuciones al límite elástico en este tipo de aleaciones.

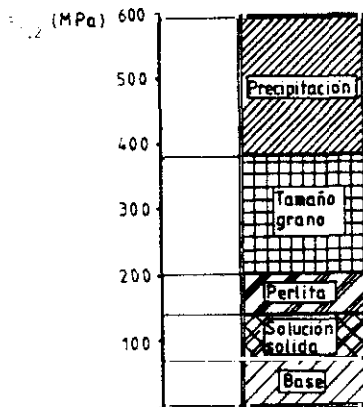


Figura 12: Valores de cada una de las contribuciones al límite elástico final en aleaciones férricas hipoeutéctoides microaleadas con carbono medio.

Respecto a la tenacidad, representada por la temperatura de transición en impacto y definida por la temperatura a la cual la energía obtenida en el ensayo Charpy V es 27J ^(58,46). La relación viene dada por:

$$T(^{\circ}\text{C}) = f_{\alpha}(-46-11,5d^{1/2})+(1-f_{\alpha})[-335+5,6 s^{-1/2}-13,3 p^{-1/2}+(3,48 \times 10^6)t]+(\pm 30^{\circ}\text{C}) +48,7(\% \text{Si})+762(\% \text{N}_T) \quad (25)$$

donde d (tamaño de grano ferrítico), s (distancia interlamina de la perlita), p (tamaño de la colonia perlítica) y t (espesor de la lamina de cementita) se miden en mm y los porcentajes son en peso.

Posteriormente, otros autores como Licka y colaboradores ⁽⁶²⁾ y Burnett ⁽⁶³⁾ también han anunciado fórmulas empíricas para el cálculo de las propiedades de este tipo de aleaciones ferrítico-perlíticas. El primero ha tenido en cuenta los mismos parámetros

que Gladman y colaboradores^(54,55), pero introduciendo el porcentaje en peso del vanadio, además del nitrógeno, y el segundo, ha tenido en cuenta la velocidad de enfriamiento.

En este trabajo, se compararán los resultados de las características obtenidas teóricamente por cuatro métodos: a) Gladman^(74,55), b) Kouwenhoven⁽⁵⁸⁾, c) Licka⁽⁶²⁾ y d) Burnett⁽⁶³⁾ y se estudiará la bondad de estos resultados respecto a los valores reales obtenidos sobre los componentes (bielas) conformados por deformación.

Finalmente se compararán los valores experimentales de la resistencia, límite elástico y tenacidad obtenidos en los componentes con los parámetros obtenidos en el ensayo de torsión (dureza y tamaño de grano).

Recapitulando los objetivos perseguidos en este trabajo y descritos a lo largo del capítulo, señalar que estos se centrarán en conocer la respuesta a la conformación a velocidades de deformación altas, tanto en el dominio austenítico (γ) como en el austenítico-ferrítico de aleaciones férricas hipoeutectoides, con niveles de carbono medio dopadas con vanadio y titanio (este último en cantidades variables) e identificar la cantidad de titanio óptima que deberán tener estas aleaciones para obtener, después del tratamiento termomecánico de conformación (deformación y enfriamiento controlado), unas características mecánicas cercanas o mejores que las que se obtienen con las aleaciones férricas hipoeutectoides convencionales tratadas térmicamente.

Igualmente se estudiarán los fenómenos relacionados con la recristalización dinámica y estática y con la evolución del tamaño de grano en función de los parámetros de deformación (temperatura de deformación y velocidad de deformación). Así mismo se determinará la evolución de la ductilidad con la temperatura de deformación con vistas a comprender los procesos de conformación de estas aleaciones.

El conocimiento, mediante las técnicas de torsión, de la influencia de la deformación y de la temperatura de deformación sobre el estado de la austenita (γ), de ésta sobre el grano ferrítico-perlítico final y de la evolución de la estructura $\gamma+\alpha$ después de efectuar las deformaciones a temperaturas comprendidas entre 700 y 825°C ("semicaliente"), completará, junto con el estudio de las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos, los conocimientos de los procesos de deformación y transformación de estas aleaciones. Este último proceso permite reducir fuertemente el gasto energético, al poder reducirse la temperatura del proceso, y produce una mejora en la calidad dimensional y superficial, que hace innecesario el mecanizado posterior del componente conformado y cuya incidencia en el coste del mismo se cifra en un 50% del coste total.

Por último, el conocimiento, con ayuda de la microscopía de transmisión, de la acción de los microprecipitados de vanadio y titanio sobre el control de la recristalización y sobre el endurecimiento por precipitación unido a la determinación de cual de las expresiones teóricas que permiten el cálculo de las características mecánicas, da los valores más cercanos a los reales obtenidos en la conformación de los componentes de automoción estudiados (bielas) y finalmente, el conocer la relación de estos últimos valores con los obtenidos en torsión, pondrá las bases para las aplicaciones prácticas a otros componentes conformados más críticos fabricados con este tipo de aleaciones.

Los principales temas que serán abordados en este trabajo sobre las aleaciones férreas hipoeutectoides dopadas en vanadio y titanio estudiadas, serán:

- ▶ Las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos.
- ▶ El crecimiento del tamaño de grano durante el calentamiento.
- ▶ El comportamiento de la austenita durante la recristalización. Ecuación de Zener-Hollomon.
- ▶ La variación de la ductilidad en la fase austenítica (γ).
- ▶ La evolución de las estructuras austeníticas (γ) durante la deformación.
- ▶ La variación de la ductilidad en el dominio de coexistencia de la fase austenítica y ferrítica ($\gamma+\alpha$)
- ▶ La evolución de las estructuras austenítico-ferríticas durante la deformación en el dominio bifásico ($\gamma+\alpha$)
- ▶ El examen de las microestructuras finales y su evolución en función de las condiciones de deformación para la conformación (temperatura).
- ▶ El estudio de los microprecipitados obtenidos y los parámetros del componente bifásico laminar perlítico.
- ▶ La relación de las variables: tamaño de grano austenítico, tamaño de grano ferrítico-perlítico, fracciones de volumen de las fases presentes, microdurezas y ductilidad, con la cantidad de titanio presente en la aleación.

- La comparación de los resultados de las características: límite elástico, resistencia (carga de rotura) y temperatura de transición en impacto, obtenidos mediante la utilización de la relación de Hall-Petch a través de las ecuaciones de Gladman⁽⁵³⁾ y otros autores^(57,61,62) en estas aleaciones férricas hipoeutéctoides dopadas con V y Ti y su comparación con las características reales obtenidas sobre los componentes conformados. Obtención de las curvas que relacionan las propiedades de resistencia y tenacidad reales y los parámetros obtenidos por torsión (dureza y tamaño de grano ferrítico-perlítico final).

2.- **MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES**

2.1 **ALEACIONES ESTUDIADAS**

Las aleaciones estudiadas han sido elaboradas por distintos métodos: La aleación 1, mediante fusión en horno eléctrico de arco, con posterior tratamiento en hornocuchara con calentamiento y vacío con objeto de disminuir al máximo el nivel de oxígeno y adicionar aquí el aluminio (Al) y los dopantes vanadio (V) y titanio (Ti) (con el vanadio se le incorporó simultáneamente nitrógeno). En la misma instalación, se ha realizado además el ajuste de la composición y de la temperatura de colada. Se ha colado en lingotes convencionales de sección media de 250 mm x 250 mm, que posteriormente se han conformado, por laminación, a palanquilla de 110 mm de lado. Finalmente se ha realizado otra nueva laminación a palanquilla de 46 mm y 38.5 mm de lado y a redondo de 36 mm de diámetro, con enfriamiento controlado finalizada la deformación. Una descripción detallada de la laminación se encuentra en la bibliografía ⁽⁶⁶⁾⁽⁶⁷⁾.

Las aleaciones 2 y 3 se han fabricado por fusión en un horno de inducción de 150 kg., en el que se ha mantenido el caldo con atmósfera controlada de argón durante la fusión con objeto de apantallar la posible entrada de oxígeno. Se han colado en lingotes convencionales de 115 mm. x 115 mm. de sección media. Posteriormente se han laminado a palanquilla de 46 mm. y 38,5 mm. de lado, del mismo modo que la aleación 1.

Estas tres aleaciones férricas hipoeutéctoides son de carbono medios ($C = 0,20 - 0,60\%$ en peso) con un contenido de vanadio ($V = 0,10\%$ en peso) prácticamente constante y en las que se ha variado el contenido de titanio ($Ti = 0,003$ a $0,039\%$ en peso). El nivel de nitrógeno varía entre unos límites, en los que la influencia de éste en el control del tamaño de grano austenítico es mínima (figura 13) aunque relativamente importante en lo que concierne a las características de resistencia: carga de rotura y límite elástico ⁽²⁵⁾. A título comparativo se ha incluido una aleación férrea (38C2) carente de los elementos dopantes y utilizada actualmente para la fabricación de la pieza de automoción de altas prestaciones estudiada en este trabajo y que sirve de ejemplo representativo de un tipo de conformación de alta velocidad.

La composición química específica de cada aleación, en porcentaje de peso y en partes por millón (p.p.m) -los gases-, se detalla en la tabla 1.

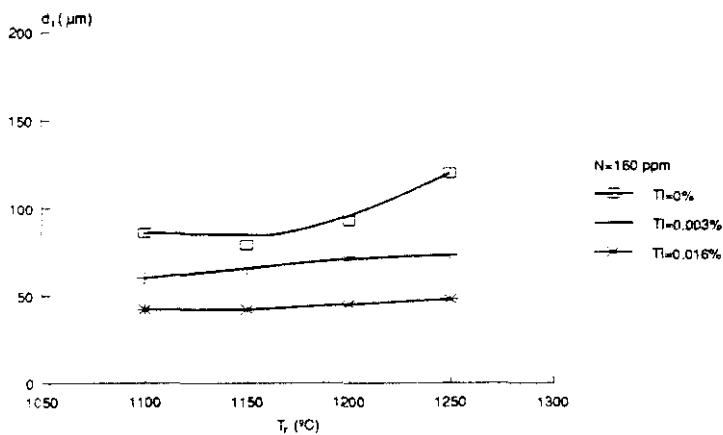
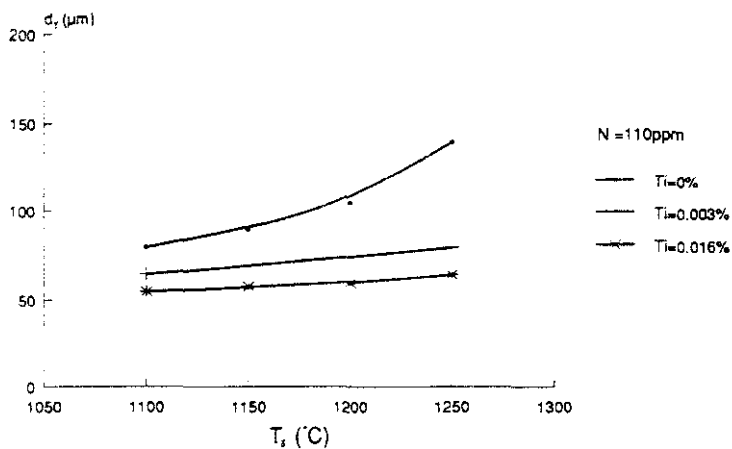


Fig. 13 Influencia del contenido de Nitrógeno sobre el tamaño de grano austenítico para distintos porcentajes en peso de Titanio sobre una aleación base de 0.32% en peso de C 0.06% en peso de V y 1.45% de Mn.(25)

	%C	%Mn	%Si	%S	%P	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Ti	%Cu	%Sn	%Al	%Zn	%O ₂
Aleación 1	0,29	1,34	0,41	0,026	0,021	0,09	0,10	0,02	0,10	0,003	0,244	0,020	0,029	1,67	30
Aleación 2	0,29	1,28	0,34	0,028	0,017	0,13	0,08	0,01	0,09	0,019	0,134	0,015	0,036	1,06	45
Aleación 3	0,32	1,39	0,33	0,021	0,015	0,13	0,14	0,03	0,129	0,039	0,129	0,017	0,049	1,48	57
38Cr2	0,39	0,65	0,22	0,034	0,025	0,50	---	---	0,005	0,002	0,23	0,016	0,034	---	--

(*) Los datos son en partes por millón

TABLA 1: Composición química sobre producto de las tres aleaciones en tanto por ciento en peso y en p.p.m.

2.2 DEFORMACION EXPERIMENTAL

2.2.1 Deformación experimental en el dominio austenítico y ("caliente")

Los parámetros de deformación que van a aplicarse en la simulación en torsión en el dominio austenítico, fueron elegidos de una pieza de automoción conformada en la fase γ ("caliente"), de alto consumo y altas exigencias de calidad que, en la actualidad, está amenazada de sustitución por materiales alternativos tales como: la fundición nodular bainítica, los composites de matriz metálica (aluminio) e incluso los composites de matriz cerámica. Su alto consumo y la necesidad de tener unas buenas características mecánicas y de fatiga hacen que en este caso sea necesario optimizar el binomio calidad-coste. Las aleaciones que van a estudiarse pueden optimizarlo, ya que pueden permitir eliminar el tratamiento térmico, disminuyendo por ello su coste y manteniendo las características mecánicas y de fatiga prácticamente iguales. Al mismo tiempo, dichas aleaciones podrían ser de aplicación a piezas de automoción más críticas y situadas en el exterior del vehículo (donde las características a bajas temperaturas son muy importantes). Si el tratamiento termomecánico y la influencia de los elementos dopantes colaboran en conseguir las características exigidas a esas bajas temperaturas.

La pieza (cuerpo de biela) (figura 14) de 445 gr. de peso, está formada por un alma o caña central en "H" y dos cabezas (una de ellas es en realidad una semicabeza). La zona estudiada ha sido la caña (zona más crítica).

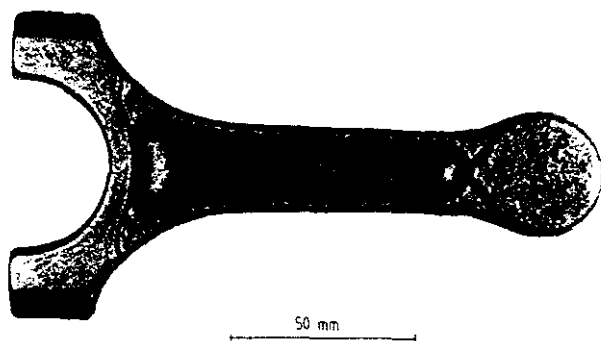


Figura 14: Cuerpo de biela

El tratamiento termomecánico en el dominio austenítico, ha consistido en una conformación realizada en dos operaciones (realmente hay tres pero la última sólo ajusta dimensiones finales y la deformación puede tomarse como cero en la *zona interior de la caña*).

Tomando como base para el cálculo de la deformación la norma alemana SEP 1123 ⁽⁶⁸⁾ y las curvas características de la máquina donde se ha efectuado la deformación ⁽⁶⁹⁾ y con ayuda de la geometría de los sucesivos contornos obtenidos en cada operación, se han deducido los siguientes parámetros:

1ª Operación:

$$\epsilon_1 = \ln (h_i/h_f)_1 = 1,443 \quad (76\%)(*) \quad h_{\text{inicial}} = 36 \text{ mm}; \quad h_{\text{final}} = 8,5 \text{ mm}$$

$$\dot{\epsilon}_1 = (\epsilon_1/\Delta h_1) v_{m1} = 13,7 \text{ s}^{-1} \quad v_{m1} = 261,6 \text{ mm s}^{-1}$$

2ª Operación:

$$\epsilon_2 = \ln (h_i/h_f)_2 = 0,779 \quad (54\%) (*) \quad h_{\text{inicial}} = 8,5 \text{ mm}; \quad h_{\text{final}} = 3,9 \text{ mm}$$

$$\dot{\epsilon}_2 = (\epsilon_2/\Delta h_2) v_{m2} = 18,9 \text{ s}^{-1} \quad v_{m2} = 223,47 \text{ mm s}^{-1}$$

(*) porcentaje de reducción

donde ϵ_1 , y $\dot{\epsilon}_1$ y ϵ_2 , y $\dot{\epsilon}_2$ es la deformación y velocidad de deformación en la 1ª y 2ª operación de conformación respectivamente y v_m es la velocidad de la maza al inicio de la deformación menos la del final de la deformación. Esta última, en nuestro caso es cero, ya que la maza se detiene al final del recorrido y retrocede.

Las temperaturas a las cuales se efectúa la deformación fueron tomadas mediante un pirómetro de radiación previamente calibrado con ayuda de un horno patrón en el que se reguló adecuadamente su emisividad.

El calentamiento de los perfiles iniciales (redondo de diámetro 36 mm) se realizó en un horno de inducción, en el que la velocidad de calentamiento fue de $5^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Durante la conformación no fue posible tomar la temperatura en todos los pasos por lo que, entre las temperaturas del horno y las finales (correspondientes a la tercera operación, donde la deformación es nula), a veces, se interpolaron algunas temperaturas de las operaciones intermedias.

Se realizaron algunas pruebas deformando en la primera operación con cierto retraso, para que disminuyese la temperatura de deformación respecto a las normales (deformaciones retrasadas ⁽⁶⁶⁾ (67)).

En algunas de las piezas acabadas a bajas temperaturas se tuvieron problemas de llenado, lo cual demostraba que con el diseño actual de la pieza y la potencia del equipo de deformación, no podrían efectuarse esas secuencias sin problemas de calidad.

En la tabla 2 se resumen las secuencias que se realizaron (las indicadas con letras son las retrasadas).

SECUENCIAS	Tª SOLUBILIZACIÓN = Tª HORNO (°C)	Tª 1ª OPERACION (°C)	Tª 2ª OPERACION (°C)	Tª 3ª OPERACION (°C)
1ª	1250	1160	1125	1090
2ª	1200	1110	1110	1070
3ª	1150	1110	1085	1045
4ª	1100	1110	1050	1030
a	1250	1110	1075	1040
b	1250	1080	1025	1010
c	1150	1080	1025	1000

TABLA 2: Temperaturas en las distintas operaciones y secuencias de deformación del cuerpo de biela.

Los tiempos entre operaciones fueron: de 7-8 segundos entre el horno y la primera operación y de 3-4 segundos entre la primera y la segunda operación y entre la segunda y tercera operación. El enfriamiento, después de la conformación, se realizó en un túnel de enfriamiento y al aire, siendo la velocidad de enfriamiento en la caña de la biela (túnel) = $1,05^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ y en la caña de la biela (aire) = $2,10^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ para la temperatura de la 2ª operación más alta.

2.2.2 Deformación experimental en el dominio austeno-ferrítico ($\gamma+\alpha$) ("semicaliente")

Los parámetros de deformación elegidos para efectuar la simulación por torsión se han obtenido de un componente de transmisión de automoción (junta homocinética) que actualmente se fabrica mediante una deformación en el campo $\gamma+\alpha$ (conocida con el nombre de conformación en "semicaliente" o a "medio calor", ya que ésta se realiza entre el dominio α o "frío", generalmente a temperatura ambiente y el de la austenita (γ) o "caliente"). Este proceso permite obtener unos componentes con unas buenas características mecánicas y de fatiga y además, se consigue en éstos una gran precisión dimensional muy cercana a los acabados en frío, con un buen acabado superficial debido a que el calentamiento se realiza a la temperatura de deformación y, por tanto, sólo se produce una ligerísima capa de óxido en el calentamiento, favoreciendo con ello la calidad superficial, lo que permite al mismo tiempo eliminar parcial o totalmente el mecanizado que es necesario realizar cuando la deformación se efectúa a alta temperatura. El coste de este mecanizado representa más de la mitad del coste total del producto.

La junta homocinética se conforma de acuerdo con las secuencias que se indican en la figura 15⁽³⁰⁾. La zona que se ha estudiado, es la más crítica y corresponde a la "copa" de la pieza ya que el resto tiene mucha menor dificultad para su conformación y no es zona crítica de esfuerzos).

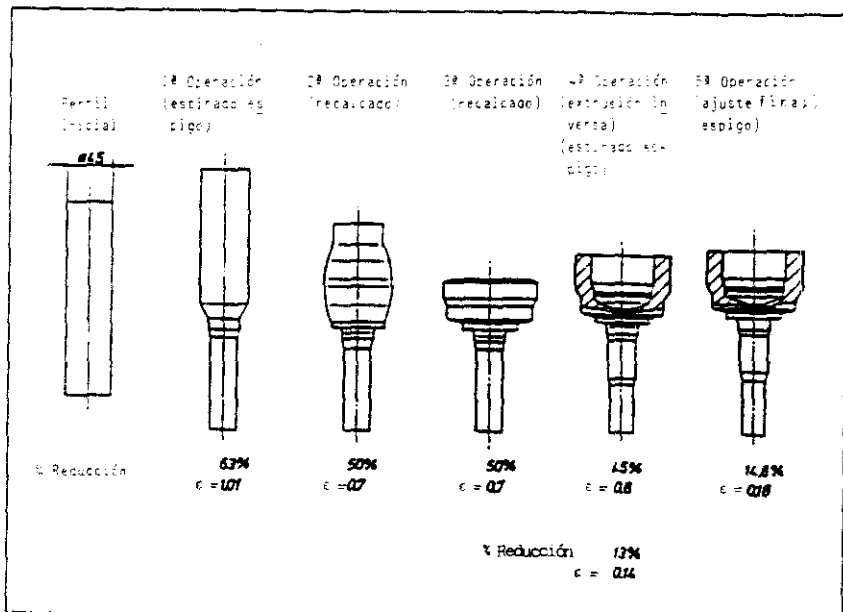


Figura 15: Etapas de las sucesivas deformaciones en el dominio $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") de una junta homocinética.

Del mismo modo que con la biela conformada en "caliente", el cálculo de los parámetros se han efectuado con ayuda de la norma alemana SEP 1123⁽⁶⁸⁾, las curvas características de la máquina donde se realiza la deformación⁽⁷¹⁾ y la geometría de los sucesivos contornos obtenidos en cada operación⁽⁷⁰⁾. Los parámetros obtenidos en la deformación real en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") y utilizada en la simulación por torsión se señalan en la tabla 3.

Igualmente las temperaturas fueron tomadas con un pirómetro de radiación calibrado previamente para este nivel de temperaturas. Si bien, el proceso se realiza a las temperaturas indicadas en la tabla 3, en la simulación por torsión se han ensayado otras temperaturas con objeto de realizar el estudio de la conformación en todo el campo $\gamma+\alpha$.

Aquí también las piezas se enfrían al aire con una velocidad de enfriamiento de $4.20^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ y $3.10^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ (entre 700 y 600°C) para la temperatura del proceso más baja (700°C) y la más alta (825°C) respectivamente.

OPERACIONES	TIEMPO Deformación (seg)	ALTURA zona "copa" (total) (mm)	DEFORMACION		TIEMPO DE ESPERA OPERACIONES DEFORMACION (seg)	t VELOCIDAD MEDIA DE DEFORMACION (seg-1) ***	TEMPERATURA FORJA (°C)
			%	ε x 10 ⁻³ (α)			
Long. total	---	(108±4)	---	---	---	---	---
1ª Operación (estirado espigo)	(0,66)	106	63	ε=1,01 (espigo)		---	775
Pausa					(1,05)		
2ª Operación (recalcado)	0,66	54	50	ε=0,69 (copa)		ε= 7,2 seg-1 (1)	775
Pausa					(1,05)		
3ª Operación (recalcado)	0,66	25	50	ε=0,69 (copa)		ε= 13,4 seg-1 (2)	775
Pausa					(1,05)		
4ª Operación (extrusión inversa)	0,66	45	45	ε=0,59 (copa)		ε= 9,9 seg-1 (2)	775/825
Pausa					(1,05)		
5ª Operación (acabado final)	(0,66)	45	(14,8)	ε=0,15 (espigo)			(775/825)

- x: Excepto en la 4ª operación que es $t = \ln h_0/h_1$
 ** Tiempo total de operación 1.5 x 5 = 7.5 seg.
 * Tiempo total de deformación 0,66 x 5 = 3.3 seg.
 * Tiempo de espera (manipulación) total: 4.2 seg. (tiempo espera por estación: 1.05)
 *** $t = (1/h) \cdot v$; $t_e = (\Delta r/\Delta h) \cdot v_e = 0.69/55 \times 583 \text{ mm/seg} = 7.2 \text{ seg}^{-1}$
 v_e (velocidad media masa) = $v_{maza}/2 = v_{maza} \cdot \Delta V/2 = v_{maza} \cdot V_{maza}/2 = v_{maza}/2 = \begin{cases} 563 \text{ mm/seg (1)} \\ 487 \text{ mm/seg (2)} \end{cases}$

TABLA 3: Parámetros del proceso de conformación en el dominio bifásico de la junta homocinética.

2.3 ANÁLISIS DILATOMÉTRICO.

La aplicación de la técnica dilatométrica con ayuda de un dilatometro ultrarápido (ver Anexo 7.2) ha permitido la determinación de la evolución del tamaño de grano con la temperatura y el conocer los puntos de transformación en calentamiento A_c1 y A_c2 , (también se ha obtenido el punto A_r3 , para velocidades de enfriamiento de $v_c = 2.10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$, entre 800°C y 600°C). Finalmente, se han obtenido las transformaciones de inequlibrio por ciclos anisotérmicos (diagramas CCT de enfriamiento continuo) en cada una de las aleaciones estudiadas.

Mediante las curvas dilatométricas (registros gráficos de los ensayos efectuados) se han determinado experimentalmente los puntos de principio y fin de las diferentes transformaciones que han tenido lugar en el curso del enfriamiento en cada una de las aleaciones sometidas a los diferentes ciclos térmicos.

Para determinar la evolución del tamaño de grano con la temperatura, primero se han definido las velocidades de calentamiento a ensayar ($5^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ y $0.6^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ correspondiente al calentamiento en horno de inducción y horno clásico

respectivamente) y se han determinado los tiempos óptimos de austenización (en este caso, para una probeta dilatométrica de 2 mm de diámetro, 120 s de permanencia a temperatura) que supongan una transformación total en austenita homogénea y se obtenga un tamaño de grano austenítico estable en cada aleación.

En los ensayos se han calentado las probetas a una velocidad determinada, mantener la misma a la temperatura de austenización ensayada y realizar un enfriamiento muy rápido, con velocidades superiores a los $200^{\circ}\text{Cs}^{-1}$, para obtener una estructura totalmente martensítica y así, con un ataque adecuado, poder determinar el tamaño de grano austenítico "congelado" correspondiente a esa temperatura de austenización. Este proceso se repite para las distintas temperaturas de austenización, obteniéndose la curva tamaño de grano-temperatura de austenización para las dos velocidades de calentamiento.

El proceso utilizado para la obtención de las transformaciones de in equilibrio por ciclos anisotérmicos (diagramas de enfriamiento continuo-CCT), ha sido el mismo en las tres aleaciones.

Una vez definidas las temperaturas de austenización que den el tamaño de grano austenítico inicial deseado (correspondiente al tamaño de grano obtenido al final de la forja), se ejecutan en el dilatómetro los distintos ciclos térmicos, en los que el parámetro variable ha sido la velocidad de enfriamiento, que permiten a la determinación del diagrama CCT para cada aleación.

En estos ensayos se ha realizado un calentamiento a la velocidad previamente fijada, seguido de un mantenimiento a la temperatura de austenización determinada previamente, y un enfriamiento a una velocidad distinta en cada ciclo térmico. Así se ha obtenido la evolución de las distintas transformaciones en estado sólido sufridas por la austenita, en función de la velocidad de enfriamiento.

Para obtener estos diagramas CCT, primero se han realizado los ensayos dilatométricos con las velocidades mayores que dieron lugar a una transformación totalmente martensítica para determinar Ms y las más lentas para conseguir una transformación totalmente ferrítico-perlítica. De esta forma se determinan las temperaturas a las que se producen estas transformaciones para, posteriormente, ver como van evolucionando las temperaturas a las que dichas transformaciones se producen, con las diferentes velocidades de enfriamiento, intermedias entre las dos velocidades extremas. Al variar las velocidades de enfriamiento variarán las estructuras finales transformadas de la austenita, es decir, los porcentajes de cada fase presente. Así, se obtendrá desde una estructura totalmente martensítica a estructuras con bainitas e incluso ciertas cantidades de ferrita y perlita, hasta llegar a una estructura total ferrítico-perlítica.

Las curvas dilatométricas obtenidas en el dilatómetro permiten determinar las coordenadas de los puntos de transformación, es decir, la temperatura y el tiempo de principio y final de cada una de las transformaciones microestructurales, de acuerdo a las "anomalías" detectadas en dichas curvas para cada velocidad de enfriamiento. De esas "anomalías" se deduce la naturaleza de las transformaciones

y las microestructuras a que dan origen. Estas estructuras son comprobadas, posteriormente, mediante análisis metalográfico sobre cada probeta ensayada.

Además, sobre cada probetas se determina su dureza (en este caso ensayo Vickers ⁽⁷²⁾ con carga de 10 kg-HV10).

Con todo este conjunto de datos experimentales, se han trazado los diagramas de enfriamiento continuo de cada aleación, determinando las diferentes velocidades críticas, las transformaciones y las temperaturas a las que éstas se producen para cada velocidad de enfriamiento, además se han determinado las estructuras y durezas finales para cada velocidad ensayada.

2.4 SIMULACION POR TECNICAS DE TORSION.

Esta técnica de simulación de las deformaciones en el dominio γ ("caliente") o $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") se ha venido utilizando desde los años setenta. Varios trabajos ⁽⁷³⁻⁸²⁾ han descrito con precisión los principios de esta teoría de simulación.

Para la aplicación de esta técnica se ha utilizado a una máquina de torsión desarrollada por SETARAM con licencia IRSID (ver anexo 7.1), que permite simular el proceso de conformación por deformación sobre una probeta de laboratorio a la que se le impone un programa de temperatura, deformación y velocidad de deformación y se miden las tensiones resultantes de acuerdo con el principio de equivalencia, que puede enunciarse así ^(73x74x75): "Dos deformaciones efectuadas sobre el mismo material mediante dos modos de deformación diferente, pero siguiendo las mismas leyes de deformación generalizada-tiempo y temperatura-tiempo, conducen, en cada instante, a un estado equivalente desde el punto de vista estructural y mecánico". Es decir las mismas estructuras metalúrgicas y las mismas tensiones generalizadas.

Las tensiones σ y deformaciones generalizadas ϵ (también llamadas "eficaces") son las definidas por el criterio de plasticidad de Von Mises ⁽⁸³⁾.

En el punto 2.2.1 se han indicado los parámetros de deformación y velocidad de deformación generalizada obtenidos en nuestro proceso de deformación, que junto con las medidas de temperaturas y tiempos de proceso y las velocidades de enfriamiento, permiten cumplir los requisitos del principio de equivalencia.

La simulación se realiza sobre una probeta cilíndrica, calentada a temperatura controlada, mediante torsión alrededor de su eje: un extremo permanece fijo mientras que el otro se somete a rotación. La deformación es pues un cizallamiento simple del que se mide el par aplicado para realizar la deformación programada. Sus principales características se pueden resumir en:

- a) La cinemática del ensayo es muy simple y de magnitud ilimitada.
- b) No hay cambio de forma en la probeta ya que la longitud permanece constante, no hay estricción.
- c) La deformación es unidimensional. Varía según el radio pero es uniforme a lo largo de la probeta.

El paso de los parámetros de deformación a torsión se realiza mediante las expresiones ⁽⁷³⁾

$$\epsilon = \frac{2 \pi N R}{\sqrt{3} L}$$

ϵ = deformación generalizada
 N = N° de revoluciones
 R = Radio de la probeta (mm)
 L = Longitud de la probeta (mm)

y la velocidad de deformación por:

$$\dot{\epsilon} = \frac{2 \pi \dot{N} R}{\sqrt{3} L}$$

$\dot{\epsilon}$ = velocidad de deformación generalizada
 \dot{N} = N° de revoluciones por segundo
 R = Radio de la probeta (mm)
 L = Longitud de la probeta (mm)

Si se necesita (como en este caso) aumentar la velocidad de deformación de la probeta, las opciones posibles son ⁽⁷³⁾:

- a) Aumentar la velocidad de rotación de la máquina.
- b) Aumentar el radio de la probeta, o
- c) Disminuir la longitud de su zona calibrada.

La capacidad de la máquina limita la velocidad de rotación (2.400 r.p.m.) y el aumento del radio de la probeta haría necesario aumentar la potencia del motor de la máquina y del generador de inducción que calienta la probeta ($R_{\text{max}} = 5$ mm). La opción más aconsejable ha sido reducir la longitud de la zona calibrada de la probeta de ensayo inicial, ⁽⁷³⁾ tipo A ($L_1 = 50$ mm y $R_1 = 3$ mm) que da una $\dot{\epsilon}_{1 \text{ max}} = 8,7 \text{ s}^{-1}$, a la tipo B ($L_2 = 25$ mm) y tipo C ($L_3 = 17$ mm) (figura 16) que permiten conseguir velocidades generalizadas máximas de $\dot{\epsilon}_{2 \text{ max}} = 17,4 \text{ s}^{-1}$ y $\dot{\epsilon}_{3 \text{ max}} = 25,6 \text{ s}^{-1}$ suficientes para las velocidades de deformación aquí estudiadas.

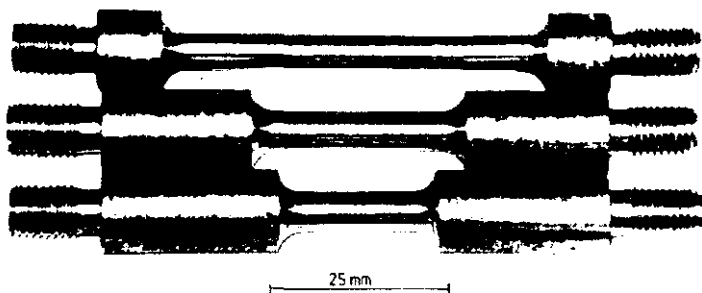


Figura 16: Probetas empleadas en el ensayo de torsión en caliente.

Sin embargo, la modificación de la longitud de la zona calibrada de la probeta ha traído consigo la modificación de la bobina de inducción calefactora. Por lo que tuvieron que diseñarse nuevas bobinas inductoras para conseguir intensidades adecuadas a la capacidad del generador de inducción aperiódico que suministra la energía de calentamiento de la probeta.

El registro de temperaturas se ha realizado con un pirómetro de infrarrojos con precisión de $\pm 5^{\circ}\text{C}$, que ha sido calibrado previamente (fijando la emisividad).

Se ha verificado el mantenimiento de la uniformidad de la temperatura a lo largo de la probeta comprobándose que a temperaturas menores de 750°C existe alguna variación entre el centro y los extremos de la zona calibrada de la probeta. No obstante, todas las muestras para observación y estudio se obtuvieron de la zona central de las probetas.

También se hicieron comprobaciones para ver la correspondencia entre los resultados obtenidos con los tres diferentes tipos de probetas.

Igualmente, se efectuaron pruebas para determinar la profundidad a la que debiera hacerse las observaciones metalográficas y realizar las microdurezas. Esta fue definida a 0,3 mm de profundidad, en donde no existe ninguna variación de composición química debida a la descarburación que se produce en la superficie de la probeta durante el calentamiento (a pesar de la atmósfera de gas argón), profundidad también utilizada por otros autores ⁽⁷¹⁾⁽⁷⁵⁾⁽⁷⁶⁾⁽⁷⁷⁾.

El ensayo nos permite pues establecer unas condiciones de velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$, deformación generalizada ϵ y temperatura que darán lugar a unas estructuras finales cuya dureza y características metalúrgicas se deberán determinar.

Para estudiar la evolución de las estructuras austeníticas y austeno-ferríticas en el curso de la deformación, la influencia que dicha deformación ejerce en las transformaciones, las microdurezas resultantes (resistencia) y las ductilidades de las tres aleaciones, se han ensayado probetas de torsión de acuerdo al esquema que se detalla a continuación:

2.4.1 Ductilidad en la región austenítica (γ) y en el dominio bifásico austeno-ferrítico ($\gamma+\alpha$)

La ductilidad permite conocer el rango de temperaturas en el que la conformación de las aleaciones se realiza de forma más eficaz y con menor deterioro para la instalación.

En el dominio austenítico γ ("caliente"), entre 950°C y 1250°C, con intervalos de temperatura de 50°C, se han realizado ensayos de torsión hasta la rotura (def. máxima) a velocidades de deformación de $\dot{\epsilon}=14s^{-1}$, con objeto de determinar las curvas de ductilidad de las tres aleaciones. Además, en la aleación 1 se han obtenido las curvas de ductilidad, en el mismo intervalo de temperaturas, para otras dos velocidades de deformación diferentes $\dot{\epsilon} = 7s^{-1}$ y $\dot{\epsilon}=22s^{-1}$.

En el dominio $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") se han efectuado los mismos ensayos para las tres aleaciones que en el γ ($\dot{\epsilon} = 14 s^{-1}$) pero en el intervalo de temperaturas de 650°C a 950°C. En la aleación 1 se han ensayado, en este rango de temperaturas, probetas de torsión para cuatro velocidades de deformación diferentes $\dot{\epsilon}=1s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=7s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=14 s^{-1}$ y $\dot{\epsilon}= 21s^{-1}$

2.4.2 Recristalización dinámica.

Partiendo de una austenización a 1250°C, que da lugar a un tamaño de grano determinado mediante dilatometría y comprobado por torsión, se han realizado deformaciones en las tres aleaciones a temperaturas de 1125°C con velocidad de deformación $\dot{\epsilon}=7s^{-1}$ congelando las estructuras después de diferentes deformaciones progresivas entre $\epsilon=0.19$ y 4,32. Además, sobre la aleación 1 se han efectuado lo mismos ensayos a 1150°C y 1050°C.

Se ha completado este punto con ensayos en la aleación 1 a 1125°C con velocidades de deformación $\dot{\epsilon}=2s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=7s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=14 s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=20s^{-1}$ y deformaciones entre $\epsilon = 0.19$ y 2.0.

2.4.3 Recristalización estática.

Las evoluciones del tamaño de grano austenítico en función del tiempo, una vez realizadas las deformaciones, se han estudiado en las tres aleaciones, de acuerdo a las condiciones siguientes:

Temperaturas de austenización 1250°C y 900°C, temperaturas de deformación de 1250°C, 1125°C y 900°C, deformación de $\epsilon=0,779$, velocidades de deformación de $\dot{\epsilon}=7s^{-1}$ y $\dot{\epsilon}=18,9s^{-1}$. Después de cada deformación se ha mantenido la temperatura de la muestra durante tiempos crecientes entre $t=0,1s$ y 100s congelando después la estructura mediante un enfriamiento en agua (temple). Se han efectuado mantenimientos isotérmicos antes del temple.

Se han determinado las cinéticas de la recrystalización de las tres aleaciones a las temperaturas de deformación de 1150°C y 900°C (con austenización inicial a 1250°C).

2.4.4 Simulación por torsión de la deformación en fase γ ("caliente")

A partir de los resultados experimentales indicados en el punto 2.2 se han realizado siete secuencias de deformación por torsión a temperaturas decrecientes y con los valores de las deformaciones y de las velocidades de deformación indicadas en la tabla 4. Las tres últimas corresponden a las secuencias retrasadas experimentales. De esta forma, estudiando las características finales de cada probeta podremos seleccionar las secuencias óptimas.

Además de las probetas obtenidas con enfriamientos cercanos al aire ($v_c = 2,10-2,25^\circ Cs^{-1}$) entre 800°C y 600°C, se han congelado (temple) otras probetas después de la deformación final, en todas las secuencias. También se han templado en agua después de la primera operación, las probetas correspondientes a las secuencias: 1250-1125°C y 1100-1050°C para estudiar la evolución del tamaño de grano austenítico con la deformación.

Secuen- cias	Tª Horno Austeni- zado °C	Tiempo en tre pasos (s)	DEFORMACION EN γ (CALIENTE)		Velocidad de enfriamiento °C/s (*) Vel:600-600°C/s	
			1ª Operación $\epsilon = 13,7$ a-1 $\dot{\epsilon} = 1,44s^{-1}$ Tª (°C)	Tiempo en tre pasos (s)		2ª Operación $\epsilon = 18,9$ a-1 $\dot{\epsilon} = 0,779$ Tª (°C)
1	1250	7-8	1160	7-4	1125	2,10
2	1200	7-8	1150	7-4	1110	2,15
3	1150	7-8	1120	7-4	1085	2,20
4	1100	7-8	1080	7-4	1050	2,25
5	1250 Retrasad.	7-8	1120	7-4	1075	2,20
6	1250 Retrasad.	7-8	1080	7-4	1025	2,30
7	1150 Retrasad.	7-8	1080	7-4	1025	2,30

(*) Corresponde a la velocidad de enfriamiento en aire (con tubo) entre 800°C y 600°C.

TABLA 4: Parámetros de la simulación por torsión de deformación en fase γ ("caliente")

2.4.5 Simulación de la deformación en el dominio $\gamma+\alpha$ ("semicaliente")

Debido a la importancia cada vez mayor de los procesos en el dominio ($\gamma+\alpha$) ("semicaliente") se han realizado simulaciones del proceso de conformación en tres pasos según las deformaciones y velocidades de deformación indicadas en el punto 2.2.

Si bien, las temperaturas se han variado a lo largo de todo el campo austenítico-ferrítico (650-825°C) con objeto de verificar si las temperaturas elegidas son las más adecuadas.

Sobre las tres aleaciones se realizaron las secuencias de la tabla 5

SECUENCIA	DEFORMACION EN $\gamma+\alpha$ ("SEMICALIENTE")										VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO $V_e(700-600^\circ\text{C})$ $^\circ\text{C s}^{-1}$
	CALENTAMIENTO EN HORNO	1ª OPERACION		2ª OPERACION		3ª OPERACION		4ª OPERACION			
		$T^\circ\text{C}$	ϵ	$\dot{\epsilon}$ s^{-1}	$T^\circ\text{C}$	ϵ	$\dot{\epsilon}$ s^{-1}	$T^\circ\text{C}$	ϵ	$\dot{\epsilon}$ s^{-1}	
1	800	700	0,69	7,3	700	0,69	13,4	700	0,59	9,9	4,2
11	800	725	0,69	7,3	725	0,69	13,4	725	0,59	9,9	3,90
111	800	750	0,69	7,3	750	0,69	13,4	750	0,59	9,9	3,15
21	875	775	0,69	7,3	775	0,69	13,4	775	0,59	9,9	2,40
2	825	782	0,69	7,3	825	0,69	13,4	825	0,59	9,9	3,10

(*) A 650°C se produjeron roturas durante la deformación.

TABLA 5: *Parámetros de la simulación por torsión de la deformación en zona bifásica ($\gamma+\alpha$) (semicaliente)*

Además, se realizaron ensayos de deformación en ($\gamma+\alpha$) con temperaturas de calentamiento en horno de 1050°C y 950°C y secuencias de deformaciones de temperaturas 825°C, 775°C y 750°C (como esquemáticamente se indicó en la introducción, figura 3).

También, como en el apartado anterior, se efectuaron algunas congelaciones en los pasos intermedios para estudiar la importancia relativa de las sucesivas deformaciones.

Se enfriaron posteriormente al aire en calma con velocidades variables entre $3,10^\circ\text{C s}^{-1}$ (en la última secuencia a 825°C) y $4,20^\circ\text{C s}^{-1}$ (en la primera secuencia 700°C) tomadas en el intervalo de 700°C a 600°C.

2.5 EXÁMENES METALGRÁFICOS Y MICRODUREZAS; METALGRAFÍA CUANTITATIVA

2.5.1 Exámen metalográfico v microdurezas

Para los exámenes metalográficos se han utilizado los reactivos tradicionales: nital y ácido pícrico modificado ⁽⁸⁴⁾ para la obtención, respectivamente, de las microestructuras ferrítico-perlíticas finales y de los tamaños de grano austeníticos para las diferentes condiciones de deformación tanto en torsión como en los conformados reales. De modo análogo, se han obtenido las microestructuras sobre las miniprobetas de dilatometría para las distintas temperaturas y velocidades de enfriamiento.

En las probetas de torsión se han realizado las observaciones metalográficas en la zona central de la probeta de torsión sobre una sección paralela al eje longitudinal y a 0,3mm de profundidad, que corresponde a la zona deformada, de acuerdo a las condiciones de la simulación en torsión.

Se ha examinado sistemáticamente la evolución de las microestructuras austeníticas y ferrítico-perlíticas, (y eventualmente bainítica y ferrítico-perlítica) en el curso del calentamiento y de la deformación en el dominio γ ("caliente") y en el dominio bifásico $\gamma+\alpha$ ("semicaliente"). También se ha estudiado la influencia del estado de la austenita sobre la transformación, así como los mecanismos de recristalización de ésta y los parámetros de la estructura final transformada. Finalmente se ha efectuado un estudio microscópico de las estructuras obtenidas en las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos.

La determinación de las características mecánicas (fundamentalmente resistencia y límite elástico) se han realizado mediante la medida de microdurezas sobre cada estructura obtenida en el enfriamiento posterior a la deformación, tanto en dominio γ como en el bifásico $\gamma+\alpha$. El tipo de medida de microdureza utilizado ha sido el proporcionado por el ensayo Vickers ⁽⁷²⁾, utilizando una carga de 1000 gramos.

2.5.2 Metalografía cuantitativa:

Esta técnica ha sido aplicada en este trabajo mediante la ayuda de un equipo de análisis de imagen y cuya descripción se encuentra en el anexo 7.3. La metalografía cuantitativa ^{(85), (86)} permite la reconstrucción de la morfología real de los materiales (fases, partículas, etc.), a partir de observaciones bidimensionales en los planos de corte de que se sirve la metalografía clásica.

Los parámetros que han sido necesarios cuantificar han sido múltiples y, algunos de ellos, de gran dificultad de estimación mediante las técnicas tradicionales, por ello, la ayuda de este tipo de sistema de análisis ha facilitado su determinación. Además, el error estadístico asociado a los resultados se ha minimizado gracias al mayor número de medidas que ha sido

posible obtener sobre las muestras, de forma automática. El procesador de imagen permite, una vez segmentada la imagen, realizar las medidas siguientes: áreas, perímetros, longitudes, formas, intersecciones lineales medias, etc.

Los parámetros medidos en este trabajo mediante esta técnica, han sido:

a) *Porcentajes de área y de volumen de fases.*

Una vez atacadas las probetas con el reactivo químico adecuado, y situadas en el microscopio, se calibra el sistema de acuerdo a los aumentos utilizados y se enfoca. Seguidamente se procede a la detección de la fase y a su medida.

b) *Distribución por tamaños, distribución espacial y obtención del diámetro medio de las partículas.*

Después de calibrado el sistema y definidas las partículas que se desean medir, se procede de forma análoga a la utilizada en la determinación de los porcentajes de fase en el apartado anterior. Se han determinado los siguientes parámetros sobre cada una de las partículas: área, diámetros máximo y mínimo, distancias entre partículas (distribución espacial) y parámetro de forma.

La fracción en área equivalente a la fracción en volumen de las partículas se ha calculado a partir de la relación ⁽⁸⁶⁾.

$$A_p = A/l^2 \quad (26)$$

Siendo A_p el área equivalente. A el área de las partículas y l^2 el área del campo donde se observan dichas partículas.

Para la medida de partículas, las observaciones se han efectuado sobre las placas fotográficas obtenidas en el microscopio de transmisión-barrido (STEM), de las réplicas preparadas en cada aleación con diferentes valores de la amplificación. Esta se ha tenido en cuenta en el cálculo de los parámetros medidos sobre las partículas.

c) *Intersecciones lineales medias: obtención de los tamaños de grano en la fase γ (austenita), en la fase α (ferrita) y en la fase laminar (perlítica), distancia interlaminares de la perlita y del espesor de las láminas de cementita de la perlita.*

Una vez calibrado el equipo y enfocado el sistema, se detectaron y almacenaron en un plano de memoria las juntas de grano o las láminas a medir. Se intersecciona este plano de memoria con otro plano en el que se ha registrado una línea y se obtienen los segmentos de línea que nos dan la longitud que determina la medida de los parámetros indicados.

Las medidas de los dos últimos parámetros se han efectuado también sobre las placas fotográficas obtenidas en el STEM, de las láminas delgadas ("thin foils") preparadas de cada aleación.

2.6 EXAMENES CON MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION (TEM)

El estudio de los precipitados y de las características del componente bifásico laminar perlítico se ha realizado con ayuda de un microscopio de transmisión-barrido (STEM) (ver Anexo 7.4)

La técnica de transmisión requiere un considerable trabajo debido a que el pequeño espesor de la transmisión hace necesaria una preparación de las muestras: láminas delgadas ("thin foils") y réplicas muy laboriosa (Anexo 7.4.2).

1) Detección de los precipitados

El microscopio electrónico de transmisión barrido (STEM) se ha utilizado en modo transmisión (TEM) sobre réplicas de cada aleación para las secuencias de deformación con temperatura más alta y más baja, para el estudio de los parámetros físicos (tamaño, distribución, etc.) de los precipitados (carburos, nitruros o carbonitruros) y para la determinación de su naturaleza (e indirectamente su composición química). Esta última se ha realizado mediante la interpretación de las figuras de difracción y el análisis de los espectros de energía dispersiva de rayos X (EDX) obtenidos (Anexo 7). También se han estudiado los precipitados en campo claro y en oscuro sobre láminas delgadas extraídas de las mismas muestras.

2) Exámen del componente bifásico laminar perlítico

Para conocer los parámetros que definen este componente se ha utilizado el microscopio STEM también en modo transmisión sobre las láminas delgadas anteriores. Las medidas de dichos parámetros se realizaron mediante metalografía cuantitativa (punto 2.5), sobre las placas fotografías obtenidas en transmisión de cada una de las aleaciones también para las mismas secuencias de deformación indicadas anteriormente.

3.- RESULTADOS

3.1 TRANSFORMACIONES DE INEQUILIBRIO POR CICLOS ANISOTERMICOS (DIAGRAMAS) DE ENFRIAMIENTO CONTINUO-CCT

Para el estudio de las transformaciones de inequilibrio y el trazado de las curvas CCT, de acuerdo a lo señalado en el punto 2.3, se ha fijado una temperatura de austenización para que dé el tamaño de grano austenítico inicial deseado y la velocidad de calentamiento, (5°Cs^{-1}). Los enfriamientos se han realizado desde esa temperatura a distintas velocidades. Estos ciclos térmicos permiten seguir la evolución de las distintas transformaciones en estado sólido sufridas por la austenita. Esta evolución viene dada por las variaciones estructurales, por los porcentajes de cada fase presente en cada transformación y por la variación de la temperatura a la que estas transformaciones se inician y finalizan. Las microestructuras obtenidas han sido comprobadas y cuantificadas posteriormente mediante análisis metalográfico cuantitativo y con ayuda de ensayos de dureza Vickers.

Los diagramas de enfriamiento continuo (CCT) de las aleaciones estudiadas se representan en las figuras 17a, 18a y 19a.

En cada uno de ellos se han indicado las temperaturas de los puntos críticos en el calentamiento A_{c1} y A_{c2} (mediante dos líneas paralelas) y el punto crítico en el enfriamiento (cuyo conocimiento es esencial en los tratamientos termomecánicos) A_{r3} para una $v_c = 2,1^{\circ}\text{Cs}^{-1}$. En las curvas se puede ver la evolución de los frentes de transformación de la austenita, para las distintas velocidades de enfriamiento.

También, se ha indicado sobre los diagramas la curva del enfriamiento al aire ($v_c = 2,10^{\circ}\text{Cs}^{-1}$) sufrido por los componentes de automoción (bielas) estudiados, que corresponde a la simulada en las probetas de torsión.

En las figuras 17b, 18b y 19b se han definido las curvas que recogen la variación del porcentaje de las fases presentes y de las microdurezas (Vickers 10) con la velocidad de enfriamiento.

También, se han ilustrado los diagramas con unas micrografías de las estructuras obtenidas a diferentes velocidades de enfriamiento, señalando el porcentaje de cada fase encontrado.

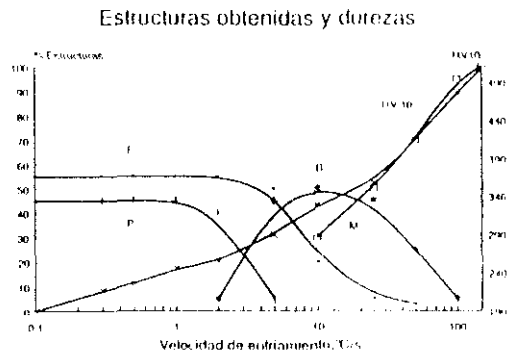
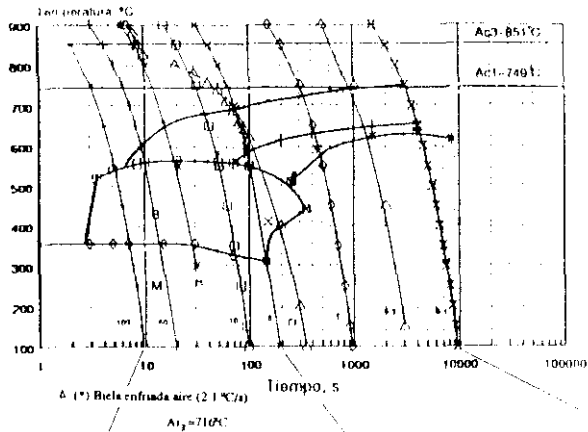


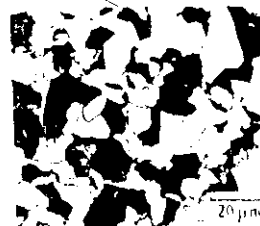
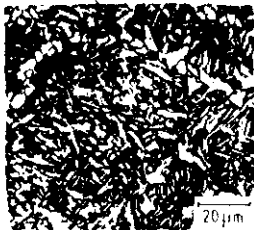
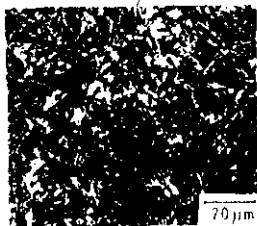
Fig. 17

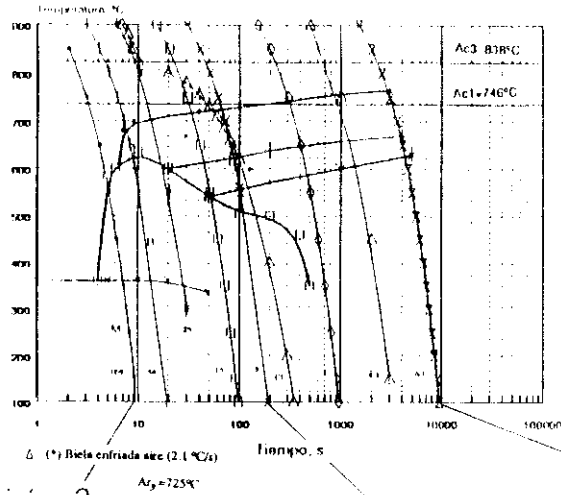
Aleación 1

C = 0.50 (0.0001)
 Mn = 0.58 (0.0015) (ASTM) (0.0001)

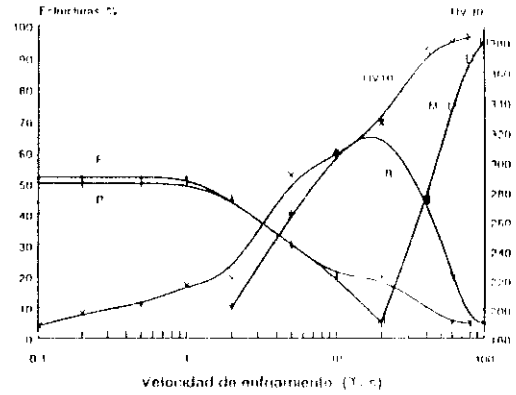
(a)

(b)





Estructuras obtenidas y durezas



Aleación 2

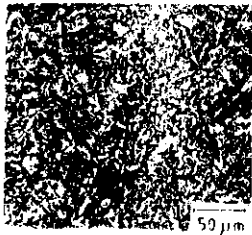
1% - 1050 V (1.00000)

11x = 1.3 μm (9.10 A 5180) (100000)

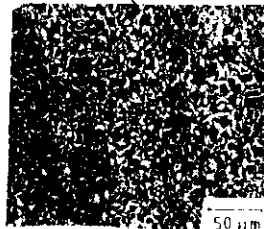
(a)

Fig. 18

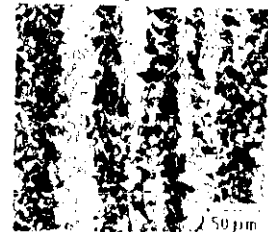
(b)



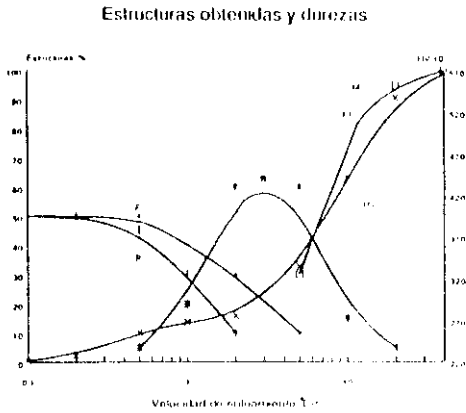
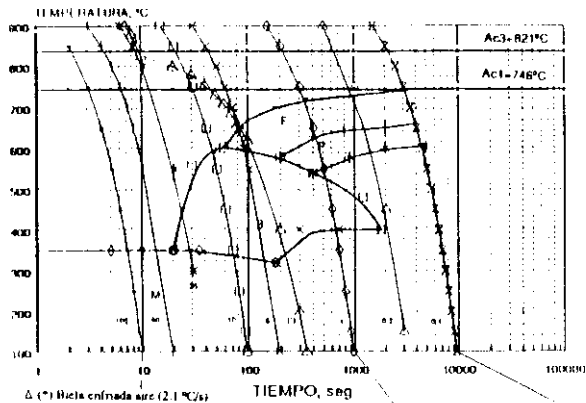
95% M
5% B



40% B
30% F
30% P



49% F
51% P



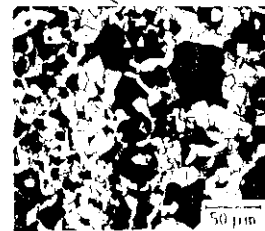
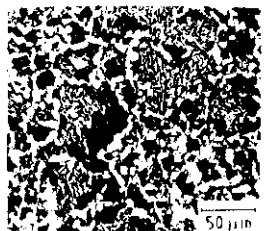
Aleación 3

- I = 85% V (tem cat)
- II = 28 μm (7.5 ASTM) (tem cat)

(a)

Fig. 19

(b)



Se evidencia en los mismos, que existe, respecto a la aleación 1, un desplazamiento a la derecha (tiempos mayores) para la aleación 3, siendo éste casi nulo para la aleación 2.

La velocidad crítica de temple es menor (mayor templabilidad) para la aleación 3, siendo éstas superiores a los $100^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ para la aleación 1, $100^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ para la 2 y 40°Cs^{-1} para la 3.

Las velocidades críticas de aparición de ferrita (velocidad mínima para obtener una estructura libre de ferrita proeutectoide) son prácticamente iguales para las aleaciones 1 y 2 (superior a los 50°Cs^{-1}) y significativamente menor en la aleación 3 (10°Cs^{-1}).

Se observa en las curvas estructura-velocidad de enfriamiento, la existencia de una cierta fracción de volumen de bainitas en la aleación 3 para velocidades en el entorno de 1°Cs^{-1} (constante desde la de austenización). Mientras que en las aleaciones 1 y 2 es necesario velocidades de 5°Cs^{-1} para conseguir una fracción de volumen de bainitas similar. En cuanto a las curvas dureza-velocidad de enfriamiento, es notoria la disminución de la misma en la aleación 2 con relación a la 1 y 3.

La justificación de las observaciones encontradas y su relación con el contenido de titanio presente serán discutidas en el punto 4.1.1.

3.2 *EVOLUCION DE LAS ESTRUCTURAS DE LAS ALEACIONES EN FUNCION DE LOS PARAMETROS DE DEFORMACION*

3.2.1 *Crecimiento de grano de la fase austenítica (γ) durante el calentamiento.*

La figura 20, muestra las curvas de crecimiento de grano austenítico de las tres aleaciones en función de la temperatura de austenización. Dichas curvas han sido ilustradas con algunas micrografías de los tamaños de grano obtenidos a diferentes velocidades de enfriamiento. La velocidad de calentamiento elegida fué de 5°Cs^{-1} correspondiente a la de un calentamiento en horno de inducción como el utilizado en el calentamiento de torsión y en la conformación del componente estudiado. El mantenimiento a cada temperatura ensayada fué de 120 s, y el estudio se realizó sobre probetas dilatométricas de dos milímetros de diámetro.

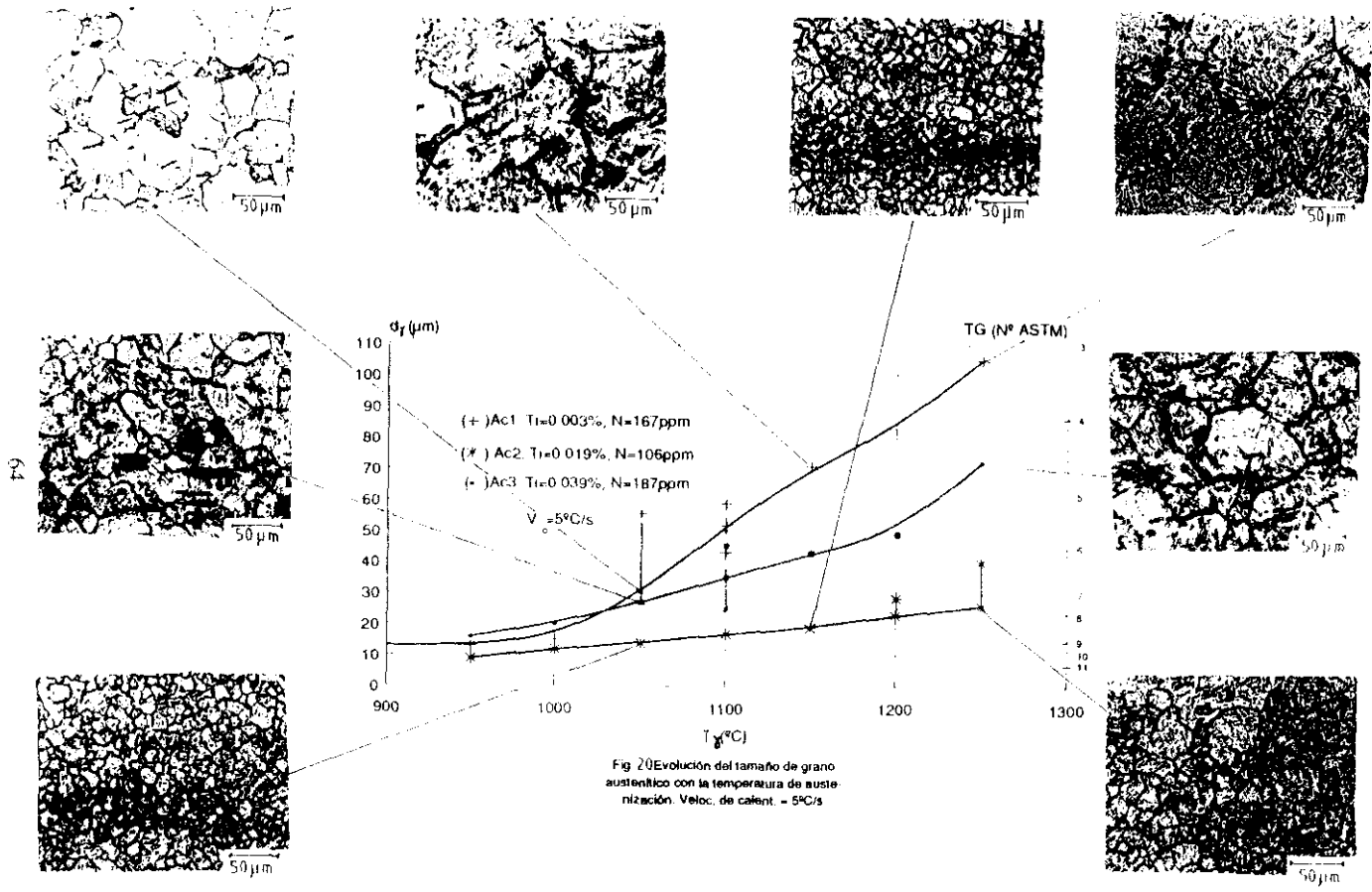


Fig 20 Evolución del tamaño de grano austenítico con la temperatura de austenización. Veloc. de calent. = 5°C/s

Posteriormente se efectuó un enfriamiento muy rápido, a 200°C^{-1} , con vistas a obtener una estructura totalmente martensítica. Las temperaturas estudiadas variaron de 900°C a 1250°C . Los resultados obtenidos ponen de manifiesto que la aleación 2 es la que tiene un tamaño de grano menor a cualquiera de las temperaturas estudiadas. La temperatura de engrosamiento de grano T.G.C.⁽⁸⁷⁾ (temperatura a la cual se inicia un incremento anormal de grano y aparecen granos de tamaño muy diferente) para esta aleación 2 se encuentra sobre 1200°C . En cambio, esta temperatura se sitúa entre 1000°C y 1050°C para la aleación 1 y entre 1050°C y 1100°C para la aleación 3. Para la aleación 2 se obtienen valores de tamaño de grano menores de $40\ \mu\text{m}$ a las altas temperaturas de calentamiento previo a la conformación.

La influencia que la velocidad de calentamiento ejerce sobre el tamaño de grano austenítico se describe en la figura 21. La segunda velocidad de calentamiento elegida aquí fué de $0,6^{\circ}\text{C}^{-1}$ correspondiente a un calentamiento de horno clásico. En ella se observa que el tamaño de grano disminuye a medida que lo hace la velocidad de calentamiento. Igualmente muestra, de acuerdo con la bibliografía⁽⁸⁷⁾, que una mayor velocidad de calentamiento produce una menor temperatura de inicio de crecimiento anormal de grano. Los valores de los tamaños de grano para las dos velocidades y las tres aleaciones se resumen en la tabla 6.

A velocidades altas (5°C^{-1}), en la primera parte de la curva (hasta 1050°C - 1100°C), aparece un crecimiento anormal de grano (dos tamaños de grano medios muy diferentes) y en la segunda, se produce un crecimiento de grano normal. A bajas velocidades ($0,6^{\circ}\text{C}^{-1}$), la distribución del grano resulta anormal a lo largo de todas las temperaturas en concordancia con lo señalado por Rossi y col.⁽⁸⁷⁾.

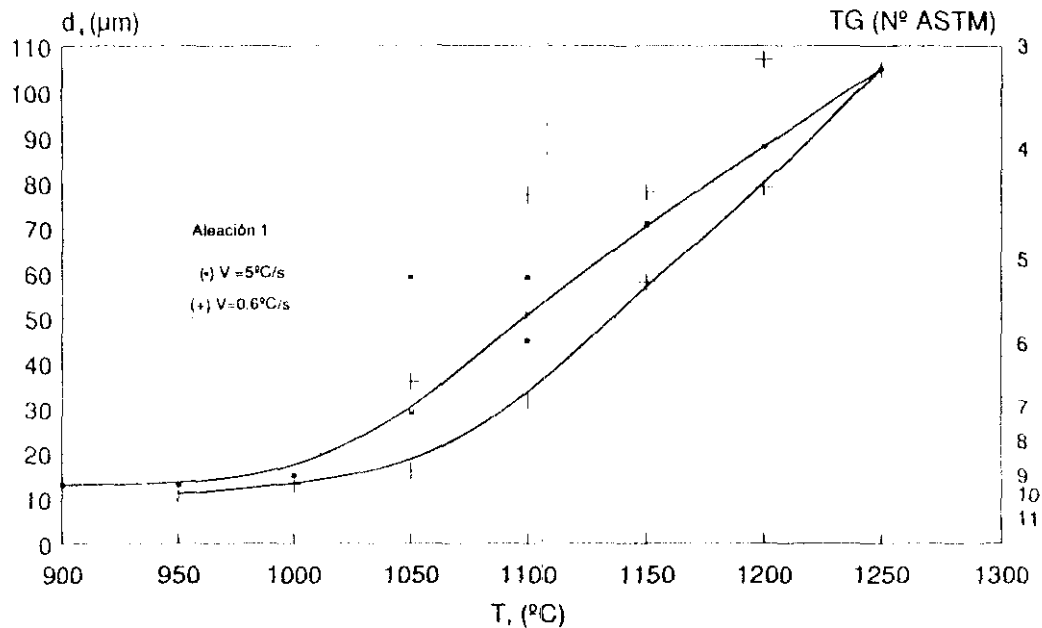


Fig. 21 Variación del tamaño de grano con la temperatura de austenización para dos velocidades de calentamiento (aleac. 1)

TEMPERATURA T (°C)	TAMANO DE GRANO MEDIO AUSTENITICO (µm)			
	ALEACION 1 V = 0.6°C s ⁻¹ V = 5°C s ⁻¹		ALEACION 2 V = 5°C s ⁻¹	ALEACION 3 V = 5°C s ⁻¹
	900	-	13	-
950	11	13	9	16
1000	13	15	12	20
1050	16 (*) 36	29 (*) 59	14	28
1100	32 (1)	51 (3)	17	35 (5)
1150	58 (1)	71	19	43
1200	79 (2)	83	22	49
1250	105	105	26 (4)	72

V Velocidad de calentamiento hasta la T_a de austenización en "C.s". (*) Granos de diferentes tamaños

(1) Algunos granos de 78 µm. (2) Granos de 107 µm. (3) Hay granos de 59 y de 42 µm.

(4) Algunos granos de 32 µm. (5) Hay granos de 26 y de 47 µm

Tabla 6. Valores de los tamaños de grano austeníticos para las tres aleaciones y diferentes temperaturas de austenización y dos velocidades de calentamiento. Aleación (1)

3.2.2 Recristalización y ecuación de Zener-Hollomon

3.2.2.1 Recristalización

Como ya ha sido comentado en la introducción el principal objetivo de la deformación controlada es el afino de la estructura ya que permite mejorar las características mecánicas del material deformado. Dada la relación existente entre el tamaño de grano ferrítico-perlítico y el grano austenítico de partida, el afino del primero se consigue mediante el afino del segundo. Varios investigadores ^{(17,33,44,57) (88-101)} han estudiado, en aleaciones férricas hipoeutectoides, la variación de la microestructura con la deformación. No obstante, la mayoría de estos autores se han centrado en el estudio de la región austenítica de estas aleaciones con contenidos de carbono muy bajos. Muy pocos trabajos se han realizado sobre estas aleaciones en el dominio de la región austeno-ferrítica ^(33,57,89,91,95) y menos aún en estas aleaciones con carbonos medios o altos ^(100, 101).

Cuando se deforma la austenita a alta temperatura, primero la tensión aumenta hasta llegar a un máximo (figura 22) y después cae hasta un estado estacionario (parte de la curva paralela al eje de deformación) donde la tensión permanece constante con la deformación ⁽²⁷⁾. Existe una dualidad perfecta entre la curva tensión-deformación y la evolución metalúrgica de la austenita ^(17,27). En la parte creciente de la curva de la figura anterior los granos inicialmente equiaxiales, son deformados hasta llegar a una zona de consolidación limitada por el par de valores $\sigma_{\max} - \epsilon_{\max}$, que se corresponde con la aparición de la recristalización dinámica. En esta zona de valores $\epsilon < \epsilon_{\max}$ intervienen los fenómenos de restauración estática. En general, después de un tiempo de incubación aparecen los primeros granos con baja densidad de dislocaciones recristalizados estáticamente a lo largo del borde de grano austenítico. Después se extiende a toda la estructura con una cinética del tipo Avrami, tanto más rápidamente, y dando un grano más fino, a medida que aumentan la deformación, la velocidad de deformación y la temperatura sea más baja. Después de una eventual fase de restauración dinámica, se inicia la recristalización dinámica para una ϵ ligeramente mayor que ϵ_m . Esta se desarrolla por nucleación y crecimiento en los bordes de los granos deformados y, eventualmente, en las bandas de deformación. Después cubre toda la matriz al mismo tiempo que la tensión decrece hasta la tensión de saturación (σ_s). En la zona de σ_s constante aparecen nuevos

granos equiaxiales, más pequeños a medida que la temperatura sea más baja y la velocidad de deformación más elevada.

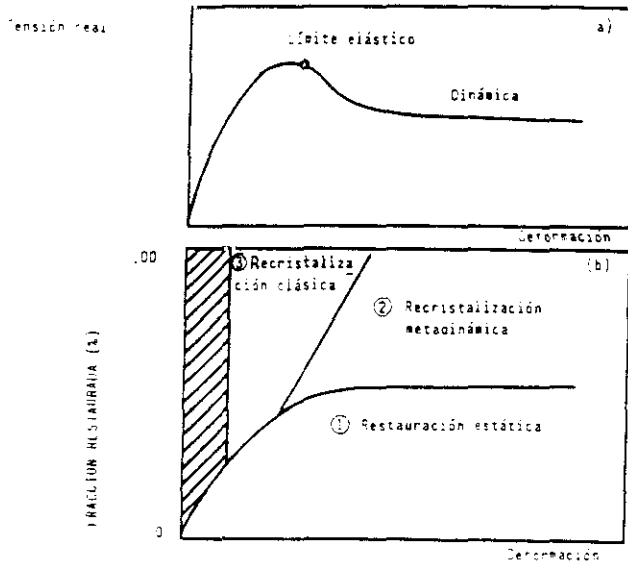


Fig. 22 a) curva tensión-deformación, b) relación entre 3 mecanismos de ablandamiento. (35)

Esta curva σ - ϵ es característica del material y depende de su historia metalúrgica: composición química, tamaño de grano, temperatura y velocidad de deformación. La forma de esta curva es el resultado de dos fuerzas contrapuestas, por un lado la consolidación resultante de una energía plástica producida por la deformación y por otra los mecanismos termodinámicos activos de restauración o recrystalización. La forma de la curva tensión-deformación (par-nº de vueltas) obtenida en el ensayo de torsión puede ser observada en el Anexo 7.1.

A medida que baja la temperatura de deformación, aumenta la tensión máxima y desplaza la curva a valores de la deformación mayores, correspondientes a esa tensión máxima ⁽¹⁷⁾ (figura 23).

Existe una equivalencia entre las velocidades de deformación generalizadas ($\dot{\epsilon}$) y la temperatura (T) dada por la ecuación de Zener Hollomon (2) y que será resuelta y discutida para la aleación 1 en el subapartado siguiente 3.2.2.2. Esta ecuación señala que el aumento de la velocidad de deformación tiene el mismo efecto que la disminución de la temperatura (figura 24 y 25).

Respecto a los tipos y mecanismos de transformación de la austenita a ferrita durante la deformación a alta y media temperatura (región de no recristalización), que fueron establecidos por Fukuda *et al* ⁽³³⁾, fueron ya ampliamente debatidos en el capítulo 1. No obstante, a continuación, se intentan complementar los conceptos ya debatidos en dicho capítulo, ilustrándolos con los datos experimentales obtenidos.

a) Recristalización dinámica ^(17, 27, 28, 103, 104)

Si bien, como ya se ha comentado, en la zona primera de crecimiento de la curva σ - ϵ se desarrolla la restauración estática, en la zona final recta tiene lugar la recristalización dinámica. Las estructuras desarrolladas por restauración dinámica son termodinámicamente inestables y si se mantienen a la temperatura adecuada, se modifican mediante procesos de restauración estática. Se pueden encontrar tres procesos de restauración estática: restauración estática propiamente dicha, recristalización estática y recristalización metadinámica (pos-dinámica).

El tamaño de grano recristalizado dinámicamente d está relacionado con el parámetro Z de Zener-Hollomon, mediante la proporcionalidad, ⁽¹⁰⁵⁾

$$d \propto \sigma_{\text{formación}}^{-1} \propto \log Z \quad (27)$$

donde Z viene definido por la expresión (2).

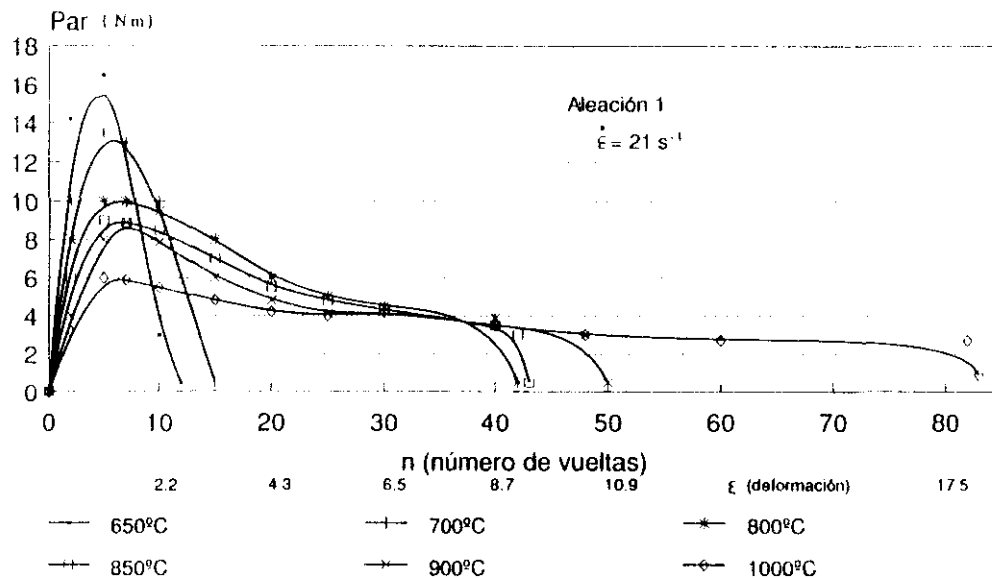


Fig. 23 Curvas experimentales del acero a diferentes $T^{\circ}\text{s}$. en el dominio $\delta + \alpha + \gamma + \delta$ para una velocidad de deformación $\dot{\epsilon} = 21 \text{ s}^{-1}$

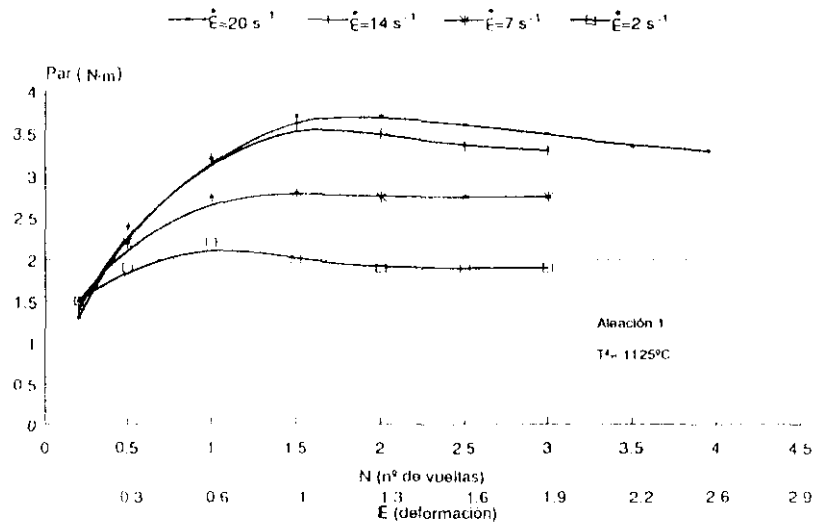


Fig. 24 Evolución de la curva tensión deformación (par-deformación) de la aleación 1 para diferentes velocidades de deformación ($T^{\circ} \text{aust} = 1250^{\circ}\text{C}$, $T^{\circ} \text{del} = 1125^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 2$ en todas excepto la de $\dot{\epsilon} = 20 \text{ s}^{-1}$ con $\dot{\epsilon} = 2.52$. Nº de vueltas referidas a probetas tipo C)

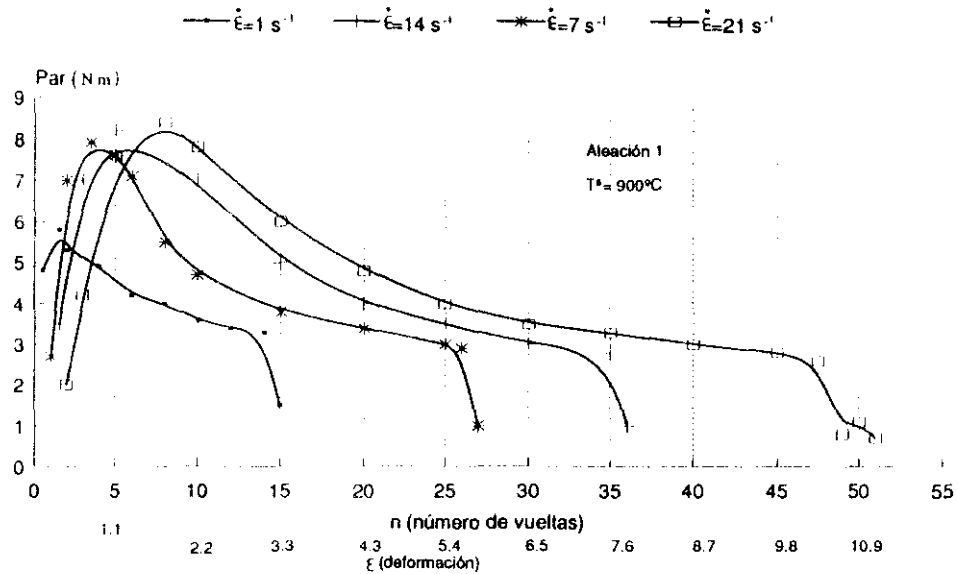


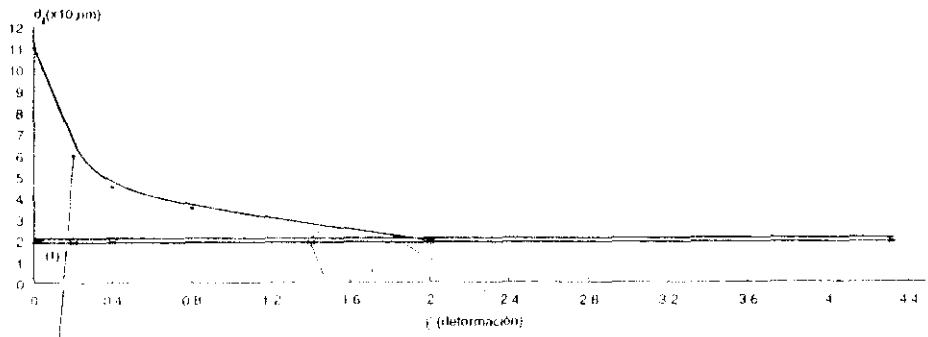
Fig. 25 Curvas de torsión hasta rotura experimentales de la aleación 1 obtenidas para una temperatura de 900°C y distintas velocidades de deformación (n° de vueltas referidas a probetas tipo A)

Esta recrystalización se activa para deformaciones ligeramente superiores a la correspondiente a la tensión máxima. Se desarrolla por nucleación continua y crecimiento restringido en los bordes del grano inicial deformados (eventualmente, en las bandas de deformación), después se extiende a toda la matriz y la tensión decrece hasta la zona recta de la curva $\sigma - \epsilon$. Este tipo de recrystalización da lugar a granos de austenita dentados sobre los bordes de grano primarios. Por tanto, tienen forma irregular y una subestructura con redes aisladas de dislocaciones⁽²⁸⁾. Valores de Z elevados, (deformaciones altas y temperaturas de deformación bajas) favorecen la aparición de nuevos granos equiaxiales (en la zona recta de la curva $\sigma - \epsilon$, donde σ es constante) más pequeños.

En la figura 26 se muestra como disminuye el tamaño de grano austenítico cuando se aumenta la deformación en las tres aleaciones estudiadas. Como ampliación, se han recogido en la figura 27 los efectos tanto del grado de deformación como el de la temperatura de deformación sobre el tamaño de grano recrystalizado en la aleación 1. Este tamaño decrece rápidamente conforme aumenta la reducción alcanzándose un valor límite. También se reduce disminuyendo la temperatura de deformación y disminuyendo el tamaño de grano inicial.

La recrystalización dinámica provocada a una temperatura muy baja y a una gran velocidad de deformación es un medio muy eficaz para obtener un grano fino y deformado^(27, 102). La figura 28 pone de manifiesto, en la aleación 1, la influencia que el aumento en la velocidad de deformación provoca sobre la disminución del tamaño de grano. De todos modos, esta estructura dinámica es fugaz ya que la recrystalización "metadinámica" sucede inmediatamente (sin tiempo de incubación) después que cesa la deformación.

En las tres aleaciones estudiadas, no se ha puesto de manifiesto este tipo de recrystalización o ésta se desarrolla muy rápidamente para las temperaturas de deformación de 1125°C y 1050°C, velocidades de deformación de 7s⁻¹ y para un rango de deformaciones desde $\epsilon=0,19$ a $\epsilon=4,32$.



— Aleación 1 — Aleación 2 — Aleación 3
 (1) d_g en los aleamientos 2 y 3 cuando el tamaño de grano es de $100 \mu m$

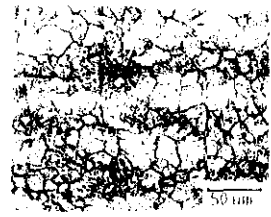
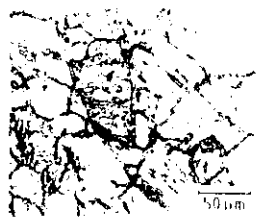


Fig. 26 Evolución del tamaño de grano con la deformación (recristalización dinámica) en las tres aleaciones $\dot{\epsilon} = 1s^{-1}$ ($T^{(def)} = 1125^\circ C$, $T^{(aust)} = 1250^\circ C$)

Aleación 1

$\dot{\epsilon} = 7 \text{ s}^{-1}$

$T_0 = 1250^\circ\text{C}$ $d_0 = 125 \mu\text{m}$ (inicial)

— $T_1 = 1150^\circ\text{C}$ — $T_2 = 1050^\circ\text{C}$

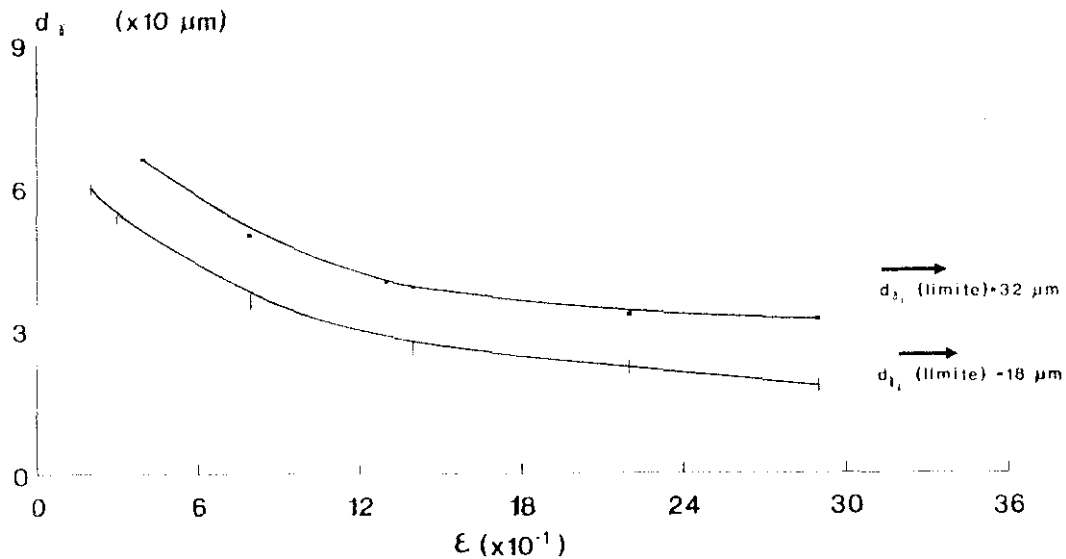


Fig. 27 Evolución del tamaño de grano austenítico en la aleación 1 con el grado de deformación para dos temperaturas de deformación, ($T_1 = 1150^\circ\text{C}$ y $T_2 = 1050^\circ\text{C}$) (T_0 inicial $= 1250^\circ\text{C}$; $\dot{\epsilon} = 7 \text{ s}^{-1}$)

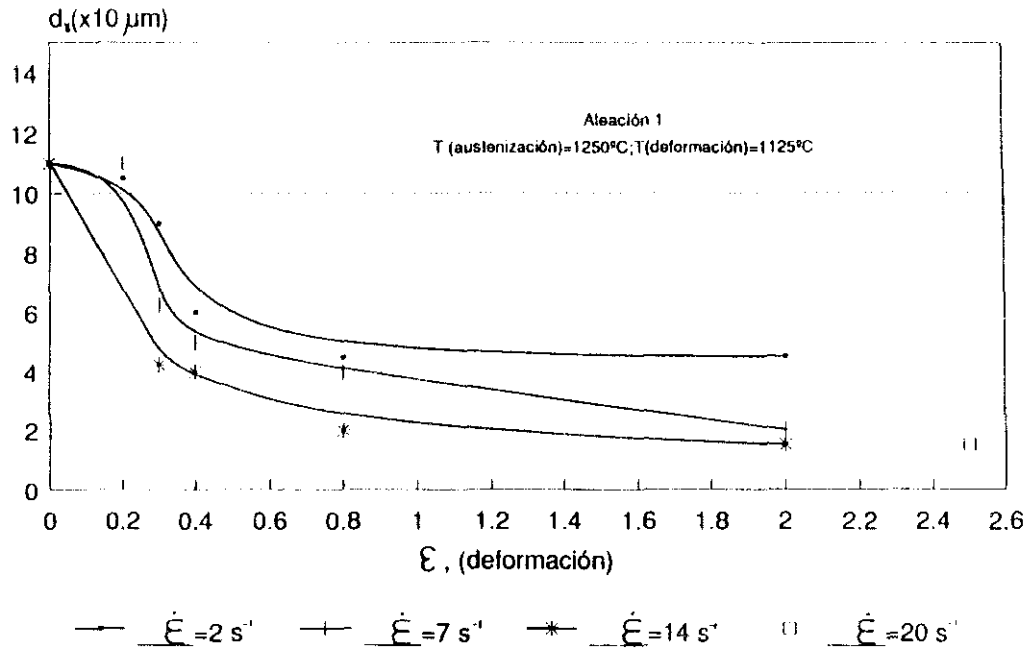


Fig. 28 Evolución del tamaño de grano con la deformación para diferentes velocidades de deformación. Aleación 1

b) Recristalización metadinámica ^(28, 103)

En este tipo de recristalización el grado de deformación (para las mismas tensiones) *no tiene ninguna influencia en la cinética de la recristalización* que solo depende de la composición y de la temperatura.

c) Recristalización estática ^(17, 27, 28, 103, 104)

A partir de estudios experimentales sobre la recristalización estática se han desarrollado ecuaciones empíricas para relacionar el tamaño de grano recristalizado d_R con el tamaño de grano inicial d_0 y con los parámetros de deformación. Entre ellas se encuentra la de Sellar ⁽²²⁾ (ϵ_c es la deformación mínima para iniciar la recristalización).

$$d_R = K \sigma^{-2/3} \epsilon^{-1} d_0^{1/2} \quad \epsilon < \epsilon_c \quad (28)$$

y la de Towle y Gladman ⁽²³⁾

$$d_R = K \epsilon^{-0.5} d_0 Z^{-0.06} \quad (29)$$

donde K es una constante, ϵ es la deformación, d_0 el significado ya indicado, σ la tensión, y Z es parámetro de Zener-Hollomon.

La primera relación señala la no influencia directa de la temperatura de deformación.

La segunda indica el débil efecto de la deformación en el tamaño de grano recristalizado.

Además del efecto de los microaleantes sobre la cinética de la recristalización estática, éstos también producen un tamaño de grano de la austenita recristalizada significativamente más fino que en las aleaciones sin este microelemento. La razón se encuentra en la acción de anclaje de los precipitados sobre el frente de grano en su movimiento y en el retardo en el inicio de la recristalización, como ya se ha comentado en el capítulo 1.

Finalmente se han determinado las cinéticas de la recristalización estática para dos temperaturas de deformación (1125°C y 900°C) en las tres aleaciones estudiadas para valores de $\epsilon = 0.779$ y $\dot{\epsilon} = 18.9s^{-1}$ (figuras 29 y 30). Los diagramas de recristalización (fracción recristalizada-tiempo a

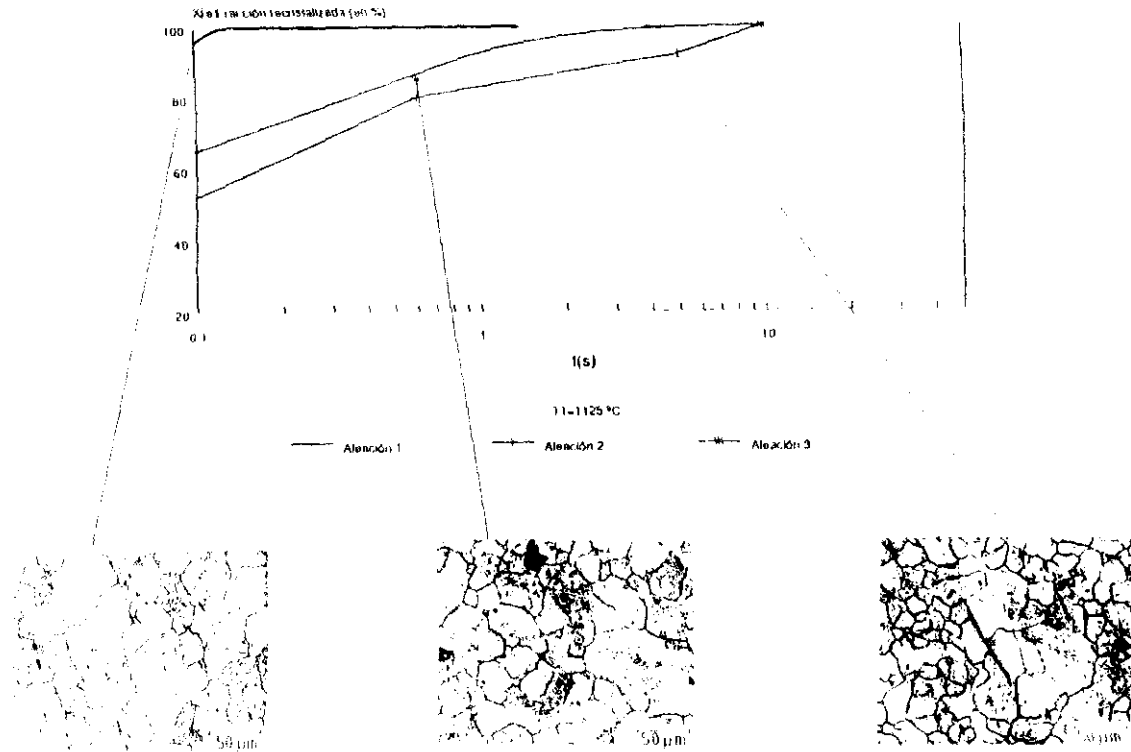


Fig. 29 Cinética de recristalización estática para las aleaciones 1, 2 y 3 a la temperatura de deformación de 11-1125°C y (homologación): 1250°C y $\log t = 0.729y - 18.95$

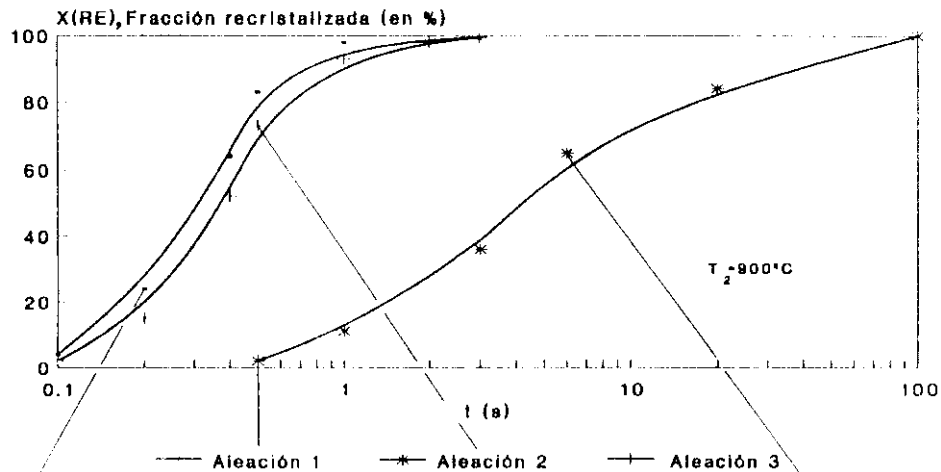
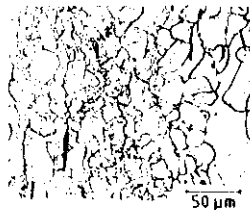
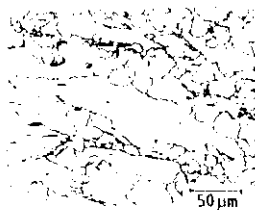


Fig. 30 Cinética de recrystallización estática para las aleaciones 1, 2 y 3, a la temperatura de deformación de $T_2 = 900^\circ\text{C}$, austenizada a $T_1 = 1250^\circ\text{C}$ y con $\dot{\epsilon} = 0.779$ y $\dot{\epsilon} = 19.9\text{ s}^{-1}$



temperatura) han sido ilustrados con micrografías para distintos estados de desarrollo de la misma, mostrando el modo de germinación de los nuevos granos sobre los bordes de grano de la austenita deformada. En ellos se pone de manifiesto que es en la aleación 2 donde se produce el mayor retraso en la recrystalización y la influencia fundamental que la temperatura ejerce en ésta. A alta temperatura (1.125°C), la recrystalización se realiza muy rápidamente, en cambio a baja temperatura (900°C) se produce una ralentización de la misma.

La acción de los precipitados sobre el retardo de la recrystalización se observa claramente en la figura 30 ($T_r = 900^\circ\text{C}$). En la misma se observa que la acción conjunta del vanadio y del titanio en la aleación 2 ($V = 0,019\%$ en peso) produce un retardo en la recrystalización bastante mayor que en las otras dos. La justificación se encuentra, como ya se ha indicado en el capítulo 1, en que la acción del titanio, en pequeñas proporciones, frena sensiblemente la recrystalización (menos eficazmente que el niobio). En cambio, el vanadio tiene un efecto mucho menor sobre la recrystalización. El hecho de que la aleación 3 tenga una respuesta similar a la 1 está justificado, ya que los precipitados de titanio en aquella son muy gruesos y, por tanto, su efecto es nulo como anclaje del frente del borde de grano durante la recrystalización.

3.2.2.2 Ecuación de Zener-Hollomon

Teniendo en cuenta la gran variedad de parámetros involucrados en los procesos de conformación y el amplio abanico de secuencias posibles que condicionan las posibilidades o necesidades del proceso industrial, es conveniente disponer de una expresión fiable que permita variar los parámetros teóricos en función de los objetivos deseables sin necesidad de realizar un estudio exhaustivo de cada situación particular.

De las diversas expresiones propuestas para definir la dependencia entre tensión, temperatura y velocidad de deformación, es la función de Zener Hollomon ^(17, 27, 76, 81, 104, 106) (2), que puede escribirse como:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) = A \{Sh\sigma_s\}^n \quad (30)$$

la que, probablemente, proporciona una descripción más correcta del comportamiento del material (resistencia a ser deformado) en un amplio

margen de valores de T y $\dot{\epsilon}$, siendo el significado de cada término el siguiente:

- Z = Parámetro de Zener-Hollomon
- $\dot{\epsilon}$ = Velocidad de deformación
- Q = Energía de activación del proceso
- T = Temperatura absoluta del proceso
- R = Constante de los gases perfectos = $8.3 \text{ J mol}^{-1}\text{K}^{-1}$
- A, α = Constantes que dependen sólo del material
- n = Constante de valor próximo a 5
- σ_s = Tensión de saturación

Aparece en esta ecuación el concepto de tensión de saturación (σ_s) que es la tensión correspondiente a la zona estacionaria de la curva tensión-deformación y que en la figura 31 viene determinada para la aleación 1, junto con el valor de la tensión máxima, para $\dot{\epsilon}=7,25 \text{ s}^{-1}$ y dos temperaturas diferentes de deformación.

Aunque la máquina de torsión (Anexo 7.1) relaciona el par torsor con la deformación (n° de vueltas) para diferentes velocidades de deformación o temperaturas, la ley que rige los fenómenos de deformación (como ya se ha señalado) viene definida por la curva tensión-deformación, por lo que quizás sea necesario insistir sobre el significado del término tensión y el modo de obtenerlo a partir del par torsor aunque sea sólo de modo esquemático, ya que está ampliamente estudiado en la literatura. ^{(73, 79, 81, 83, 104) (106-114)}

Se define habitualmente la tensión eficaz ⁽⁷³⁾ en un ensayo de torsión como

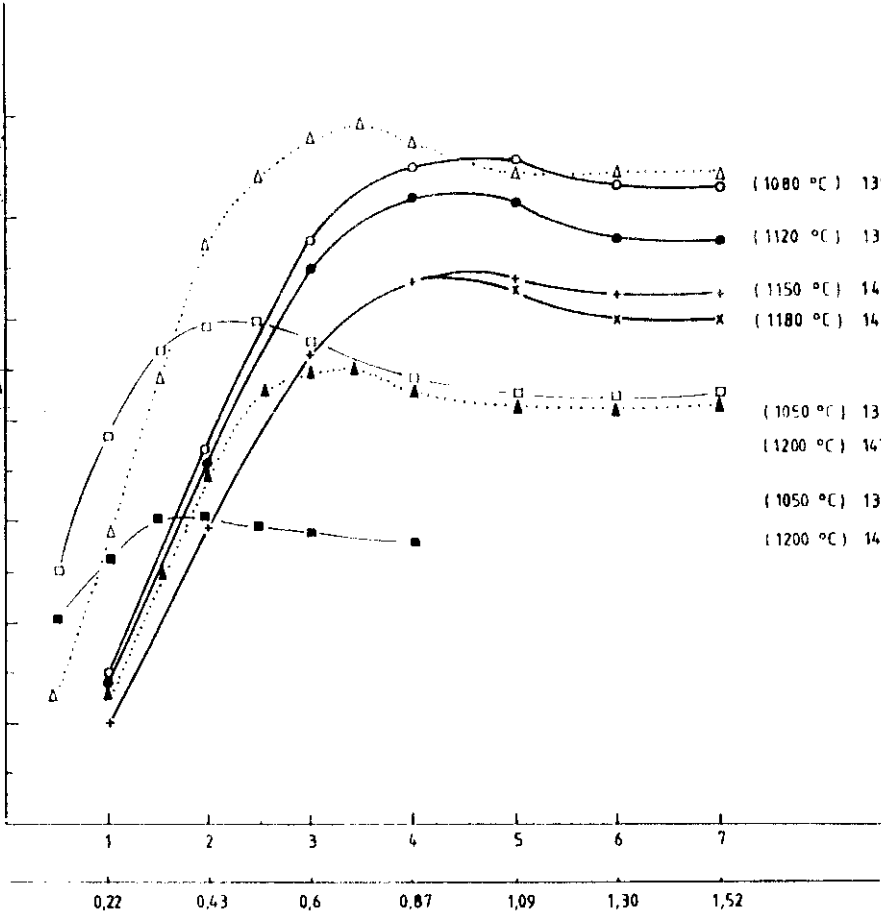
$$\sigma = \sqrt{3\Gamma/2\pi R^3 [3+(\delta \ln \Gamma / \delta \ln \dot{\epsilon})_t + (\delta \ln \Gamma / \delta \ln \dot{\epsilon})_t]} \quad (31)$$

siendo:

- Γ = par de torsión
- ϵ = deformación
- R = radio de probeta
- $(\delta \ln \Gamma / \delta \ln \dot{\epsilon})_t = (\ln \Gamma / \ln \dot{\epsilon})_t = n$ Coeficiente de endurecimiento
- $(\delta \ln \Gamma / \delta \ln \dot{\epsilon})_t = (\delta \ln \Gamma / \delta \ln \dot{N})_t = m$ Coeficiente viscoplástico
- $\dot{N} = n^\circ$ de revoluciones
- $\dot{N} = n^\circ$ de revoluciones por segundo

σ (MPa)

140
120
100
80
60
40
20



- | | | | |
|------------------|---|--|---|
| (1080 °C) 1353 K | ○ | | $\dot{\epsilon} = 13.7 \text{ s}^{-1}$ |
| (1120 °C) 1393 K | ● | | |
| (1150 °C) 1423 K | + | | |
| (1180 °C) 1453 K | x | | |
| (1050 °C) 1323 K | □ | | $\dot{\epsilon} = 0.725 \text{ s}^{-1}$ |
| (1200 °C) 1473 K | ■ | | |
| (1050 °C) 1323 K | △ | | $\dot{\epsilon} = 7.25 \text{ s}^{-1}$ |
| (1200 °C) 1473 K | ▲ | | |

N (nº de vueltas)

0,22 0,43 0,6 0,87 1,09 1,30 1,52

$$E = \frac{2 \pi R}{\sqrt{3} \cdot L} = 0,217 \text{ N}$$

Fig. 31: Curvas tensión-deformación de la aleación I correspondiente a diferentes velocidades de deformación ($\dot{\epsilon}$) y varias temperaturas.

Simplificadamente la ecuación (31) se escribe,

$$\sigma = \sqrt{3}\Gamma/2\pi R^3 [3+n+m] \quad (32)$$

Para obtener la tensión se necesitará, por tanto, conocer previamente los valores de "n" y "m", lo que introduce una nueva dificultad en la obtención de magnitudes comparables.

El coeficiente "n" (coeficiente de endurecimiento por deformación) ^(73,77, 81), que podemos asimilarlo a la sensibilidad del material frente a la deformación, ha sido obtenido en la aleación 1 para diversas velocidades de deformación y de temperatura, tal como aparece en la tabla 7.

	1323 K (1050°C)	1353 K (1080°C)	1393 K (1120°C)	1423 K (1150°C)	1453 K (1180°C)	1453 K (1180°C)
0,725 s ⁻¹	m = 0,189 n = 0 σ ₀ = 85,6 MPa					m = 0,188 n = 0 σ ₀ = 56 MPa
1,37 s ⁻¹		m = 0,189 n = 0 σ ₀ = 87,6 MPa	m = 0,189 n = 0 σ ₀ = 78,1 MPa	m = 0,187 n = 0 σ ₀ = 74,2 MPa	m = 0,188 n = 0 σ ₀ = 65,1 MPa	
7,25 s ⁻¹	m = 0,189 n = -0,1732 σ ₀ = 126 MPa					m = 0,188 n = -0,1214 σ ₀ = 84 MPa
13,7 s ⁻¹		m = 0,189 n = -0,22 σ ₀ = 127 MPa	m = 0,184 n = -0,17 σ ₀ = 115,6 MPa	m = 0,184 n = -0,154 σ ₀ = 105,3 MPa	m = 0,189 n = -0,123 σ ₀ = 100,0 MPa	

Tabla 7: Valores de "m", "n" y σ, obtenidos para diferentes temperaturas y velocidades de deformación en la aleación 1.

Además, en la figura 32 se señalan los valores "n" para diferentes temperaturas, a una velocidad de deformación de $\dot{\epsilon}=7,25 \text{ s}^{-1}$. Para velocidades de deformación bajas ($\dot{\epsilon}=0,725 \text{ s}^{-1}$), los valores de "n" se pueden considerar nulos, ya que, como se aprecia en la figura 33, a partir de valores de la deformación relativamente bajos, el par (tensión) permanece constante.

El coeficiente "m" (coeficiente viscoplástico) ^(73, 77, 81) que indica la influencia de la velocidad de deformación en el material, también ha sido determinado en la aleación 1 y sus valores, para diferentes grados de

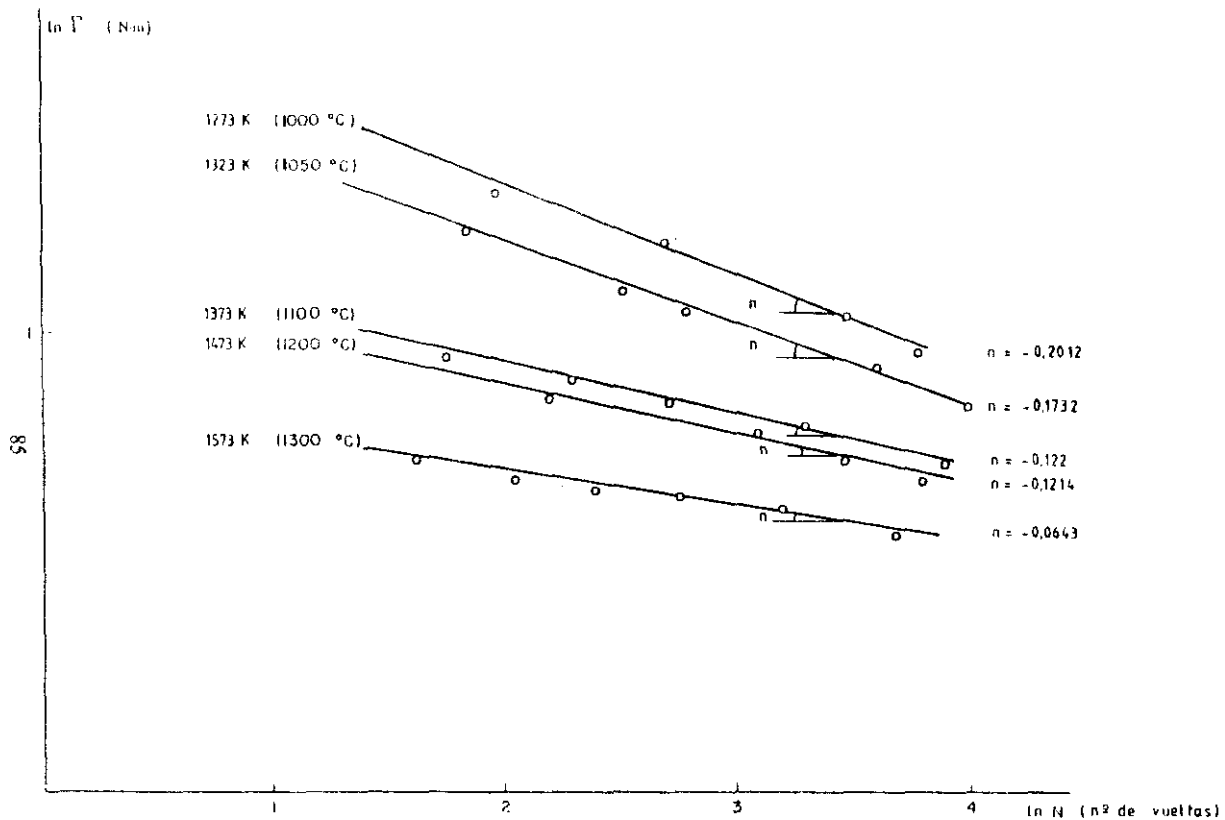


Fig. 32: Coeficientes de endurecimiento "n" en la aleación 1 para $\dot{\epsilon} = 7,25 \text{ s}^{-1}$ y varias temperaturas de deformación (Aleación 1).

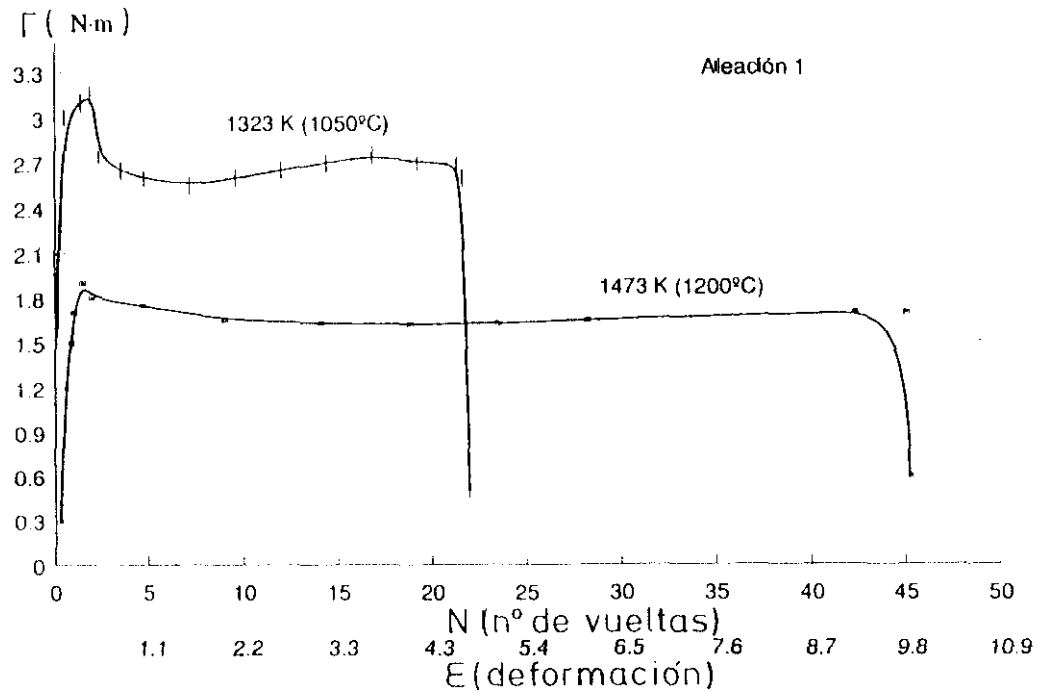


Fig. 33: Relación para-número de vueltas para $\dot{\epsilon} = 0.725 \text{ s}^{-1}$
Aleación 1.

deformación y diferentes temperaturas, también se han recogido en la tabla 7. Además, en la figura 34, se representan los valores de "m" para una deformación $\epsilon=1.3$ y los valores extremos de la temperatura.

Es preciso recalcar que los valores de "n" y "m" crecen de forma rápida a temperaturas inferiores de 1273 K (1000°C) siendo mayor, en términos absolutos, "n" que "m" y dado el valor negativo de aquel, se verifica que $(3+n+m) < 3$.⁽¹⁵⁾

Por otra parte, los valores de ϵ para los que se ha representado "m" corresponden a la zona estacionaria de la curva $\sigma=f(\epsilon)$ es decir a la σ de saturación (σ_s). Como puede apreciarse en las curvas $\sigma=f(\epsilon)$ de la aleación 1 para diferentes velocidades de deformación y temperatura (figura 31).

A partir de los valores $\dot{\epsilon}$, T y σ obtenidos (tabla inicial del anexo 7.5) se ha resuelto la ecuación de Zener-Hollomon por un método iterativo, descrito en dicho anexo 7.5. Siendo la solución adoptada la que daba el error menor (2,15%). A continuación, fijando los valores de Q y α correspondientes a esta solución y con los valores particulares a partir de los que ésta se había calculado, se ha obtenido la recta de regresión correspondiente a la expresión

$$\ln Z = \ln A + n \ln (\text{Sh} \sigma_s) \quad (33)$$

siendo el resultado final

$$\ln Z = \ln (1,015 \times 10^{11}) + 5.21 \ln (\text{Sh} 0,0064 \sigma_s) \quad (34)$$

cuya correlación es $r=0.998$ y su expresión gráfica la de la figura 35.

Queda por consiguiente, para la aleación 1, la ecuación de Zener-Hollomon de la forma siguiente

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(60330/RT) = 1,015 \times 10^{11} (\text{Sh} 0,0064 \sigma_s)^{5.21} \quad (35)$$

Los valores obtenidos mediante esta ecuación son válidos, siempre que el calentamiento adiabático no falsee los resultados, lo cual puede ocurrir en el ensayo de torsión (con $\dot{\epsilon}=7s^{-1}$) por debajo de 1273 K (1000°C). Sin embargo esto ocurre relativamente durante el proceso real de conformación, ya que se elimina parte del calor adiabático por difusión térmica a través de

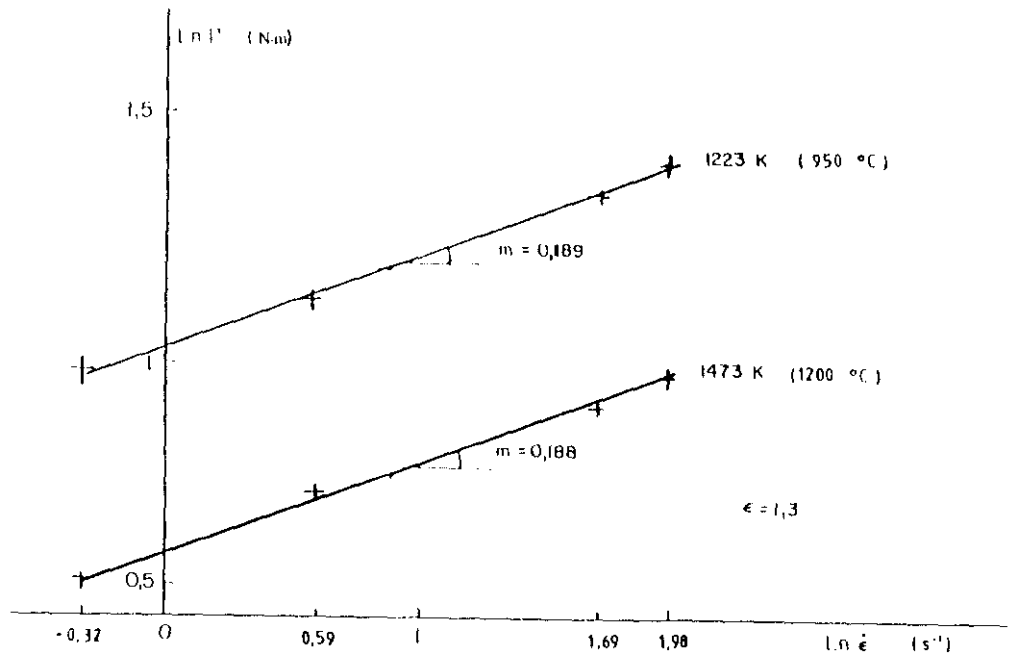


Fig. 34: Coeficientes viscoplásticos "m" en la aleación 1 para $\epsilon = 1,3$ y dos temperaturas de deformación (Aleación 1).

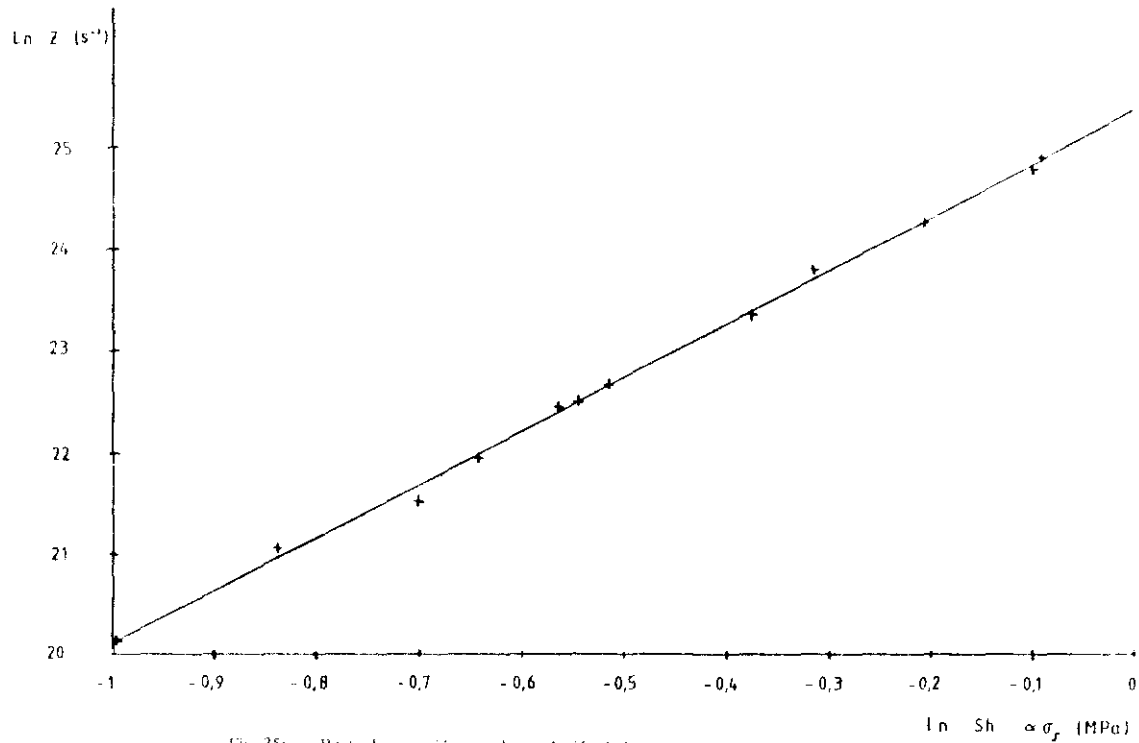


Fig. 35: Recta de regresión para la resolución de la ecuación de Zener-Hollomon (Aleación 1)

las paredes de la matriz o estampa (herramienta) de conformación. Si las velocidades de deformación son reducidas, no surge el problema mencionado. No obstante, siempre se podrán aplicar las correcciones relativas al calentamiento adiabático, como se han realizado en este trabajo.

Sobre la figura 31, se aprecia como la tensión máxima (σ_m) y la de saturación (σ_s) varían de forma apreciable con la temperatura y la velocidad de deformación, aunque de modo opuesto (un aumento de la velocidad de deformación equivale a un descenso en la temperatura como indicaba la ley (2) de Zener-Hollomon, ya comentada). Sin embargo, la deformación a partir de la cual la tensión es de saturación, es prácticamente independiente de la velocidad de deformación y de la temperatura. Alcanzándose dicha saturación, en este caso, a una deformación de $\epsilon=1,3$.

Si calculamos la ecuación de Zener-Hollomon para esta tensión σ_s , la ecuación será válida independientemente de la historia termomecánica previa a la conformación. Como $\sigma_s=f(\dot{\epsilon}, T)$, podríamos analizar la ecuación para la tensión máxima o para una deformación inferior a la de saturación pero entonces, variaciones en la microestructura de partida conducen a soluciones diferentes, por lo que pierden su carácter de ecuación de estado.

En las simulaciones realizadas, tan sólo los pasos en los que $\epsilon=1,443>1,3$ permiten la aplicación de la ecuación de Zener-Hollomon y, por tanto, la sustitución de un conformado por otro equivalente calculado de forma teórica.

Por ejemplo, manteniendo la σ_s constante para no variar las condiciones de uso de la instalación, una deformación en una pieza a $\dot{\epsilon}=7,25 \text{ s}^{-1}$ y $T_1=1353 \text{ K}$ y de acuerdo con la ecuación 35, tendría un parámetro de Zener de

$$Z = 7,25 \cdot \exp 60330/2706 = 3,48 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$$

Si se realizara la misma operación a $\dot{\epsilon}=13,7 \text{ s}^{-1}$ tendríamos que tener la pieza a una temperatura que nos define la igualdad

$$Z_1 = Z_2 \quad (36)$$

$$3,48 \times 10^{10} = 13,7 \exp 60330/RT$$

$$T_2 = 1392,7 \text{ K (1119}^\circ\text{C)}$$

Si se hiciera a una temperatura inferior se podría rebasar las posibilidades de la instalación o de la herramienta y en todo caso, puede reducir su vida útil, ya que para $T=1353$ K la tensión será de

$$\sigma_s = (\text{arc sh } 0.94027)/0.0084 = 130\text{Mpa}$$

frente a

$$\sigma_s = (\text{arc Sh } 0.8147)/0.0064 = 116 \text{ MPa}$$

que corresponderá a la temperatura más alta $T_2 = 1392,7$ K. Dado, que la fuerza requerida para conformar un material es proporcional a su tensión eficaz (resistencia a la deformación)⁽¹¹⁶⁾ se comprende, que el conocimiento del parámetro de Zener-Hollomon permita saber la fuerza necesaria para efectuar la conformación y, como consecuencia, utilizar una instalación con una potencia adecuada al componente que se desea conformar.

3.2.3 Variación de la ductilidad en la fase austenítica (γ)

La ductilidad en esta fase permite conocer el rango de temperaturas, en el que la conformación por deformación se realiza de forma más eficaz (menor consumo de energía y buena calidad del componente conformado) y con el menor deterioro de útiles e instalaciones donde dicha conformación se efectúa.

La expresión que relaciona la ductilidad de un material, representada por su deformación hasta la rotura (ϵ_r) con la temperatura es del tipo⁽¹¹⁷⁾.

$$\epsilon_r = A \exp (-Q/RT) \quad (37)$$

donde: Q es la energía de activación, R es la constante de los gases perfectos y A es una constante dependiente del material y T la temperatura absoluta

Un aumento de la temperatura de deformación se traduce en un aumento progresivo de la ductilidad.

Se han efectuado ensayos de torsión en caliente hasta la rotura (deformación máxima) a velocidades de deformación de $\dot{\epsilon}=14s^{-1}$, entre 950°C y 1250°C , a intervalos de temperatura de 50°C obteniéndose las curvas de ductilidad de las

tres aleaciones estudiadas (figura 36). Estas curvas muestran que para la aleación 1, la ductilidad máxima se encuentra entre el intervalo de temperaturas comprendido entre 1150°C y 1250°C y de 1200°C a 1250°C para la aleación 2. En la aleación 3, esta se encuentra en el entorno de 1250°C. La ductilidad máxima es sustancialmente mayor en la aleación 1 que en las otras dos (que son prácticamente iguales) en todas las temperaturas ensayadas. En la aleación 1, se ha determinado, también, para el mismo rango de temperaturas, las ductilidades a otras dos velocidades de deformación diferentes: $\dot{\epsilon} = 7s^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 22s^{-1}$ (figura 37). Estos resultados, señalan un aumento de la deformación máxima a todas las temperaturas investigadas a medida que se aumenta la velocidad de deformación.

3.2.4 *Evolución de la estructura austenítica y durante la deformación*

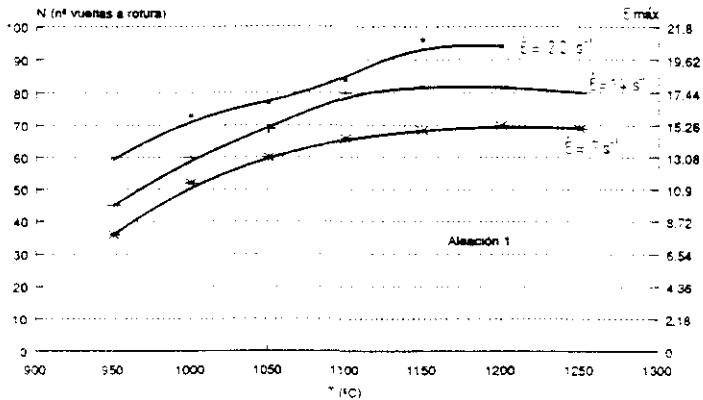
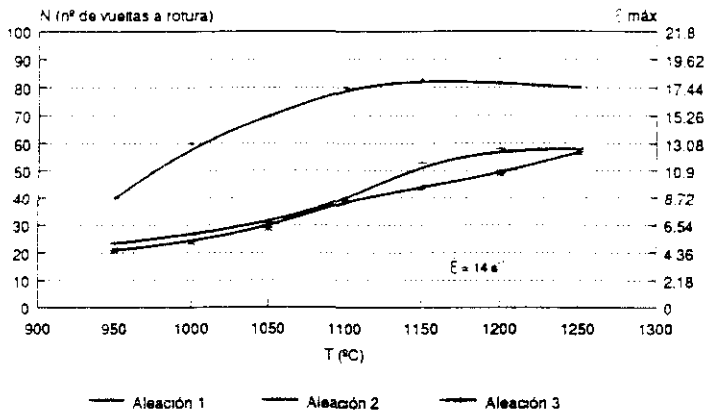
En la figura 38, se indican los valores de las temperaturas, deformaciones y velocidades de deformación ensayadas en cada operación.

Para estudiar la evolución de la estructura en la fase γ , se han congelado, enfriando en agua, las estructuras de las probetas de torsión después de la deformación de la segunda operación (final en torsión) en todas las secuencias y después de la primera operación únicamente en las secuencias 1ª y 4ª, con ello se consigue conocer la evolución del tamaño de grano austenítico en el curso de las operaciones de conformación por deformación.

Finalmente se han obtenido las estructuras después de la transformación $\gamma \rightarrow \alpha + p$ en cada una de las secuencias.

Los parámetros obtenidos en la simulación por torsión de la conformación en cada aleación fueron: el tamaño de grano austenítico en cada deformación, las microdurezas, el tamaño de grano ferrítico-perlítico final y las fracciones de volumen de cada una de estas fases. Los valores obtenidos se recogen en la tabla 8.

Las figuras 39, 40, 41, 42, 43 y 44 ilustran la evolución del tamaño de grano austenítico y la estructura final ferrítico-perlítica de las tres aleaciones estudiadas obtenida para las secuencias 1ª y 4ª, correspondientes a las temperaturas de conformación más altas y más bajas.



TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN O CALENTAMIENTO T_1 (°C)	TEMPERATURA DE DEFORMACION	
	$T1$ (°C)	$T2$ (°C)
1250	1180	1125
1200	1150	1110
1150	1120	1085
1100	1080	1050
1250 (Retrasadas)	1130	1075
1250 (Retrasadas)	1080	1025
1150 (Retrasadas)	1080	1025

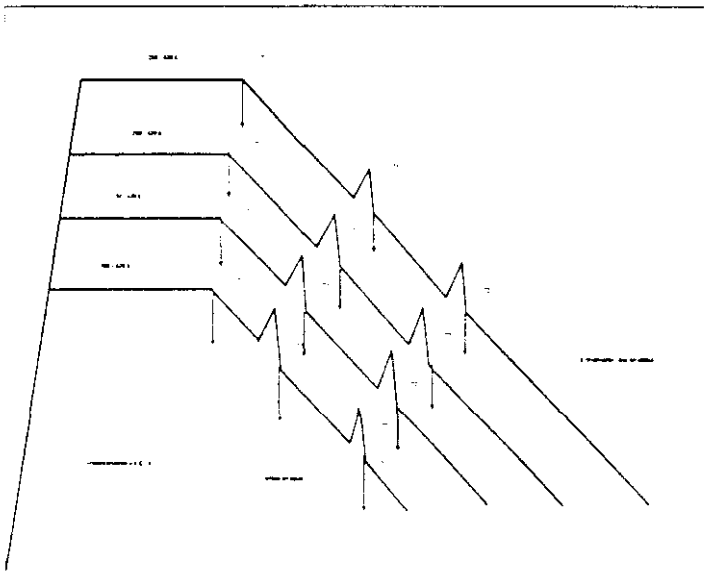


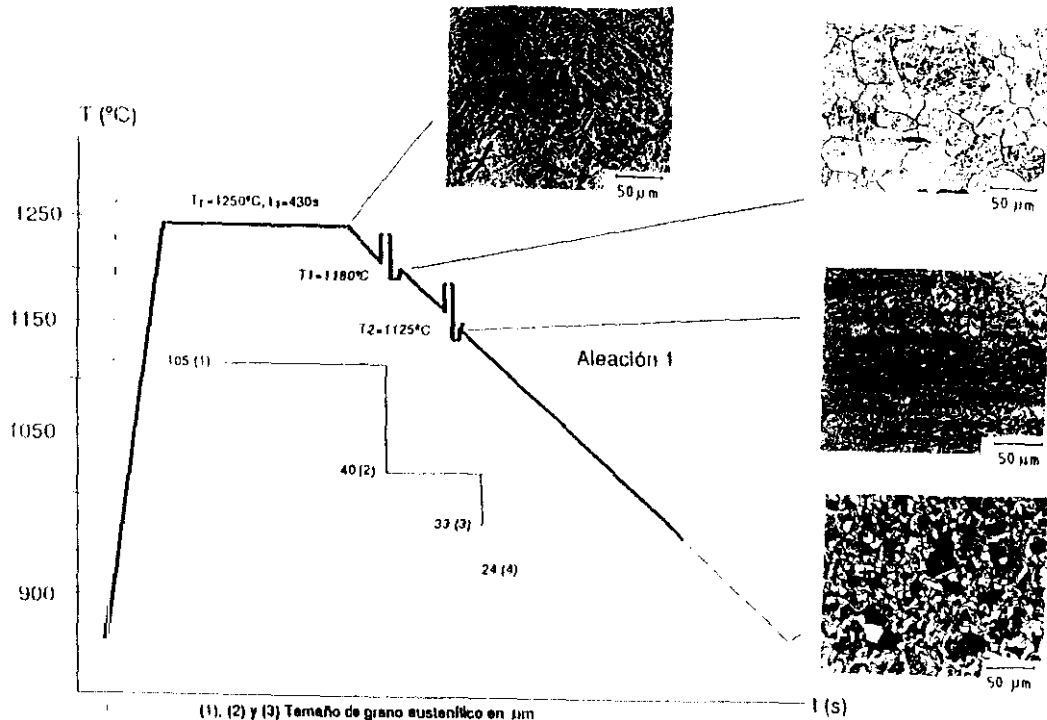
Fig. 38. Esquema de simulación en torsión para estudiar la evolución de las estructuras austeníticas durante las deformaciones a alta temperatura (campo austenítico).

A L E A C	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)	T ₃ (°C)	d ₁ (μm)	d _{f1} (μm)	d _{p1} (μm)	d (μm)	V _f	V _p	H _{V10}
							d _f /d _p			
1	1250	1180	1125	105	40	33	14 24	0.48	0.54	253
2				26	28	23	7.5 18	0.49	0.51	236
3				72	34	31	8 15	+0.34/0.49	+0.30/0.48	266
1	1200	1150	1110	83	-	28	12 18	0.44	0.58	260
2				22	-	20	7 13	0.54	0.48	228
3				49	-	25	8 14	+0.38/0.50	+0.31/0.44	264
1	1150	1120	1085	71	-	26	11 16	0.47	0.53	254
2				19	-	18	7 12	0.51	0.49	232
3				43	-	19	7.5 13	+0.37/0.51	+0.32/0.46	262
1	1100	1060	1060	51	26	20	9 16	0.48	0.54	268
2				17	18	14	8.5 8	0.51	0.49	233
3				35	18	17	7.5 11	+0.39/0.51	+0.34/0.48	260
1	R E T 1250	1130	1075	105	-	28	13 20	0.39	0.61	258
2				26	-	17	7.5 12	0.62	0.48	233
3				72	-	20	8 13	+0.36	+0.34	270
1	R A S 1250	1080	1025	105	-	24	11 16	0.41	0.59	260
2				26	-	18	7.5 10	0.54	0.48	228
3				72	-	17	7.5 11	+0.41	+0.35	266
1	R D S 1150	1080	1025	71	-	18	10 16	0.40	0.60	266
2				19	-	14	7 9	0.52	0.48	232
3				43	-	15	7.5 11	+0.43	+0.38	266

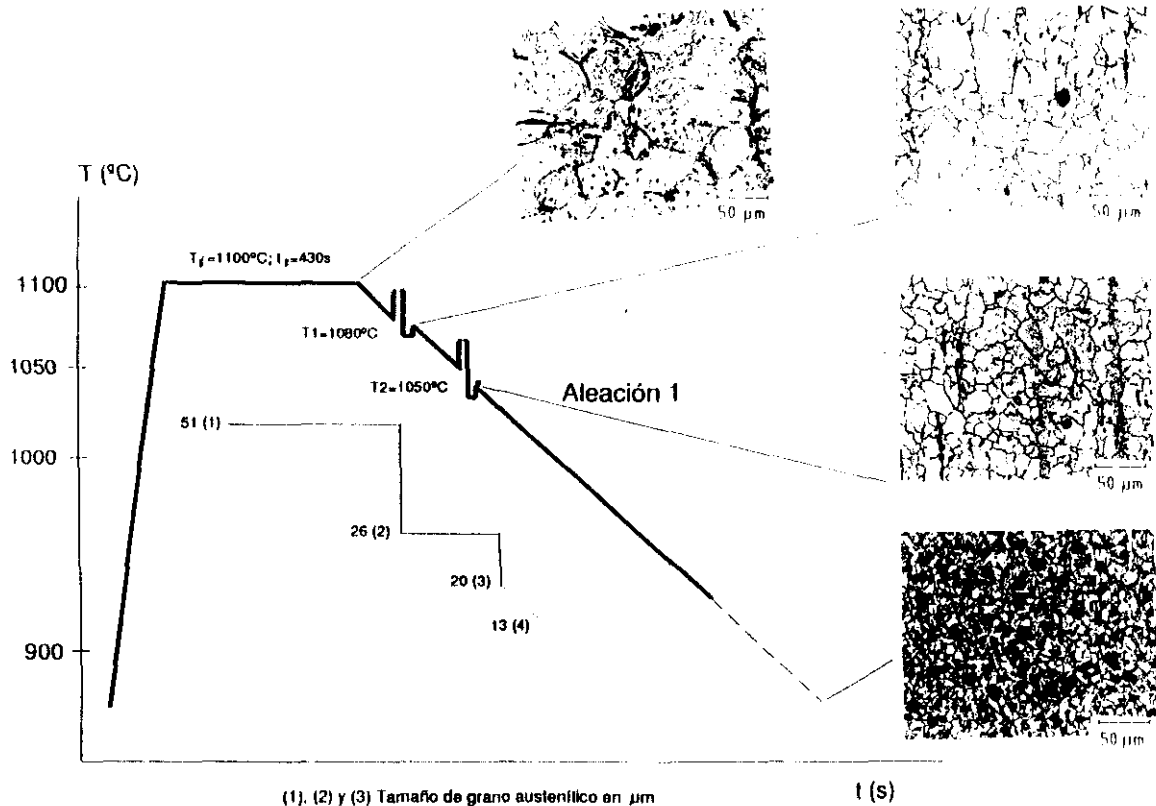
(*) El resto hasta 1 es la fracción de volumen de bainita. El segundo número que se ha colocado corresponde a las fracciones de las microestructuras de las probetas no retratadas que se han obtenido a otros aumentos en la zona no segregada y sobre la que el contenido de bainita es menor.

V_f = Fracción de volumen de la ferrita; V_p = Fracción de volumen de la perlita; H_{V10} = Dureza Vickers Ferrita-perlita
d = tamaño de grano (f = austenítico; p = ferrítico; p = perlítico)

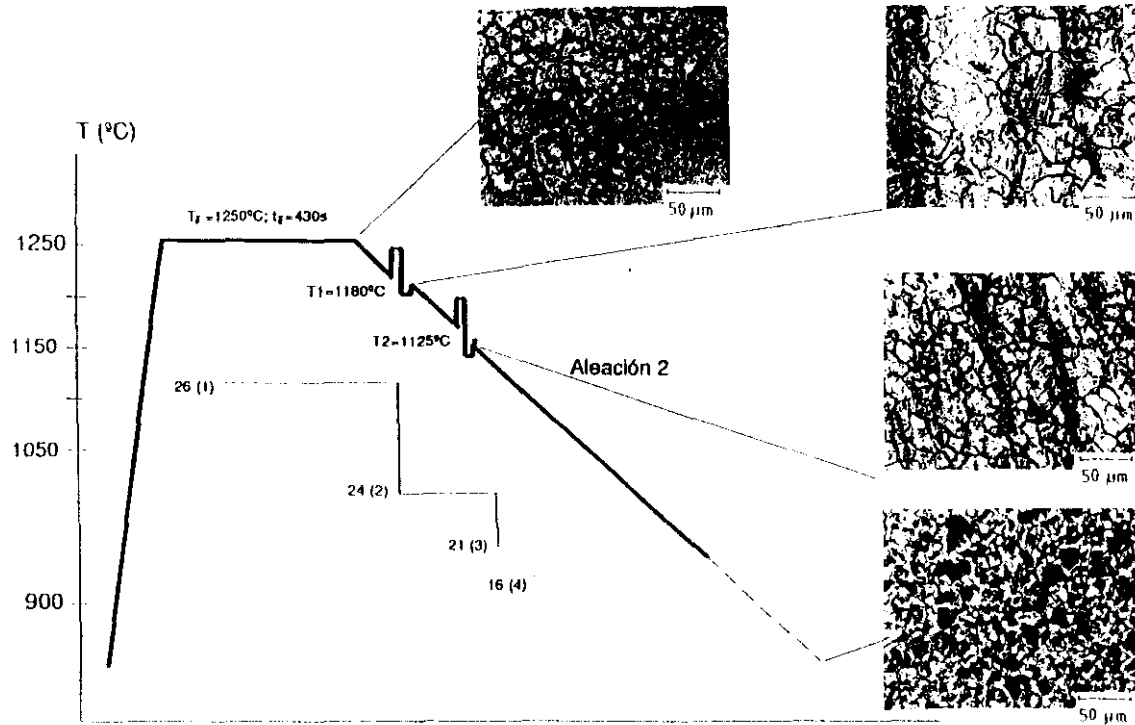
Tabla 5. Resultados obtenidos en la simulación por torsión de las deformaciones efectuadas sobre las tres aleaciones: tamaños de granos medios austeníticos y ferrítico-perlíticos; fracción de volumen de los constituyentes y durezas para velocidades de enfriamiento señaladas en el texto.



(1), (2) y (3) Tamaño de grano austenítico en μm
 (4) Tamaño de grano perlítico final en μm
 Fig. 39 Evolución de la estructura austenítica con la deformación. Aleación 1



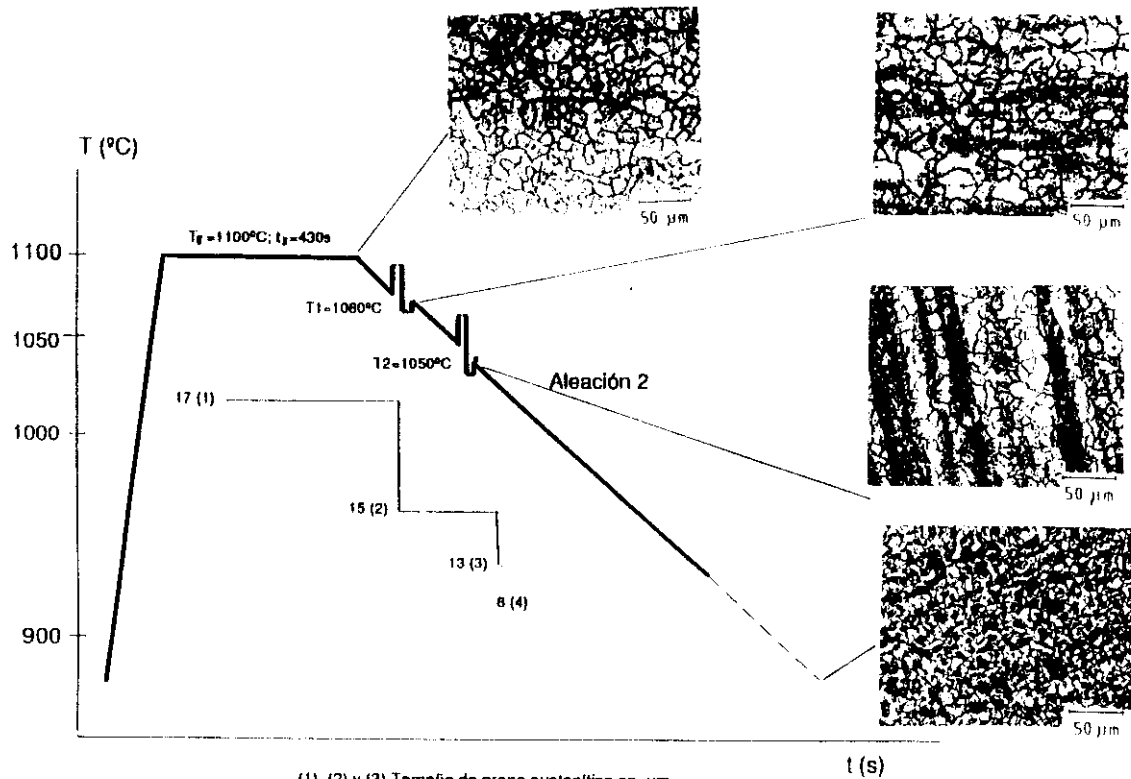
(1), (2) y (3) Tamaño de grano austenítico en μm
 (4) Tamaño de grano ferrítico final en μm
 Fig. 40 Evolución de la estructura austenítica con la
 deformación. Aleación 1



(1), (2) y (3) Tamaño de grano austenítico en μm

(4) Tamaño de grano perlítico final en μm

Fig. 4) Evolución de la estructura austenítica con la deformación. Aleación 2



(1), (2) y (3) Tamaño de grano austenítico en μm .

(4) Tamaño de grano perlítico final en μm

Fig. 4.2 Evolución de la estructura austenítica con la deformación. Aleación 2.

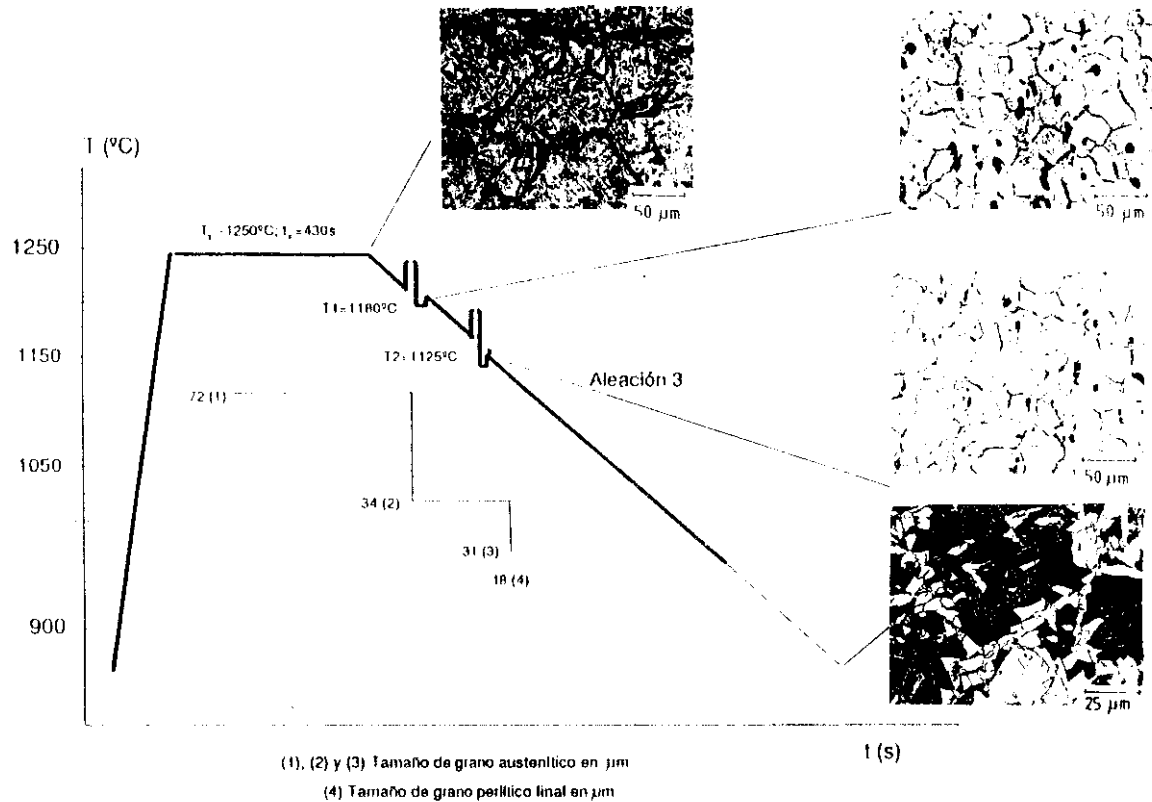


Fig. 4.3 Evolución de la estructura austenítica con la deformación Aleación 3

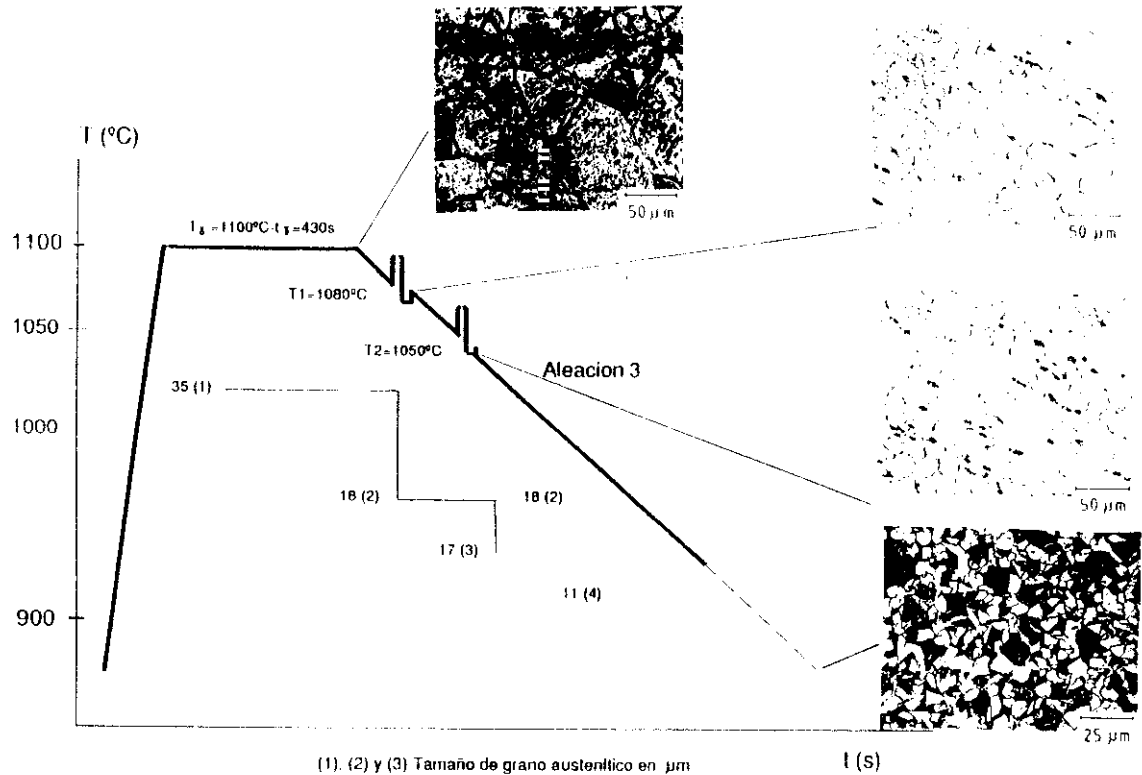


Fig. 44 Evolución de la estructura austenítica con la deformación. Aleación 3

En la aleación 3, se han obtenido estructuras ferrítico-perlíticas con bandas de bainitas en las que el titanio se encuentra formando precipitados gruesos (visibles al microscopio óptico) y asociados a inclusiones no metálicas. Las durezas obtenidas en estas zonas segregadas no difieren prácticamente de las encontradas en la matriz ferrítico-perlítica de esta aleación 3. Estas bandas segregadas, son similares a las obtenidas con otros tipos de dopantes de alta temperatura de solubilidad, caso del niobio ⁽¹¹⁸⁾.

Es obvio señalar que a medida que la temperatura de deformación final disminuye, el tamaño de grano austenítico es menor. La temperatura de austenización, previa a la deformación, prácticamente no tiene influencia sobre este tamaño de grano en la aleación 2, la tiene pequeña en la 3 y es importante en la aleación 1, como se desprende de los resultados obtenidos en las secuencias retrasadas (tabla 8).

3.2.5 **Influencia de la temperatura de deformación final sobre las microestructuras finales**

Antes de analizar estos parámetros, es necesario recordar que la velocidad de enfriamiento en la transformación $\gamma \rightarrow \alpha + p$ ha sido, en la simulación de torsión, de $v_c = 2,10-2,25^\circ\text{C}s}^{-1}$ (800°C-600°C) (tabla 4)

La variación de la microdureza, y del tamaño de grano ferrítico y perlítico final con la temperatura de deformación final se ha recogido en la figura 45. En ella, se pone de manifiesto la disminución de la dureza que experimenta la aleación 2 respecto a las otras dos aleaciones y la poca influencia de la temperatura final de deformación sobre este parámetro. La justificación de la disminución de la dureza en la aleación 2 está relacionada con la disminución de la cantidad de vanadio libre para formar precipitados de VN o V(C,N) durante la transformación de la austenita en el enfriamiento, que ya ha sido expuesta ampliamente en el capítulo 1. La mayor dureza encontrada en la aleación 3 se debe al aumento de templeabilidad que producen el titanio junto con el vanadio, según lo indicado también en el capítulo 1.

En el tamaño de grano ferrítico, la influencia de la temperatura de deformación es únicamente significativa en la aleación 1. Sin embargo, en el tamaño de grano perlítico es bastante importante, disminuyendo éste, a medida que se deforma a más baja temperatura (no teniendo gran influencia la temperatura de calentamiento, como se aprecia en las probetas retrasadas, tabla 8).

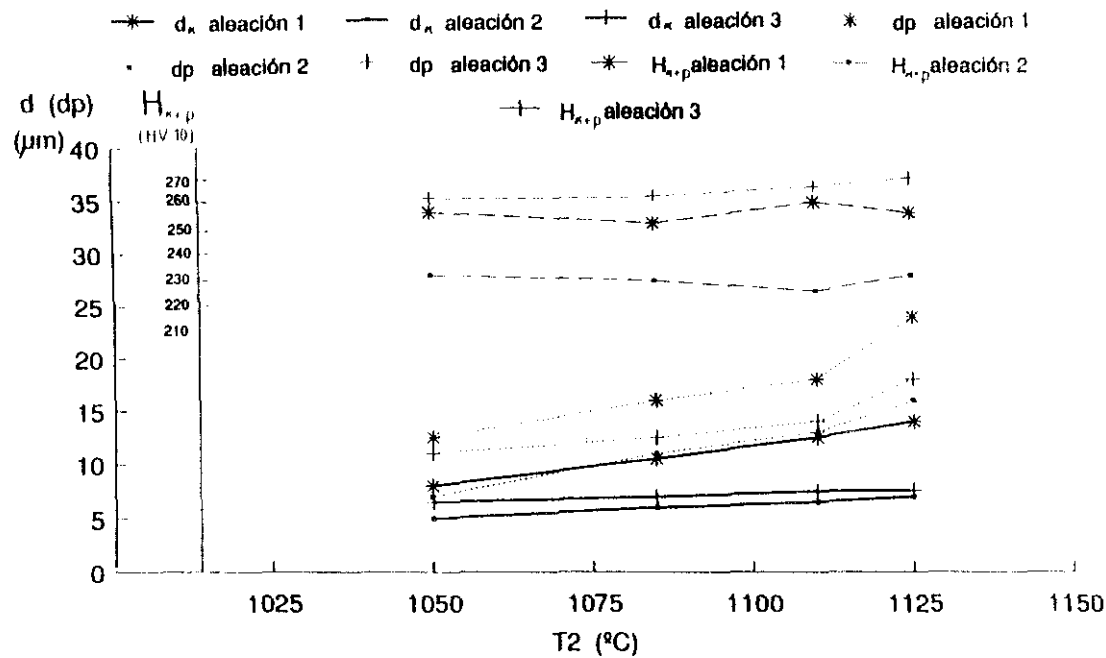


Fig. 45 Variación de la microdureza y del tamaño de grano ferrítico y perlítico final con la temperatura final de deformación para las tres aleaciones ($\dot{\epsilon}_s = 1.113$; $\dot{\epsilon}_c = 13.7 \text{ s}^{-1}$; $\dot{\epsilon}_r = 0.779$; $\dot{\epsilon}_d = 18.9 \text{ s}^{-1}$).

El menor tamaño de grano, tanto ferrítico como perlítico, corresponde a la aleación 2. La aleación 3 tiene un tamaño de grano ferrítico similar a las otras dos, pero no es así con el perlítico, sobre todo a baja temperatura de deformación.

En lo que concierne a la fracción de volumen de las fases presentes, la figura 46 evidencia la influencia prácticamente nula de la temperatura de la última deformación sobre la fracción de volumen de ferrita o perlita en las aleaciones 1 y 2. La aleación 3 tiene bandas de bainitas y, por tanto, sus valores no son comparables.

Finalmente, se han situado sobre una gráfica (figura 47) la relación entre el tamaño de grano austenítico en la última deformación y el tamaño de grano de la ferrita y de la perlita presente en la microestructura final. En el tamaño de grano perlítico, existe una dispersión de valores para las tres aleaciones, que pueden situarse en una misma banda (señalada con puntos en dicha figura 47) y cuya relación media de tamaños de grano viene dada por la expresión:

$$d\gamma_2 = 1,5 dp_{1,2,3} - 3 \quad (38)$$

donde $d\gamma_2$ es el tamaño de grano austenítico después de la última deformación y dp el tamaño de grano perlítico (medio de las tres aleaciones) de la microestructura final.

En cuanto al tamaño de grano ferrítico, señalar que, así como las aleaciones 2 y 3 se pueden agrupar en una banda de la misma pendiente, no ocurre así con la aleación 1 que se agrupa en una banda con una pendiente menor. Las expresiones que definen la relación media de tamaños de grano son:

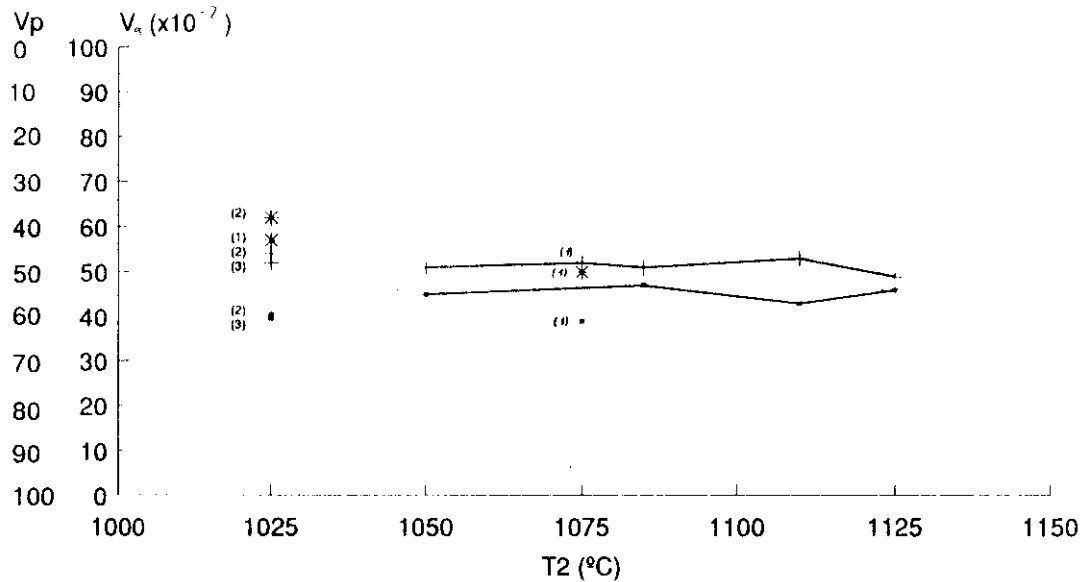
a) Para la aleación 1

b) Para las aleaciones 2 y 3

$$d\gamma_2 = 3 d\alpha_1 - 9 \quad (39)$$

$$d\gamma_2 = 15 d\alpha_{2,3} - 90 \quad (40)$$

donde $d\alpha$ es el tamaño de grano ferrítico y $d\gamma_2$ tiene el mismo significado anterior, es decir el tamaño de grano austenítico después de la última deformación.



—○— Aleación 1 —+— Aleación 2 * Aleación 3 (*)

(*) La aleación 3 no se ha señalado ya que al contener bainita, da unos valores no comparables.

Aleaciones retrasadas (1), (2), (3).

Fig. 46 Evolución de la fracción de volumen de cada fase (ferrita y perlita) con la temperatura final de deformación para las tres aleaciones. ($\dot{\epsilon}_1=1.443$; $\dot{\epsilon}_2=13.7\text{ s}^{-1}$; $\dot{\epsilon}_3=0.777$; $\dot{\epsilon}_4=18.9\text{ s}^{-1}$)

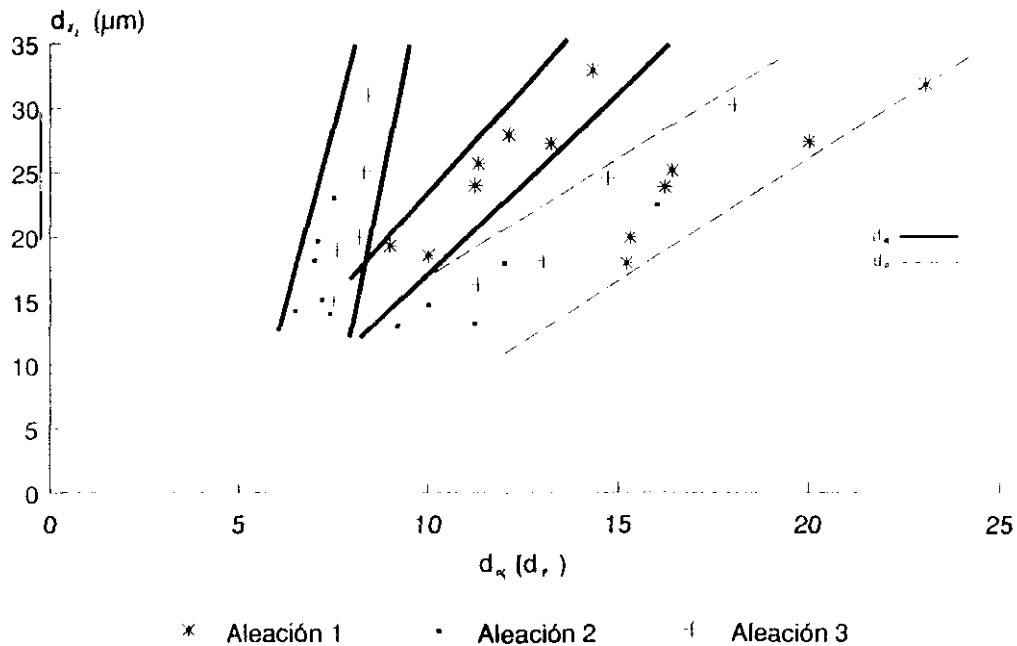


Fig. 47 Relación entre el tamaño de grano austenítico final después de la conformación por deformación en el dominio austenítico y el tamaño de grano ferrítico y perlítico final.

En las aleaciones 2 y 3, se observa un tamaño de grano ferrítico final muy pequeño con independencia prácticamente del tamaño de grano austenítico final antes de transformar.

3.2.6 Variación de la ductilidad en la zona de existencia de las fases austenítica y ferrítica($\gamma+\alpha$)

Para caracterizar la resistencia a la deformación de las aleaciones y, por consiguiente, su capacidad de deformación a las temperaturas del intervalo bifásico ($\gamma+\alpha$), se han ensayado probetas de torsión hasta la rotura (deformación máxima). Se ha elegido una velocidad de deformación de $\dot{\epsilon}=14s^{-1}$ (la máxima velocidad de deformación en la conformación real) y temperatura entre 650°C y 1000°C. Si bien, forman el campo de la conformación en "semicaliente" las comprendidas únicamente entre 650°C y 850°C. La figura 48 manifiesta una mayor ductilidad, a estas temperaturas, para la aleación 1. Las aleaciones 2 y 3 tienen una ductilidad menor (aunque muy similar). Aparece un máximo relativo de la ductilidad a temperaturas comprendidas entre 775°C y 825°C, más claramente marcado en la aleación 1.

Los parámetros que rigen la conformación a estas temperaturas intermedias, vienen definidos por la velocidad de deformación y la temperatura, por lo que puede tomarse como un método para clasificar los materiales por su aptitud a la conformación por deformación plástica en "semicaliente"

La figura 49 representa, para la aleación 1, la variación de la deformación máxima (n° de vueltas hasta rotura en torsión) con la temperatura a la que ésta se realiza, para diferentes velocidades de deformación. Para temperaturas comprendidas entre 650°C y 775°C, la deformación máxima crece rápidamente y pasa por un máximo a unas temperaturas en el entorno de 775°C. En este intervalo, la ductilidad (ϵ máxima) de la aleación aumenta a medida que lo hace la velocidad de la deformación. Si bien, a bajas velocidades (menos de $7s^{-1}$) la variación de la ductilidad con la temperatura es menos pronunciada y en el intervalo de 775°C-825°C no aparece el máximo que se observa a mayores velocidades. A altas velocidades, aparece un aumento de la ductilidad a temperaturas comprendidas entre 750°C y 775°C, disminuyendo ésta sensiblemente en el intervalo comprendido entre dichas temperaturas y 850°C. Las ductilidades en la zona del máximo, son bastantes superiores a las obtenidas en la fase γ y en el entorno de los 900°C. Estos resultados, ponen de manifiesto la influencia de la estructura bifásica en la ductilidad y son

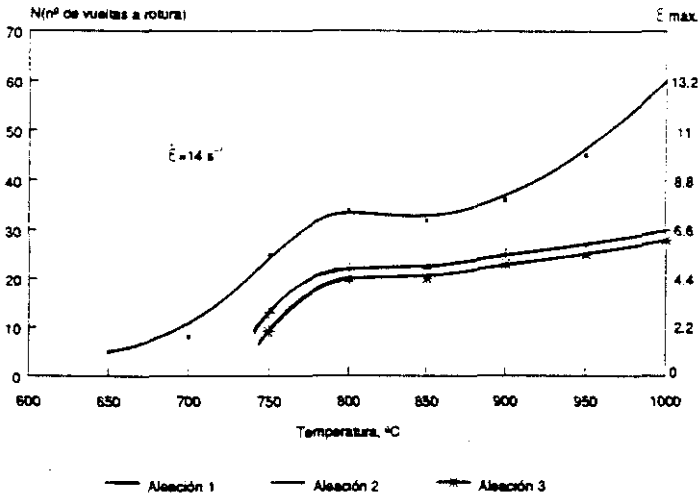


Fig. 48 Curvas de ductilidad en el dominio ($\epsilon-\gamma$) de las tres aleaciones. (Los números de vueltas a rotura están referidos a probetas A).

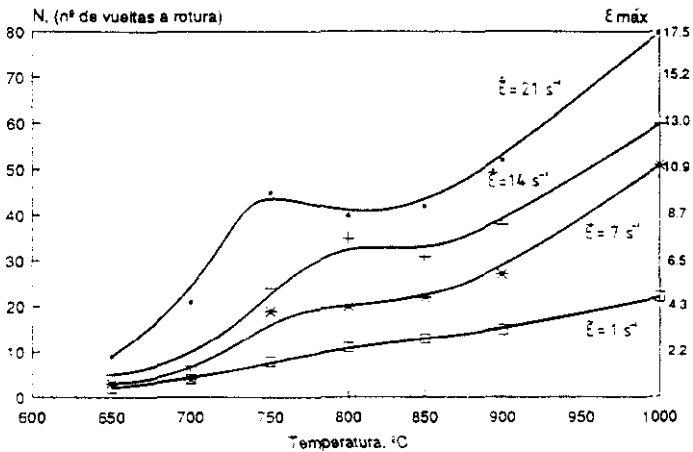


Fig. 49 Variación de la ductilidad en la región (γ, ϵ) con la velocidad de deformación. (Aleación 1).

coherentes con los resultados encontrados en aleaciones férricas hipoeutectoides sin dopantes ⁽¹¹⁵⁾.

3.2.7 Evolución de la estructura austenítico-ferrítica durante la deformación a temperaturas intermedias (dominio $\gamma+\alpha$)

A partir de los valores experimentales obtenidos en la conformación por deformación experimental realizada en el dominio $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") sobre las aleaciones previamente deformadas por laminación controlada desde la temperatura de calentamiento de 1220°C (la descripción del proceso de laminación controlada se encuentra en la bibliografía ⁽⁶⁶⁾⁽⁶⁷⁾), se han realizado, con ayuda de las técnicas de torsión, la cinco secuencias de deformación con temperaturas de deformación decrecientes que se representan en la figura 50. La temperatura de calentamiento coincide con la de deformación. Realizándose ésta, a la misma temperatura y con los valores de deformación (ϵ) indicadas en dicha figura 50. (Debido a roturas en la tercera deformación, no se han podido obtener todos los valores a 700°C en las tres aleaciones).

Los datos que se han obtenido en cada aleación mediante la simulación por torsión de la deformación en ($\gamma+\alpha$) se encuentran recogidos en la tabla 9. Estos han sido: el tamaño de grano austenítico, el tamaño de grano ferrítico- perlítico final, las fracciones de volumen de cada una de estas fases, las microdurezas finales y las obtenidas después de un enfriamiento brusco (temple) posterior a la última deformación (obteniendo una aleación de fase doble martensita-ferrita, de alta resistencia). También se ha efectuado la conformación en ($\gamma+\alpha$) sobre la aleación 1, con velocidades de $\dot{\epsilon}=7s^{-1}$ en las tres deformaciones. Se obtienen unos valores de los parámetros estudiados muy similares a los obtenidos a las verdaderas, y mayores, velocidades de deformación anteriormente ensayadas.

Para conocer la evolución del tamaño de grano en el dominio ($\gamma+\alpha$) de las tres aleaciones, únicamente se han templado (enfriamiento brusco con chorro de agua) las probetas de torsión para deformaciones a 725°C y 825°C.

Los valores del tamaño de grano austenítico obtenidos a 725°C y 825°C ponen de manifiesto que éste disminuye con la temperatura de la deformación.

Las estructuras finales ferrítico-perlíticas se han obtenido después de la transformación $\gamma+\alpha \rightarrow \alpha$, en cada una de las secuencias con una velocidad de enfriamiento de $v_c=4.2-3.1^\circ Cs^{-1}$ (entre 700°C y 600°C). La variación de la

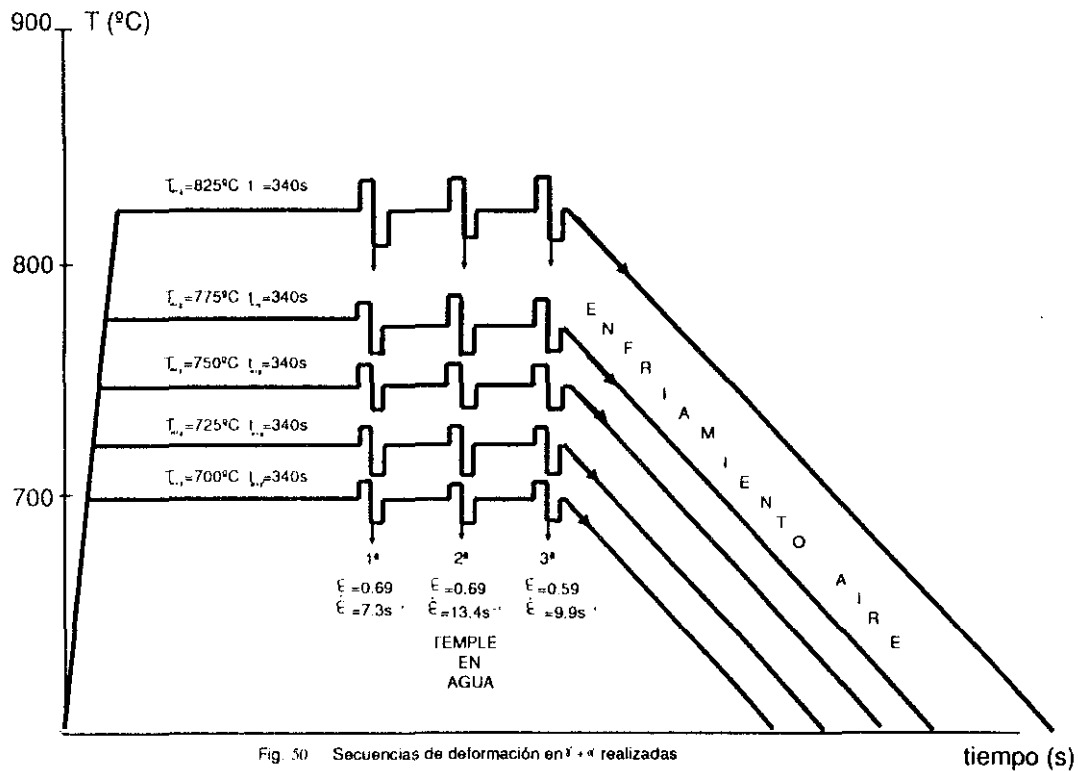


Fig. 50 Secuencias de deformación en γ + α realizadas y estructuras finales en las tres aleaciones.

TEMPERATURAS DE LAS SECUENCIAS DE DEFORMACION EN $\alpha+\gamma$, T_{arr} (°C)																		
		1	2	3	4	5			4	5								
d_n (μm)	Aleación 1	700	700	700	725	725	750	750	750	750	775	775	825	825	825	825	**	
	Aleación 2				6.1	5.5	5.5							14	13	13		
	Aleación 3				5.5	5.3	5.4							7.5	7.0	7.0		
$d_{\alpha/\gamma}$ (μm)	Aleación 1				5.9	5.8	5.7							12	10	10		
	Aleación 2				2.92.9									5.7.5.9			6.4.6.7	
	Aleación 3				1.5/1.5									5.6/5.7			6.2.6.4	
$l_{\text{ferr}}^{\text{ferr}}$ (μm)	Aleación 1				2.1/2.1									5.7.5.9			6.4.6.6	
	Aleación 2				5.66	5.60	5.92							6.06	5.70	5.85	5.60	5.42
	Aleación 3																	
$l_{\text{ferr}}^{\text{ferr}}$ (μm)	Aleación 1																	
	Aleación 2																	
	Aleación 3																	
V_{α}	Aleación 1																	
	Aleación 2				264													
	Aleación 3																	
V_{γ}	Aleación 1																	
	Aleación 2				0.71													
	Aleación 3																	

(*) El resto hasta 1 es la fracción de volumen de la bainita

(**) Para estas dos temperaturas y en la aleación 1 se han realizado deformaciones con $\dot{\epsilon} = 7s^{-1}$ (en las tres deformaciones), obteniéndose valores de tamaño de grano, dureza y fracción de volumen de la ferrita y de la perlitia similares a los de los obtenidos con las mayores velocidades de deformación aquí indicadas.

TABLA 9: Relación de las secuencias de deformación $\gamma+\alpha$ con los parámetros de grano austenítico, tamaño de grano ferrítico-perlítico, dureza de las probetas templadas (ferrítica martensítica); dureza de la microestructura ferrítico-perlítica para velocidades de enfriamiento señaladas en la figura, fracción de volumen de la ferrita y de la perlitia.

estructura final en las tres aleaciones para cada temperatura de deformación entre 725°C y 825°C, se ilustran en las figuras 51, 52, 53, y 54.

Como se ha indicado anteriormente, la temperatura de calentamiento, previa a la deformación, es la misma a la que se realiza ésta. Para los elementos dopantes utilizados, vanadio y titanio, estas temperaturas no permiten conseguir solubilizar el titanio y sólo parcialmente el vanadio, como se ha señalado en el capítulo 1.

Para poder mejorar las características de resistencia (microdureza) sería necesario elevar la temperatura de calentamiento con el fin de conseguir una mayor disolución de los precipitados de vanadio y así, en la precipitación posterior contribuir al aumento de la resistencia por precipitación. Con esta finalidad, se han ensayado probetas de torsión únicamente en la aleación 1, ya que las demás aleaciones al contener mucho mayor contenido en titanio y no solubilizarse sus compuestos intermetálicos (para los niveles de titanio y nitrógeno presentes) hasta temperaturas bastante altas (entre 1300°C y 1400°C), su respuesta a la elevación de la temperatura de calentamiento estará únicamente relacionado con el vanadio y por consiguiente, no habrá diferencias apreciables entre las tres aleaciones (a excepción de la variación en el tamaño de grano). Para las dos temperaturas de calentamiento 950°C y 1050°C ensayadas. Estas temperaturas se han elegido porque, si bien, en la primera aún se tiene una solubilización del vanadio parcial (pero alta), (figura 6), la temperatura todavía no afectará a la calidad superficial del componente de modo importante y el incremento del gasto energético no es elevado; en cambio en la segunda temperatura se supone que los compuestos de vanadio están totalmente disueltos, (figura 6), pero se espera que el deterioro superficial y el consumo energético sea mucho mayor. En la tabla 10 se recogen los parámetros medidos: microdurezas después del enfriamiento al aire, tamaño de grano ferrítico y perlítico y las fracciones de volumen de dichas fases. En ella también se han recogido los parámetros de las probetas ensayadas anteriormente (calentadas a las temperaturas de deformación), para su comparación.

Finalmente conviene recordar nuevamente, que la razón de utilizar este tipo de conformación, ("semicaliente") es el ahorro energético conseguido al disminuir la temperatura de deformación y poder conseguir una mayor precisión dimensional y una mejora en la calidad superficial que evite, en muchos casos, mecanizados posteriores, normalmente muy costosos. Además, el material así

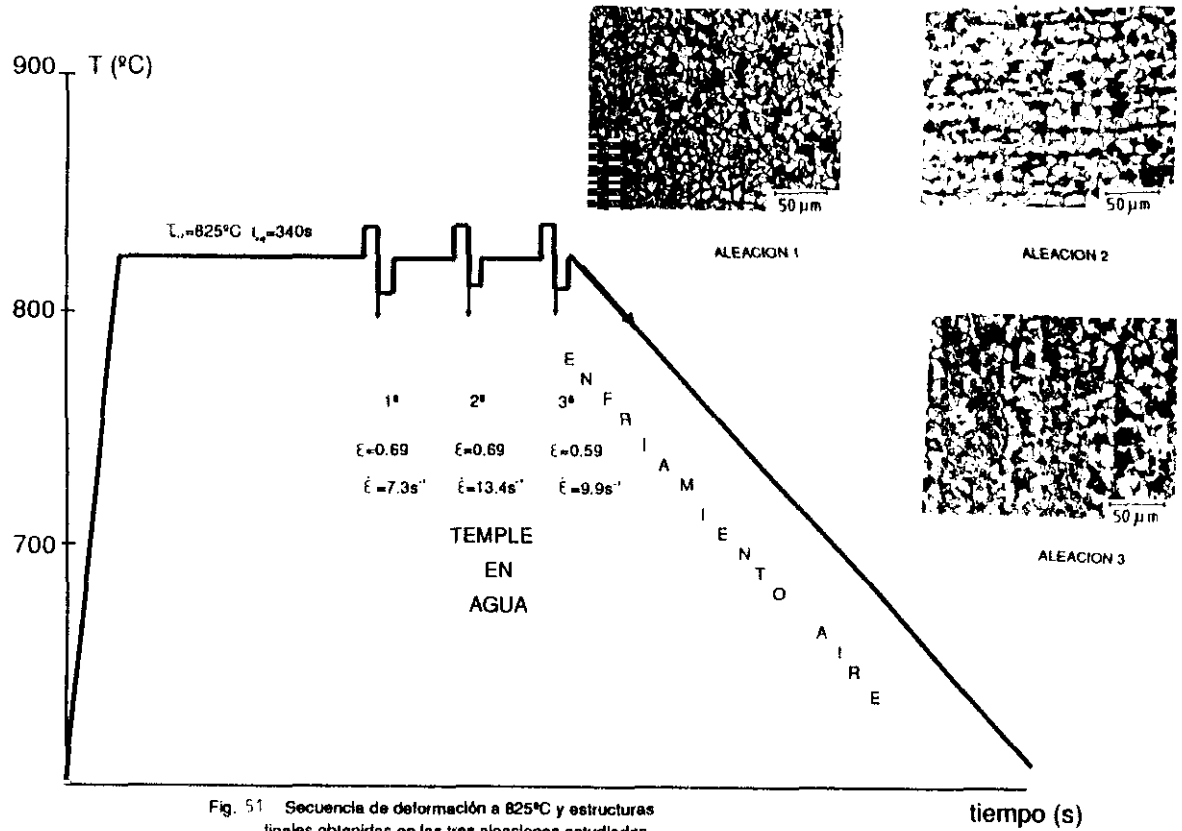


Fig. 51 Secuencia de deformación a 825°C y estructuras finales obtenidas en las tres aleaciones estudiadas.

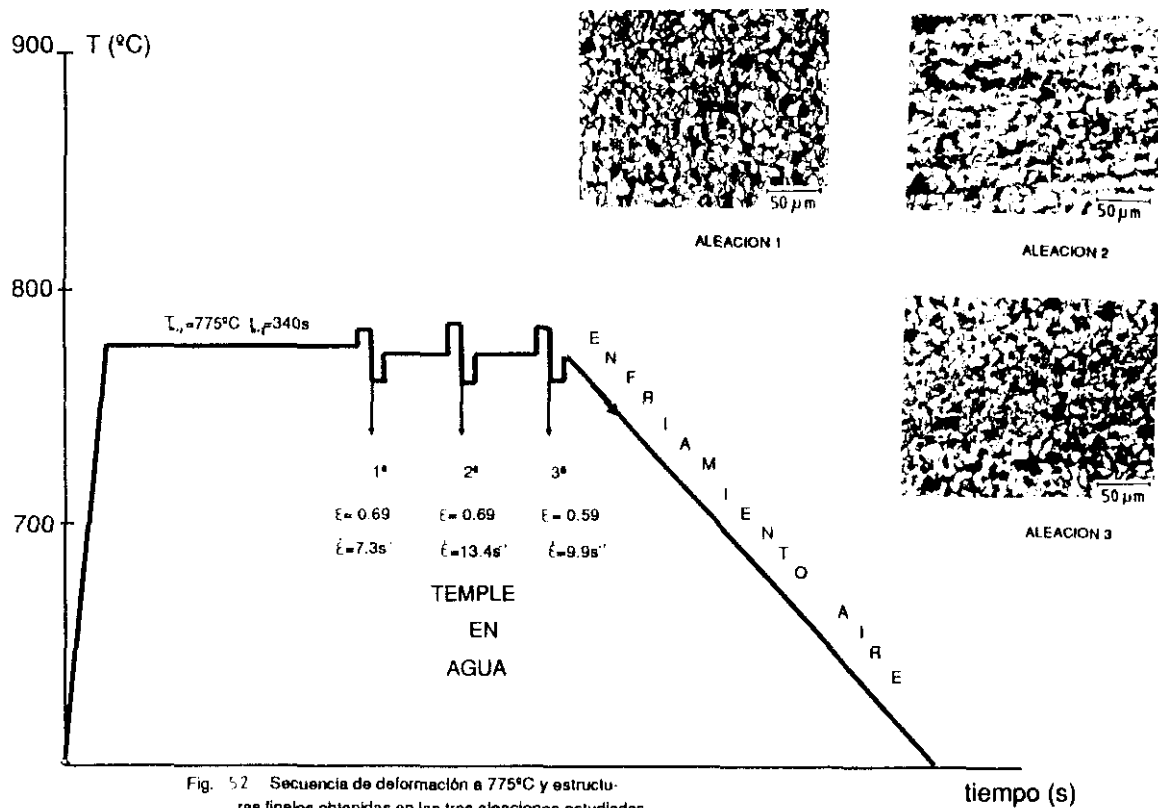


Fig. 5.2 Secuencia de deformación a 775°C y estructuras finales obtenidas en las tres aleaciones estudiadas.

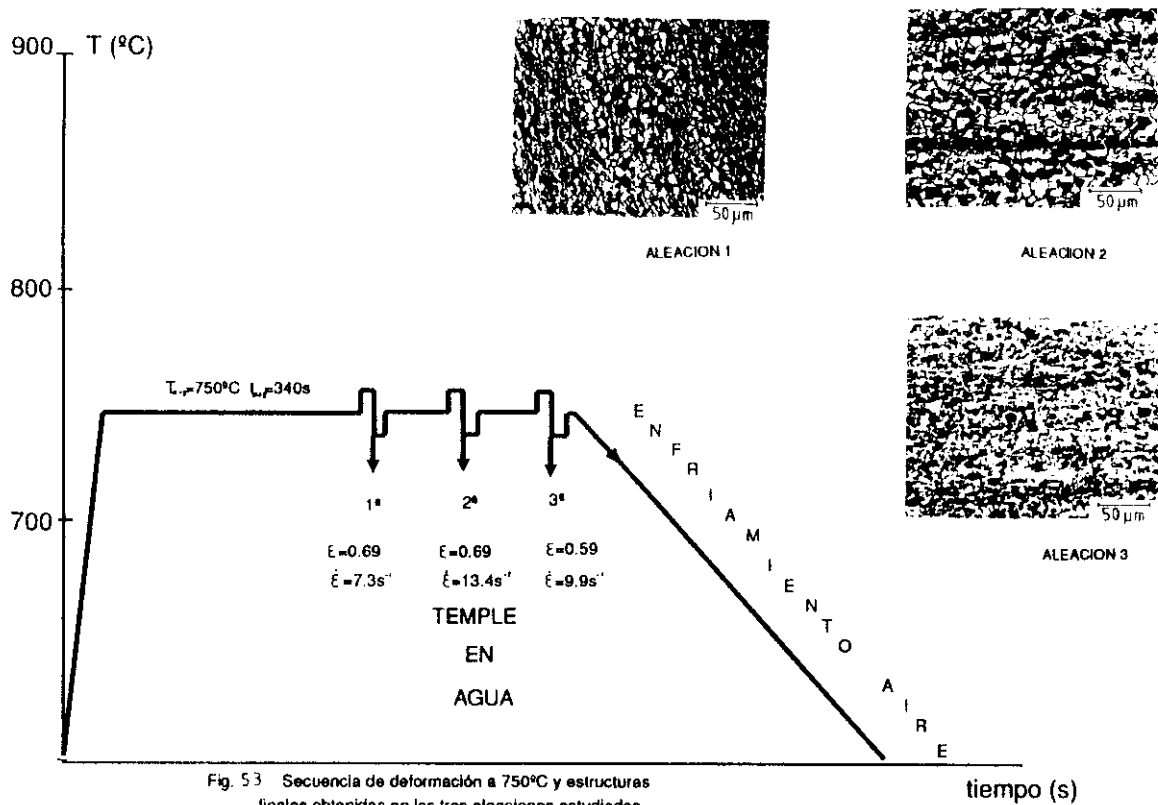


Fig. 53 Secuencia de deformación a 750°C y estructuras finales obtenidas en las tres aleaciones estudiadas.

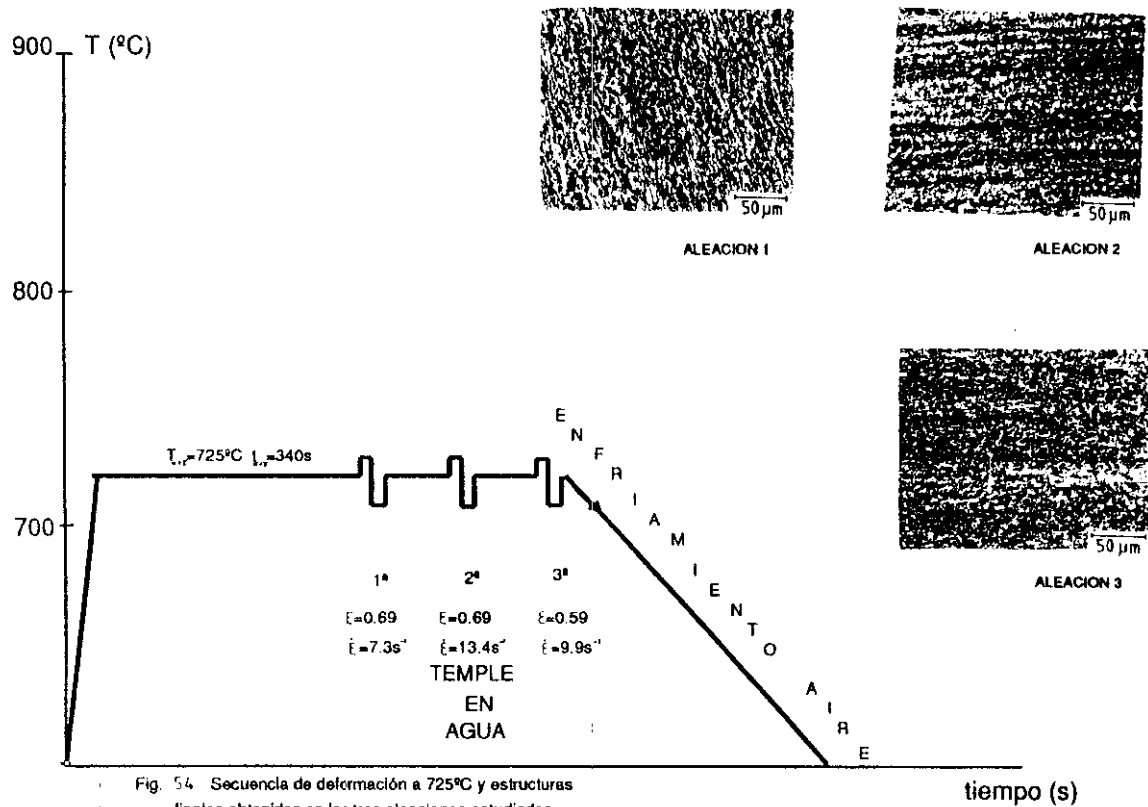


Fig. 54. Secuencia de deformación a 725°C y estructuras finales obtenidas en las tres aleaciones estudiadas.

T _a CALENTAMIENTO T _r T ₁₀₀ (°C)		750	950	1050	775	950	1050	825	950	1050
T _a DEFORMACION T _r T ₁₀₀ (°C) (*)		750	750	750	775	775	775	825	825	825
P A R A M E T R O S	HV _{α,β} (HV10)	247	246	255	235	235	248	228	229	244
	d _α (μm)	3.0	3.1	3.1	3.2	3.3	4.1	3.5	3.8	5.3
	d _β (μm)	3.2	3.4	4.9	3.7	3.9	5.3	3.9	4.9	6.2
	V _α	0.74	0.75	0.74	0.72	0.74	0.71	0.69	0.72	0.70
	V _β	0.26	0.25	0.26	0.28	0.26	0.29	0.31	0.28	0.30

Tabla 10: *Relación entre diferentes temperaturas de calentamiento (austenización o cuasianaustenización) y los diferentes parámetros: dureza de la microestructura ferrítica-perlítica a velocidades de enfriamiento señaladas en el texto, tamaños de grano ferrítico y perlítico y fracciones de volumen de los microconstituyentes, para la aleación 1 ($\epsilon_1 = 0,69$, $\dot{\epsilon}_1 = 7,3 \text{ s}^{-1}$; $\epsilon_2 = 0,69$, $\dot{\epsilon}_2 = 13,4 \text{ s}^{-1}$; $\epsilon_3 = 0,59$, $\dot{\epsilon}_3 = 9,9 \text{ s}^{-1}$).*

conformado opone mucha menor resistencia a la deformación que la realizada en frío.

3.2.8 *Influencia de la temperatura de deformación en el dominio bifásico ($\gamma+\alpha$) sobre las microestructuras finales*

Primero conviene señalar, que la transformación de fase ($\gamma+\alpha$) a $\alpha+p$ se realiza a una velocidades de enfriamiento que van de $v_c = 4,3^\circ\text{C}^{-1}$ a $3,10^\circ\text{C}^{-1}$ (entre 700°C - 600°C) para las más altas y más bajas temperaturas de deformación (tabla 5).

La variación de la microdureza y los tamaños de grano ferríticos y perlíticos con la temperatura de deformación se han recogido en la figura 55. Respecto a la microdureza, los valores muestran un aumento de ésta a medida que se deforma a más baja temperatura, siendo este aumento sensiblemente mayor para valores por debajo de 775°C . Los menores niveles de dureza corresponden a la aleación 1 y 2 y el mayor a la aleación 3, debido a que esta última contiene bainitas. En lo que concierne al tamaño de grano, indicar que es muy similar el grano ferrítico y el perlítico (se han representado en la figura 56 como si fueran iguales). El tamaño de grano ferrítico o perlítico disminuye con la temperatura y su disminución es más acusada para valores de la temperatura de deformación menores de 775°C . Los tamaños de grano más pequeños corresponden a la aleación 2, pero son muy próximos en las tres aleaciones.

La variación de las fracciones de volumen de cada fase (ferrita y perlita) se representa en la figura 56. De ella se deduce, que el contenido de ferrita ha aumentado considerablemente respecto a la que se ha deformado en la región γ . El aumento de la fracción de volumen de la perlita también aparece a medida que se aumenta la temperatura de deformación en la región $\alpha+\gamma$. Este aumento se justifica por el crecimiento del contenido de austenita a medida que se aumenta la temperatura de calentamiento y deformación. El contenido mayor de la perlita corresponde a la aleación 2 (en la figura se ha representado sólo la fracción de volumen de ferrita en la aleación 3, ya que contiene bainitas, por lo que sus valores no son comparables con el resto de aleaciones).

Finalmente, en el tratamiento termomecánico efectuado en el dominio $\gamma+\alpha$ en la aleación 1, para temperaturas de calentamiento de 1050°C y 950°C y las de deformación (750°C , 775°C y 825°C) (tabla 10), las fracciones de volumen de cada fase final, son prácticamente iguales. En cambio, los valores de tamaño de

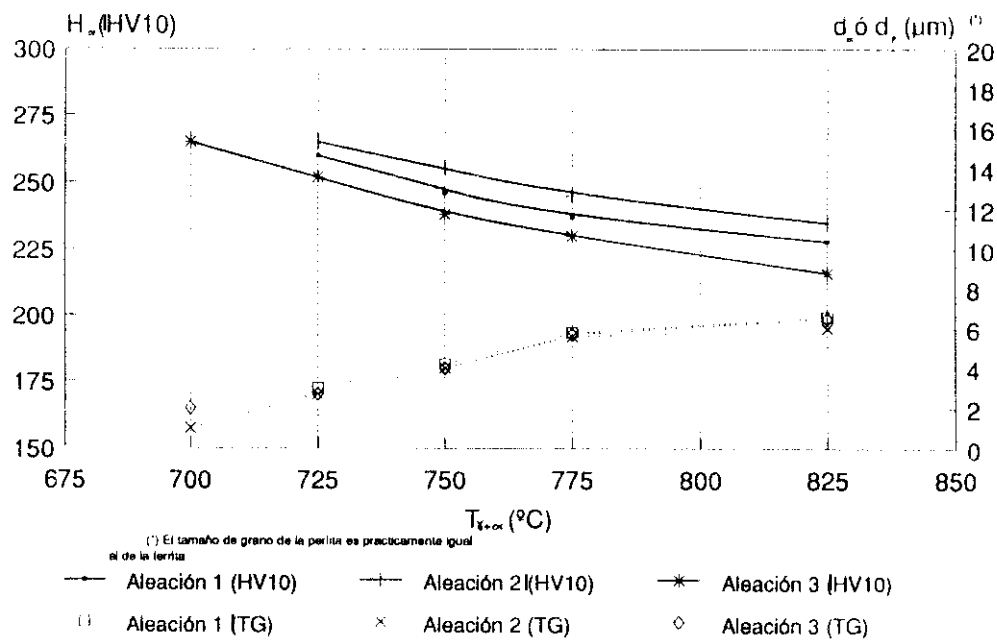


Fig.55 Variaciones del tamaño de grano y microdureza con las temperaturas finales de las deformaciones realizadas en el dominio $\beta + \alpha$

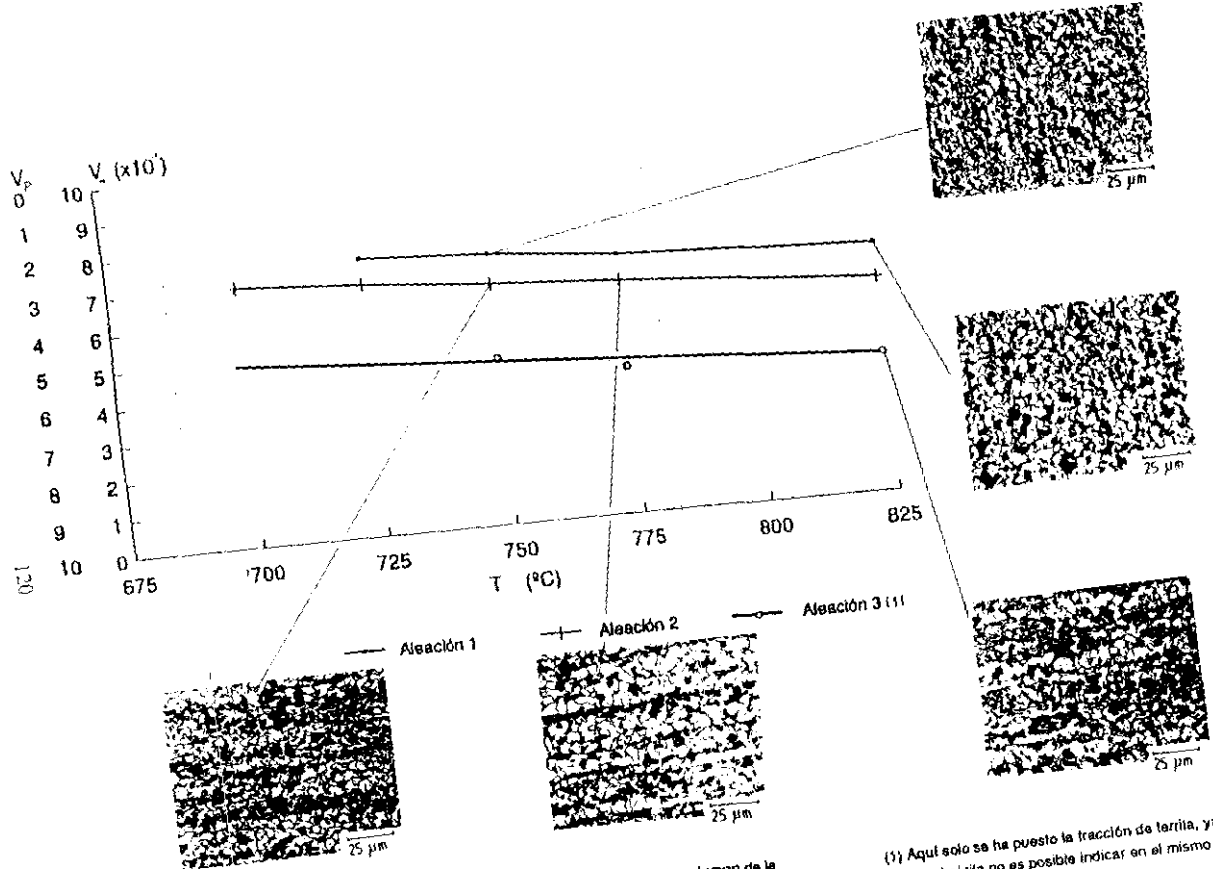


Fig. 55 Variación de la tracción de volumen de la ferrita y de la perlita con las temperaturas finales de las deformaciones realizadas en el dominio $\epsilon + \gamma$ ($\dot{\epsilon}_1 = 0.69$; $\dot{\epsilon}_2 = 7.3 \text{ s}^{-1}$; $\dot{\epsilon}_3 = 0.69$; $\dot{\epsilon}_4 = 13.4 \text{ s}^{-1}$; $\dot{\epsilon}_5 = 0.59$; $\dot{\epsilon}_6 = 9.9 \text{ s}^{-1}$)

(1) Aquí solo se ha puesto la tracción de ferrita, ya que al tener bairita no es posible indicar en el mismo gráfico la tracción de perlita.

grano (principalmente el perlítico) varían apreciablemente, aumentando a medida que se aumenta la temperatura de calentamiento y de deformación. Por último, la microdureza sólo se incrementa apreciablemente para la temperatura de calentamiento mayor y aquella aumenta a medida que se deforma a temperatura menor.

3.3 PRECIPITACION DE LOS COMPUESTOS DE VANADIO Y TITANIO

3.3.1 Naturaleza, morfología, número y distribución de los microprecipitados.

Con objeto de conocer el aumento que en el límite elástico y la resistencia produce el endurecimiento por precipitación o dispersión de las partículas, así como explicar su acción sobre el control del tamaño de grano austenítico y ferrítico-perlítico final se han preparado réplicas y láminas delgadas ("thin foils") con objeto de determinar en el microscopio electrónico de transmisión-barrido los parámetros de las partículas en cada una de las aleaciones estudiadas (La descripción del microscopio utilizado y la técnica usada en la preparación de réplicas y láminas delgadas, y en la interpretación de las figuras de difracción se encuentran recogidas en el anexo 7.4).

Se han examinado muestras de cada aleación correspondientes a las probetas de torsión deformadas en γ ("caliente") con la secuencia de temperaturas más altas ($T_\gamma = 1250^\circ\text{C}$, $T_1 = 1180^\circ\text{C}$ y $T_2 = 1125^\circ\text{C}$) y más bajas ($T_\gamma = 1100^\circ\text{C}$, $T_2 = 1080^\circ\text{C}$ y $T_2 = 1050^\circ\text{C}$) y enfriadas a las velocidades indicadas en la tabla 4. En ellas se han determinado: el número de precipitados, valores extremos y el valor medio de las distancias entre partículas (en nanómetros), la distribución por tamaños (en %) de las partículas, el tamaño medio de las partículas (en nm) y la fracción de volumen de las partículas. Los valores obtenidos se recogen en la tabla 11. En las figuras 57 se muestran las partículas observadas en algunas réplicas de cada una de las aleaciones estudiadas, con microscopía de transmisión.

La naturaleza y composiciones de los compuestos de los dopantes se han obtenido mediante microanálisis de los mismos por energía dispersiva de rayos X en el microscopio de transmisión-barrido y mediante la interpretación de las figuras de difracción de los precipitados. Estos han resultado ser de tipo TiN o $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$, junto con precipitados mixtos de $(\text{V},\text{Ti})\text{N}$ o $(\text{V},\text{Ti})(\text{C},\text{N})$ (a veces asociados a AlN , como en el caso de la aleación 2) y posiblemente VN o $\text{V}(\text{CN})$ (pero debido a reflexiones múltiples o "prohibidas" en las figuras de

MUESTRAS EXAMINADAS		Nº DE PÍELOS (1)	VALOR MEDIO DE LAS DISTANCIAS ENTRE PARTÍCULAS (nm)			PORCENTAJE DE PARTÍCULAS POR TAMAÑO Y TAMAÑO MEDIO (2)					DISTRIBUCIÓN EN VOLUMEN DE PARTÍCULAS (3)
ALFA C Nº	TEMPERATURAS INICIALES Y FINALES DEFORMACIÓN (°C)		max.	min.	media	<20 (nm)	20-40 (nm)	40-60 (nm)	>60 (nm)	d (nm)	
1	T ₁ = 1250°C T ₂ = 1125°C	50	1011	13	322	88% (100%)	10% (100%)	2% (100%)	0%	8.8	0.007
	T ₁ = 1100°C T ₂ = 1050°C	62	656	5	207	90% (100%)	8% (100%)	2% (100%)	0%	9.2	0.005
2	T ₁ = 1250°C T ₂ = 1125°C	45	1054	4	333	91% (100%)	9% (100%)	0%	0%	14.3	0.008
	T ₁ = 1100°C T ₂ = 1050°C	70	750	7	310	97% (100%)	3% (100%)	0%	0%	9.2	0.002
3	T ₁ = 1250°C T ₂ = 1125°C	2 (*)	270	200	240	0%	0%	50% (100%)	50% (100%)	65	0.009
		40 (**)	830	10	320	85% (100%)	15% (100%)	0%	0%	10.5	0.006
	T ₁ = 1100°C T ₂ = 1050°C	4 (*)	320	320	320	0%	0%	50% (100%)	50% (100%)	45	0.011
		56 (**)	630	14	380	84% (100%)	16% (100%)	0%	0%	9.3	0.004

(*) Corresponde a la zona segregada en titanio y con inclusiones no metálicas

(**) Corresponde a la zona no segregada.

(1) Los precipitados están formando (Ti,V)N, TiN y VN (o sus carbonituros)

Tabla 11. Valores de la granulometría de los microprecipitados (Ti,V)N y TiN obtenidos mediante metalografía cuantitativa sobre micrografías de STEM obtenidas de réplicas.

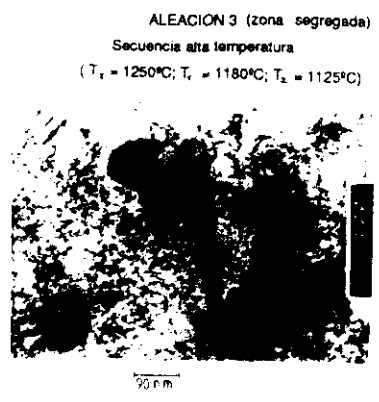
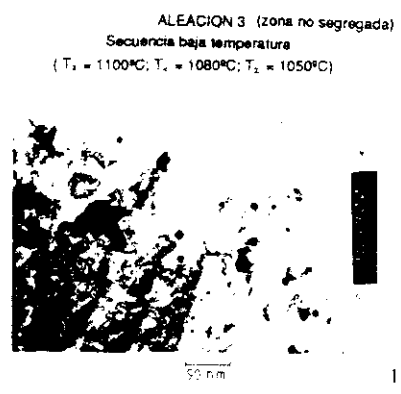
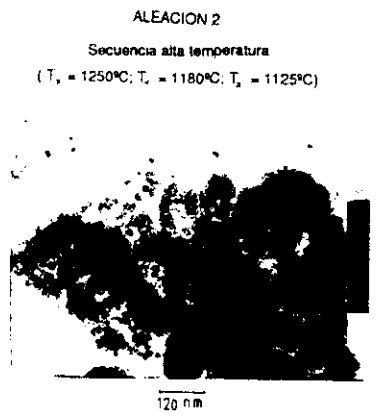
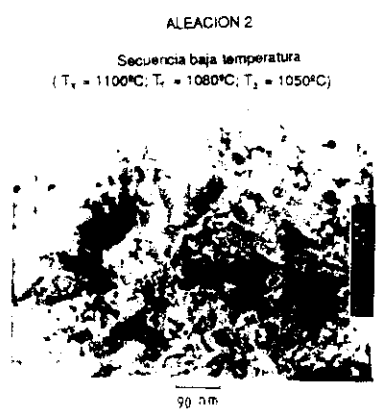
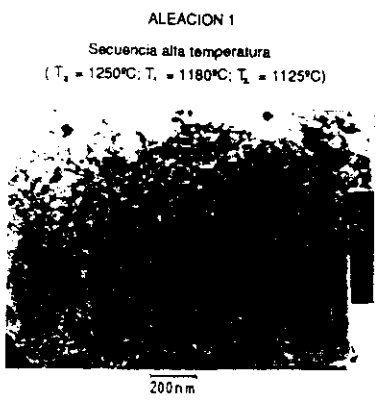
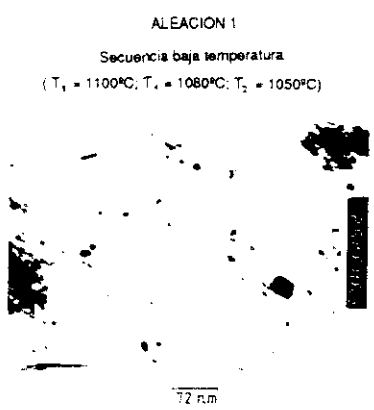


Fig. 57
 Tamaño, número y distribución de precipitados

difracción no se ha podido confirmart) en concordancia con lo obtenido por otros autores ^(25,41,119). La figuras 58 muestra los espectros de energía dispersiva de rayos X de los precipitados de (V, Ti) obtenidos en las tres aleaciones con menor temperatura de deformación. Las figuras 59 y 60 señalan las figuras de difracción obtenidas sobre los precipitados observados en la aleación 1 y cuya interpretación se encuentra en el anexo 7.4.3 (en los precipitados de las aleaciones 2 y 3 se han obtenido figuras de difracción similares).

3.3.2 Acción de los precipitados en el control del grano austenítico y en el endurecimiento por precipitación de las tres aleaciones estudiadas.

En la figura 20 del apartado 3.2.1 se puso de manifiesto las diferencias en la evolución del tamaño de grano de cada aleación. La aleación 2 era la que mayor control ejercía sobre el tamaño de grano, teniendo su temperatura de engrosamiento de grano (T.G.C.) (temperatura a la que aparecen granos de muy diferente tamaño) en el entorno de los 1200°C. Esto es debido principalmente, a que la naturaleza de los precipitados encontrados en esta aleación están formados, fundamentalmente, por TiN o Ti(C,N) y (V,Ti)N o (V,Ti)(C,N) y con tamaños medios en el entorno de los 10 nm., similares a los encontrados por otros autores ^(15,16). La menor T.G.C corresponde a la aleación 1 y aunque el tamaño medio de las partículas es adecuado, no así su naturaleza ya que contiene muy pocos precipitados de titanio y vanadio-titanio, y está mayoritariamente compuesto de VN o V(C,N), que como ya ha sido indicado en el capítulo I (figuras 4 y 6) tiene una solubilidad muy baja para los niveles de nitrógeno contenidos en estas aleaciones y precipitan mayoritariamente en la ferrita-perlita y no en la austenita. Inicialmente, la justificación del por qué la aleación 3 tiene un nivel relativamente bajo de la T.G.C. es obvia, ya que los precipitados de TiN o Ti(C,N) son groseros y se encuentran segregados formando bandas asociadas a inclusiones no metálicas. Estos precipitados gruesos sobrepasan el tamaño crítico definido por la ecuación de Gladman ⁽²⁴⁾, por lo que no ejercen ninguna labor de anclaje del borde de grano (estos precipitados son visibles en el microscopio óptico). En las zonas no segregadas los tamaños de las partículas son similares a las de la aleación 2, si bien con mayor proporción de partículas de VN o V(C,N), siendo estas zonas las que influyen en que esta aleación tenga una mayor T.G.C. que la aleación 1. La contribución de estos microprecipitados, junto con una deformación a la temperatura más baja posible, produce el menor tamaño de grano recristalizado después de la deformación, con lo que se consigue elevar tanto las características de resistencia y límite elástico como de tenacidad (ver punto 4.2).

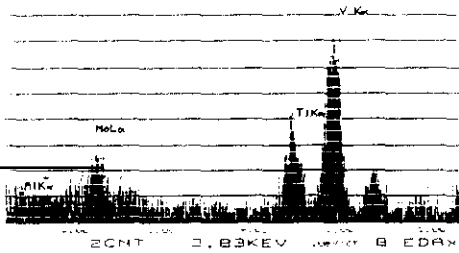
28-MAY-80 11:13:10 ID CONT= READY
 RATE= 100000 TIME= 1000SEC
 PE= 0.001000000000000000
 0.000000 0.110000 ALEACION 2

A)



29-MAY-80 11:13:10 ID CONT= READY
 RATE= 100000 TIME= 1000SEC
 PE= 0.001000000000000000
 0.000000 ALEACION 2

B)



29-MAY-80 11:13:10 ID CONT= READY
 RATE= 100000 TIME= 1000SEC
 PE= 0.001000000000000000
 0.000000 ALEACION 2

C)

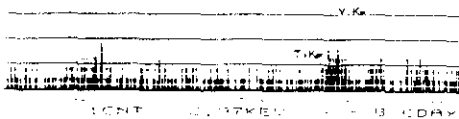
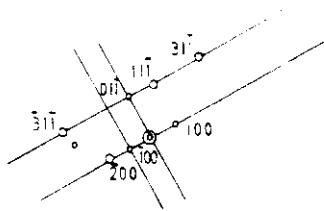


Fig.58 Espectros obtenidos mediante energía dispersiva de rayos X.



Eje de Zona (011)

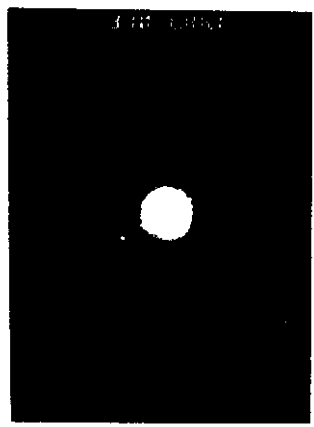


Fig.59 Figuras de difracción del Carbonitruro de Titanio (Aleación 1)

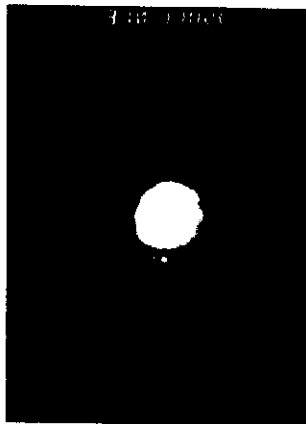
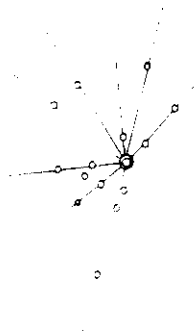


Fig.60 Figuras de difracción del Carbontruro de Vanadio (Aleación 1)

En relación con el endurecimiento por precipitación, hay que señalar que el mayor endurecimiento deberá corresponder a la aleación 1, dada la naturaleza de los precipitados (mayoritariamente VN o V(C,N)), como se comprueba en el cálculo que se realizará posteriormente del incremento de la resistencia y límite elástico a través de la ecuación (13) de Orowan⁽⁴⁷⁾ y Ashby⁽⁴⁸⁾ (tabla 13 punto 4.2). Se produce un aumento del endurecimiento por precipitación relativamente mayor cuando la temperatura de austenización, previa a la deformación, también es mayor, tal como cabría esperar al conseguir una más completa solubilización de los compuestos intermetálicos de vanadio y debido a que todo el contenido del mismo participa en este aumento.

En cambio en la aleación 2, la contribución del endurecimiento por precipitación es bastante más pequeño, debido a que las partículas son mayoritariamente TiN o Ti(C,N) y (V,Ti)N o (V,Ti)(C,N) y como consecuencia queda poco vanadio y nitrógeno para que precipiten los VN o V(C,N) en la ferrita, que son los compuestos que contribuyen al endurecimiento por precipitación en este tipo de aleaciones como ya ha sido comentado. Sin embargo en esta aleación 2 no se ha encontrado una diferencia significativa en el valor del endurecimiento entre las dos temperaturas de austenización, debido a la insolubilidad de los compuestos de titanio a estas temperaturas.

La aleación 3 se comporta de modo diferente dependiendo de si la zona a estudiar esté o no segregada. En la primera zona, la contribución es muy pequeña ya que hay pocas partículas, en cambio en la segunda, la contribución de las partículas al endurecimiento ya se sitúa en un valor cercano al de la aleación 1, lo que está justificado, porque esta aleación 3 además de por la naturaleza de los precipitados encontrados, tiene una cantidad mayor de vanadio que el resto de las aleaciones, aunque esto no se ha podido comprobar realmente ya que, en estas zonas segregadas, existe una microestructura bainítica y su dureza es mayor que la de la matriz ferrítico-perlita existente en las otras dos aleaciones.

3.4 VALORES E INFLUENCIA DEL CONSTITUYENTE BIFÁSICO LAMINAR PERLÍTICO EN LAS ALEACIONES MICROALEADAS CON V Y TI

3.4.1 Valores de los parámetros del microconstituyente bifásico laminar (perlita)

Como ya se ha comentado en el capítulo 1, la influencia que la fase perlítica ejerce sobre la variación de la resistencia y el límite elástico (aunque perjudica

el valor de la tenacidad) está relacionada con la variación de la fracción de volumen de dicha fase presente en la aleación y con el valor de la distancia interlaminar (s) del microconstituyente bifásico ⁽⁶⁰⁾.

En lo que respecta al valor de la tenacidad de este tipo de aleaciones ferrítico-perfíticas, éste está relacionado con la distancia interlaminar de la perlita (s) y con el espesor de la lámina de cementita (t). De ahí la importancia de conocer los valores de estos dos parámetros s y t .

Sobre las mismas muestras, de donde se extrajeron las réplicas para el estudio de los precipitados, se prepararon láminas delgadas al objeto de obtener los valores de los parámetros s y t de la perlita.

En la tabla 12 se recogen los valores obtenidos sobre muestras de las tres aleaciones de las secuencias de conformación a temperatura más alta y más baja. Las figura 61 muestra las perlitas de algunas secuencias de las tres aleaciones observadas en el microscopio de transmisión.

De los valores obtenidos se deduce que la distancia interlaminar (s) es menor a medida que se disminuye la temperatura de deformación. Su explicación se encuentra en que cuanto menor es la temperatura final de deformación mayor es la velocidad de enfriamiento durante la transformación ($\gamma \rightarrow \alpha + p$), produciéndose un descenso en la temperatura de transformación Ar_3 ⁽¹⁷⁰⁾, con lo que disminuye s ⁽⁶³⁾. Igualmente ocurre con el espesor de la lámina de cementita (t) que decrece con la disminución de la temperatura de deformación o con el aumento de la velocidad de enfriamiento, ya que ello da lugar a una reducción de la difusión del carbono ⁽⁶³⁾ y también este parámetro está controlado por la temperatura de transformación Ar_3 ⁽¹²⁰⁾.

Una distancia interlaminar (s) menor significa un incremento de la resistencia y del límite elástico. En cambio la tenacidad al impacto decrecerá cuando menor sea s y mayor el espesor de la lámina de cementita (t) ⁽⁶²⁾⁽⁵³⁾ (ver punto 4.2).

3.4.2 Variación de la fracción de volumen de la perlita con la temperatura final de deformación.

Dada la aportación de la fracción del volumen de la perlita al incremento de la resistencia y límite elástico y a la reducción de la tenacidad por impacto

MUESTRAS EXAMINADAS		DISTANCIA INTERLAMINAR (nm)	$S^{-1/2}$ ($\text{nm}^{-1/2}$)	ESPESOR DE LA LAMINA DE CEMENTITA (t) (nm)
Aleación N	TEMPERATURAS DE DEFORMACION (°C)			
1	$T_f = 1250^\circ\text{C}; T_1 = 1180^\circ\text{C}; T_2 = 1125^\circ\text{C}$	147	82	23
	$T_f = 1100^\circ\text{C}; T_1 = 1080^\circ\text{C}; T_2 = 1050^\circ\text{C}$	128	88	11
2	$T_f = 1250^\circ\text{C}; T_1 = 1180^\circ\text{C}; T_2 = 1125^\circ\text{C}$	198	70	46
	$T_f = 1100^\circ\text{C}; T_1 = 1080^\circ\text{C}; T_2 = 1050^\circ\text{C}$	121	91	19
3	$T_f = 1250^\circ\text{C}; T_1 = 1180^\circ\text{C}; T_2 = 1125^\circ\text{C}$	143	85	18
	$T_f = 1100^\circ\text{C}; T_1 = 1080^\circ\text{C}; T_2 = 1050^\circ\text{C}$	133	88	17

Tabla 12: *Parámetros del microconstituyente bifásico laminar (perlita) obtenidos en las imágenes de las muestras obtenidas en el SEM sobre láminas delgadas ("thin foils").*



350 nm

ALEACION 1

Secuencia alta temperatura

($T_f = 1250^\circ\text{C}$; $T_r = 1180^\circ\text{C}$; $T_s = 1125^\circ\text{C}$)



350 nm

ALEACION 1

Secuencia baja temperatura

($T_f = 1100^\circ\text{C}$; $T_r = 1080^\circ\text{C}$; $T_s = 1050^\circ\text{C}$)



256 nm

ALEACION 2

Secuencia baja temperatura

($T_f = 1100^\circ\text{C}$; $T_r = 1080^\circ\text{C}$; $T_s = 1050^\circ\text{C}$)



222 nm

ALEACION 3

Secuencia baja temperatura

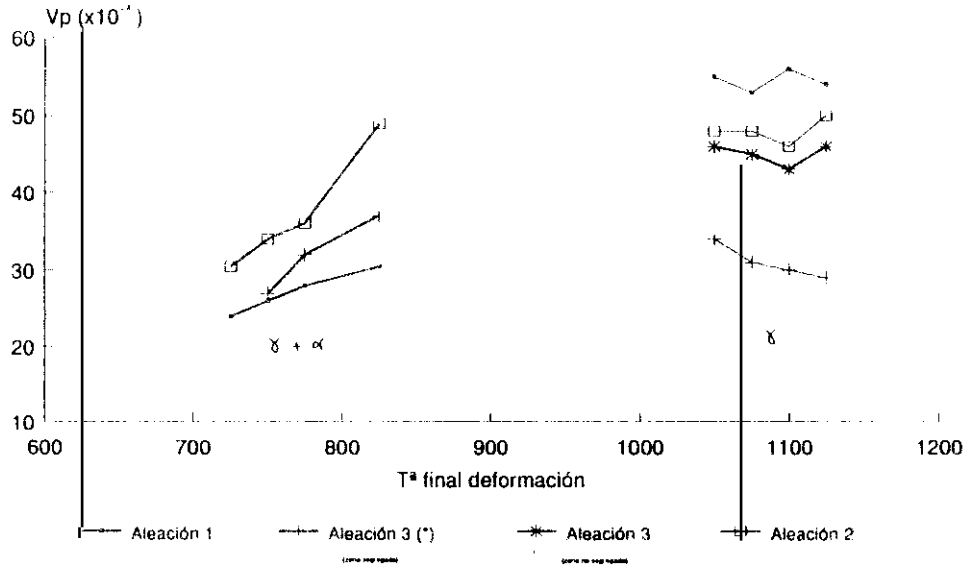
($T_f = 1100^\circ\text{C}$; $T_r = 1080^\circ\text{C}$; $T_s = 1050^\circ\text{C}$)

Fig.61 Constituyente bifásico laminar perlítico en diferentes secuencias de deformación y en las tres aleaciones

(como ya se comentó en el capítulo 1), se ha recogido en la figura 62 tanto la variación de dicha fracción con la temperatura final de conformación en γ ("caliente") como en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente"), en cada una de las aleaciones. (En la aleación 3 se ha indicado la zona segregada y la no segregada).

De la observación de dicha figura 62 puede deducirse que no existe gran variación del contenido de la perlita para las cuatro temperaturas finales de deformación en γ ("caliente") y que el mayor contenido de dicha fase corresponde a la aleación 1. Esto se debe a que dicha aleación tiene el mayor tamaño de grano perlítico, mientras que las aleaciones 2 y 3 los tienen menores y muy similares, al igual que lo son sus fracciones de volumen. De todos modos es un parámetro con bastante dispersión, como ya ha sido indicado por otros autores ⁽⁶³⁾.

En lo que respecta a la conformación en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") existe una clara relación de la fracción de volumen de la perlita con la temperatura de deformación (que coincide con la de calentamiento), aumentando ésta a medida que se deforma a más alta temperatura. La relación obtenida también depende de la temperatura de calentamiento, ya que a medida que se eleva la temperatura mayor será la cantidad de perlita y ferrita que se transforma en austenita para posteriormente volver a transformarse en ferrita y perlita durante el enfriamiento.



(*) La aleación 3 también contiene bainita.

Fig. 62 Variación de la fracción de volumen del microconstituyente bifásico laminar (perilita) con la temperatura final de deformación tanto en el dominio δ como en el $\delta + \alpha$ sobre las probetas de torsión.

4.- DISCUSION DE LOS RESULTADOS

4.1 ACCION DEL CONTENIDO DE TITANIO EN LAS PROPIEDADES DE ESTAS ALEACIONES DOPADAS CON VANADIO Y TITANIO

4.1.1 Relación del titanio con las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos (Diagramas CCT).

En las transformaciones de inequilibrio por ciclos anisotérmicos de las tres aleaciones estudiadas y cuyos resultados se han mostrado en el punto 3.1 y que están representados en las figuras 17, 18 y 19, se evidencia la existencia de un desplazamiento de los diagramas de enfriamiento continuo (CCT) hacia tiempos mayores a medida que aumenta el porcentaje de titanio, como ya habían puesto de manifiesto otros autores ^(82, 117, 119, 120). Sin embargo, para porcentajes de titanio menores de 0,020% en peso, el efecto del V, Ti (para los relativamente bajos niveles de nitrógeno de la aleación 2) no produce un incremento apreciable de la templabilidad como se puede apreciar en la curva CCT de la aleación 2. La razón hay que buscarla en la reducción de la cantidad de carbono y aleantes en la solución debido a un exceso en la cantidad de precipitados del tipo carburo o carbonitruro presentes en la aleación ⁽⁶⁴⁾

En lo que respecta a la dureza, debemos señalar que a partir de contenidos de titanio de 0,020% en peso, se produce un aumento de la misma con el aumento de dicho elemento (a velocidades de enfriamiento en el entorno de 2°Cs^{-1}) debido a la formación de bainitas y al endurecimiento que producen los precipitados de vanadio de tipo VN o V(C,N). Cuando el titanio se sitúa por debajo de dicho porcentaje no se produce un endurecimiento por precipitación apreciable. Esto se debe, como ya se ha indicado, a la formación de (Ti,V)N que facilitan la nucleación de VN en la austenita, con lo que se disminuye el contenido de vanadio que queda para poder precipitar en la ferrita-perlita y así endurecería ⁽¹¹⁹⁾. Relativos bajos niveles de nitrógeno presentes en el material (como en el caso de la aleación 2) no favorece la formación de precipitados de VN endurecedores y, por consiguiente, la contribución a la dureza final por precipitación será menor ⁽²³⁾.

La mayor dureza de la aleación 3 está relacionada con el aumento de templabilidad que produce el titanio junto con el vanadio ^(119,121) y que ha dado lugar a la aparición de bainitas para la misma velocidad de enfriamiento que en las aleaciones 1 y 2 se obtenía ferrita-perlita.

4.1.2 Relación del contenido de titanio con el tamaño de grano en el calentamiento

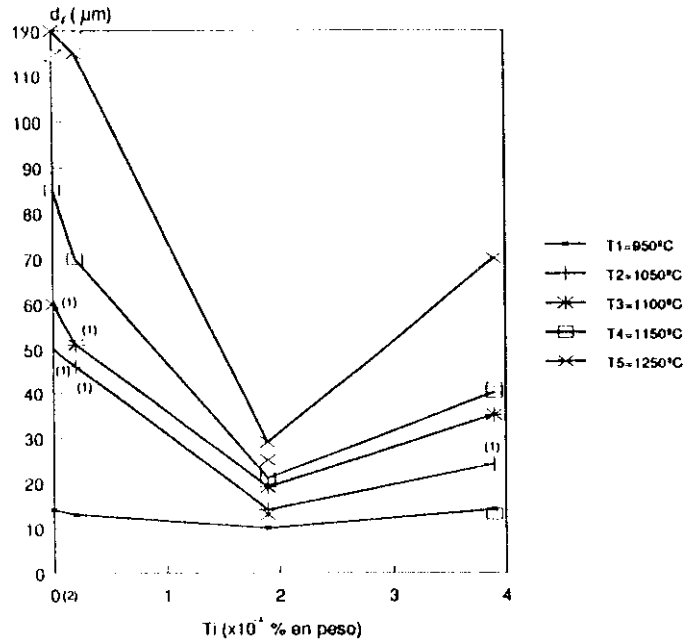
La influencia que el contenido de Ti ejerce sobre los tamaños de grano, a diferentes temperaturas de calentamiento se encuentra resumida en la figura 63. En ella, también se han indicado los valores de los diferentes tamaño de grano obtenidos en una aleación sin elementos microaleantes (38 C 2, tabla 1). Es obvio señalar que la influencia del contenido de titanio sobre el tamaño de grano es menor a medida que disminuye la temperatura. El tamaño de grano decrece a medida que aumenta el contenido de Ti y pasa por un mínimo para porcentajes en peso entre 0,010%-0,020%, para después aumentar para mayores cantidades de dicho elemento, en concordancia con los resultados obtenidos por otros autores ⁽²⁹⁾.

La acción que los precipitados de vanadio y titanio ejercen sobre el crecimiento de grano en el dominio austénico, tanto durante el calentamiento como durante la recristalización, ha sido ampliamente explicado en el capítulo 1. No obstante, conviene resaltar que la acción de control sobre el crecimiento de grano más importante la realizan las partículas finas de TiN, precipitadas a altas temperaturas de austenización (previa a la deformación). Para que esto ocurra, las cantidades de este elemento que deben añadirse a la aleación, se sitúan en las cantidades, en porcentaje en peso, de 0,010%-0,020% ⁽⁴⁹⁾. Si la cantidad de Ti que se añade está por encima de esos niveles, su sobresaturación producirá partículas demasiado grandes para que actúen como puntos de retención de la frontera de grano en su avance. Los datos obtenidos en este trabajo confirma los resultados de Speich y coi. ⁽¹¹⁵⁾ que señalaban que la acción de control sobre el crecimiento de grano del titanio llega hasta temperaturas mayores de 1200°C.

4.1.3 Relación del contenido de titanio con la ductilidad

a) En la fase austenítica(y)

La disminución de la ductilidad encontrada en la fase austenítica en las aleaciones 2 y 3 se encuentra relacionada con el proceso de fabricación de dichas aleaciones. Como se ha comentado en el capítulo 2 (punto 2.1), éstas fueron fabricadas con protección de argón, pero su colada se efectuó al aire y con ayuda de una artesa de material refractario. Como consecuencia, se elevó su contenido en oxígeno y, con ello, el número de inclusiones no metálicas presentes. Varios autores ^(31, 76) han señalado que el aumento del nivel de inclusiones en las aleaciones férreas perjudican seriamente la ductilidad. La



(1) Son valores de tamaño de grano medios.

(2) La aleación con Ti=0% utilizada ha sido 38C2

Fig. 63 Variación del tamaño de grano austenítico para distintas temperaturas de austenización en función del porcentaje en peso de titanio presente.

ligera disminución de ésta en la aleación 3 frente a la 2, puede ser achacable a la existencia de partículas gruesas de nitruro de titanio.

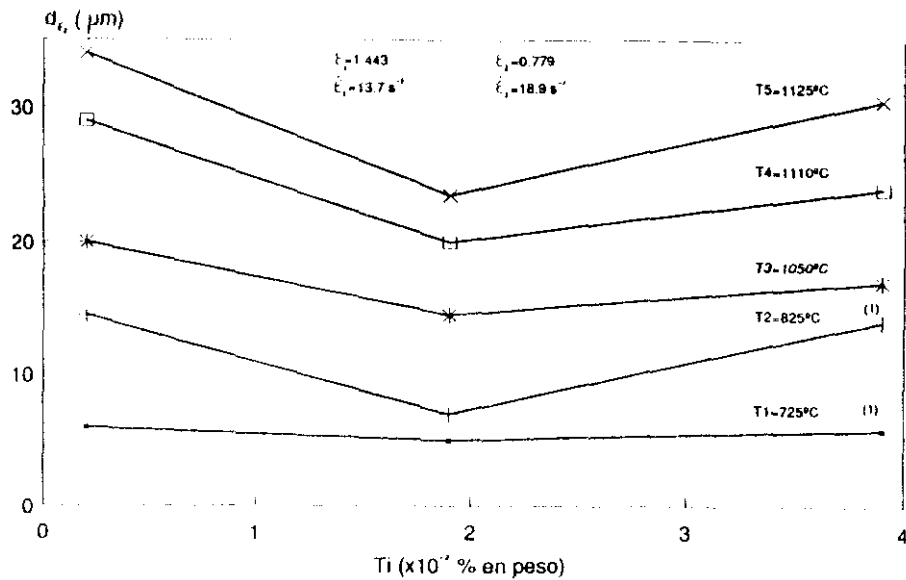
El aumento de la ductilidad con la velocidad de deformación encontrado está relacionado con fenómenos de difusión de las impurezas de la aleación en el curso de la deformación ⁽⁸³⁾. A medida que la velocidad es menor, será más fácil que éstas difundan y, por tanto, favorecerán la formación de agrietamientos y defectos o podrán migrar a microfases segregadas que fundan a temperatura más baja. Consecuentemente, se producirá primero la descohesión interna del material y después su rotura a temperaturas menores que su punto de fusión. También tiene cierta influencia el calentamiento adiabático adicional que genera un incremento en la velocidad de deformación.

b) En la zona bifásica austenítica-ferrítica ($\gamma+\alpha$)

La disminución de la ductilidad en esta zona bifásica de las aleaciones 2 y 3 también se debe al proceso de fabricación de dichas aleaciones y la explicación es la misma que la expuesta en el apartado a). El aumento de la ductilidad experimentado en el dominio bifásico, en el intervalo de 750°C a 775/800°C (que a su vez aumenta cuando lo hace la velocidad de deformación), también fué observado por Bernard y col. ⁽¹²³⁾, que mostraron la existencia de una zona de restauración transitoria que conduce a un aumento de la ductilidad a temperaturas menores de 770°C, (temperatura en el entorno de Ar_3 , inicio de la formación de la ferrita desde una única fase austenítica). Bernard y col. ⁽¹²³⁾ justificaron este hecho señalando que la evolución de fases existentes en la estructura $\gamma+\alpha$, conducen a una plasticidad transitoria dependiente de dicha relación de fases, que es la que provoca el aumento sensible de la ductilidad del material.

4.1.4 Relación del contenido de titanio con el tamaño de grano austenítico después de la deformación

En la figura 64 se encuentra recogida la variación con el contenido de titanio del tamaño de grano austenítico obtenido después de la última deformación del proceso de conformación, para diferentes temperaturas de deformación tanto en γ ("caliente") como en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente"). Los menores valores de tamaño de grano austenítico corresponden a cantidades de titanio entre 0,015% y 0,020% en peso. Esta diferencia es más acusada a medida que aumenta la temperatura de conformación, de forma similar a como ocurría



(1) Calentamiento inicial a la misma temperatura que la de deformación.

Fig. 64 Relación entre el contenido de Titanio y el tamaño de grano austenítico obtenidos después de las deformaciones (probetas de torsión) efectuadas a las diferentes temperaturas finales de deformación.

con la evolución del tamaño de grano austenítico en el calentamiento (figura 20).

Los valores del tamaño de grano austenítico son prácticamente iguales, cualquiera que sea la cantidad de titanio, para conformaciones por debajo de 725°C. Si bien, aquí la temperatura de calentamiento ha sido la misma que la de deformación y la austenización ha sido parcial).

4.1.5 Relación del contenido de titanio con el tamaño de grano ferrítico-perlítico final

Dado que, en lo que respecta al contenido de titanio, el tamaño de grano ferrítico y el perlítico tienen un comportamiento idéntico, aunque con tamaños muy diferentes, se ha recogido únicamente la variación del contenido de titanio con el tamaño de grano ferrítico para varias temperatura finales de deformación (figura 65). Hay que señalar, que para niveles de titanio, entre 0.010% y 0.040% en peso, puede considerarse que éste promueve un tamaño de grano fino. Si bien, para valores mayores de 0.020% en peso hay formación de bainita.

Lo que si es evidente es que a temperaturas de deformación en la parte baja de la región γ y en la zona ($\gamma+\alpha$) los tamaños de grano obtenidos (además de prácticamente iguales los ferríticos y perlíticos) son muy próximos, independientemente del contenido de titanio presente. Las únicas diferencias que se han encontrado en la región bifásica no están relacionadas con el contenido de titanio, sino con la temperatura de calentamiento previo a la deformación, aumentando el tamaño de grano a medida que se eleva esta temperatura de calentamiento, que coincide con la deformación.

4.1.6 Relación del contenido de titanio con la microestructura (fracción de volumen de las fases)

La variación de las fracciones de volumen de la fase ferrítica y perlítica con el contenido de titanio se encuentra recogido en la figura 66 para distintas temperaturas finales de deformación, tanto en el dominio γ ("caliente") y $\gamma+\alpha$ ("semicaliente").

Se aprecia una cierta disminución de la fracción de volumen de la perlita cuando se aumenta la cantidad de titanio para temperaturas altas de deformación. Si bien, a bajas temperaturas aparece un ligero aumento, debido a que a

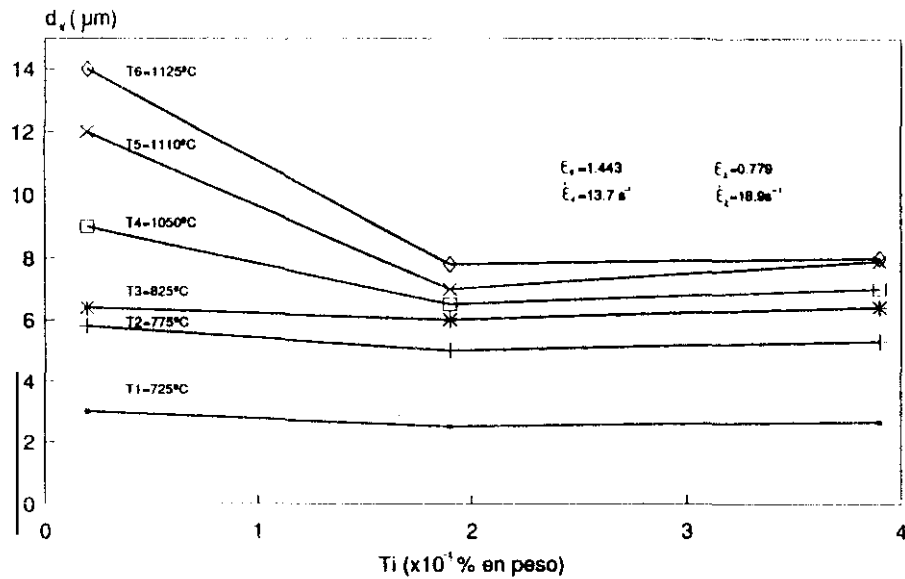
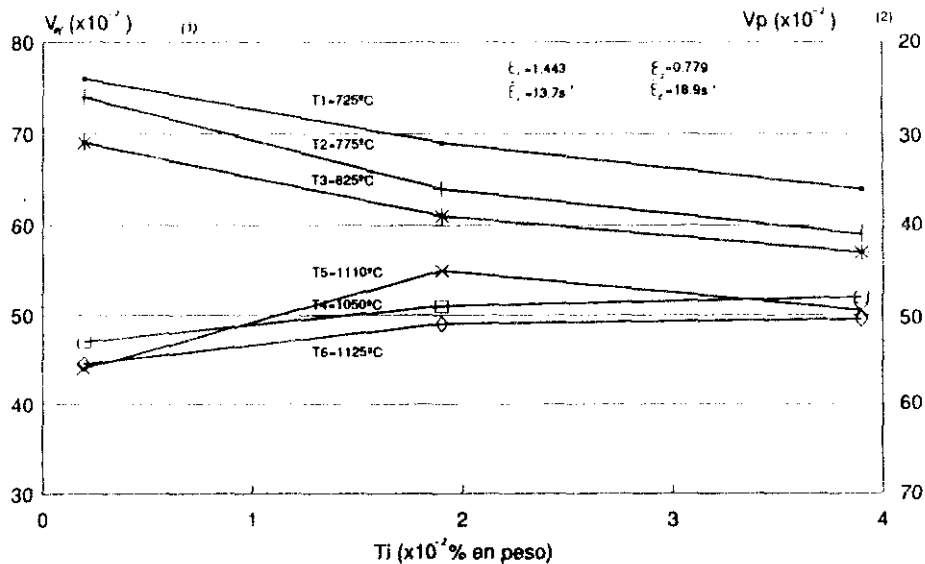


Fig. 65 Relación del contenido de titanio presente y el tamaño de grano ferrítico (probetas de torsión) obtenido después de efectuar el proceso de deformación a las temperaturas finales indicadas.



(1) Para $Ti=0.039$ % la aleación contiene bainita segregada
 (2) La fracción de ferrita indicada para el porcentaje de Titanio anterior corresponde a la zona no segregada de bainitas.

Fig. 66 Relación entre el contenido de titanio y la fracción de volumen de microconstituyentes (ferrita V_f y perlita V_p) en las probetas de torsión para las diferentes temperaturas finales de deformación.

medida que se deforma en "semicaliente" a mayores temperaturas, el contenido de austenita, previa a la deformación, será mayor con lo que se obtendrá más perlita en curso de la transformación. De aquí podría afirmarse que no puede establecerse una relación clara entre estos dos parámetros. Además para el contenido de titanio de 0,039% en peso, aparece cierta fracción de volumen de bainitas, lo que dificulta el poder obtener una conclusión clara de las relaciones entre la fracción de volumen de las fases presentes y el contenido de titanio.

4.1.7 Relación del contenido de titanio con la microdureza final

La variación de la microdureza de la estructura final con el contenido de titanio se muestra en la figura 67, para diferentes temperaturas finales de deformación tanto en la región austenítica (γ) ("caliente") como en la bifásica ($\gamma+\alpha$) ("semicaliente").

En esta figura se pone de manifiesto una disminución de la dureza hasta valores de titanio en el entorno de 0,020% en peso, para posteriormente elevarse para contenidos mayores.

La variación de las microdurezas, a las diferentes temperaturas que se efectúan las deformaciones en el dominio γ ("caliente") (con calentamiento previo a alta temperatura), pueden considerarse mínimas. Sin embargo, en las temperaturas correspondientes a la deformación en la región $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") (con calentamiento a la misma temperatura que se realiza la deformación), aparece una variación positiva e importante de la dureza a medida que disminuye la temperatura de deformación. De ello se deduce, que se podrá controlar la dureza a obtener sin más que variar la temperatura de deformación (siempre que la prensa de conformar tenga la potencia adecuada).

La explicación del porqué aparece una disminución de la dureza para valores de titanio en el entorno de 0,020% en peso ya ha sido recogida en el punto 4.1.1 de este capítulo y se explica si tenemos en cuenta la disminución de precipitados de VN o V(C,N) endurecedores.

La elevación de la dureza para valores de titanio mayores también fué justificada en el punto 4.1.1 y está asociada a la aparición de bainitas.

La poca variación de la microdureza de la conformación en γ ("caliente") se debe a que puede compensarse el incremento de dureza que produce un

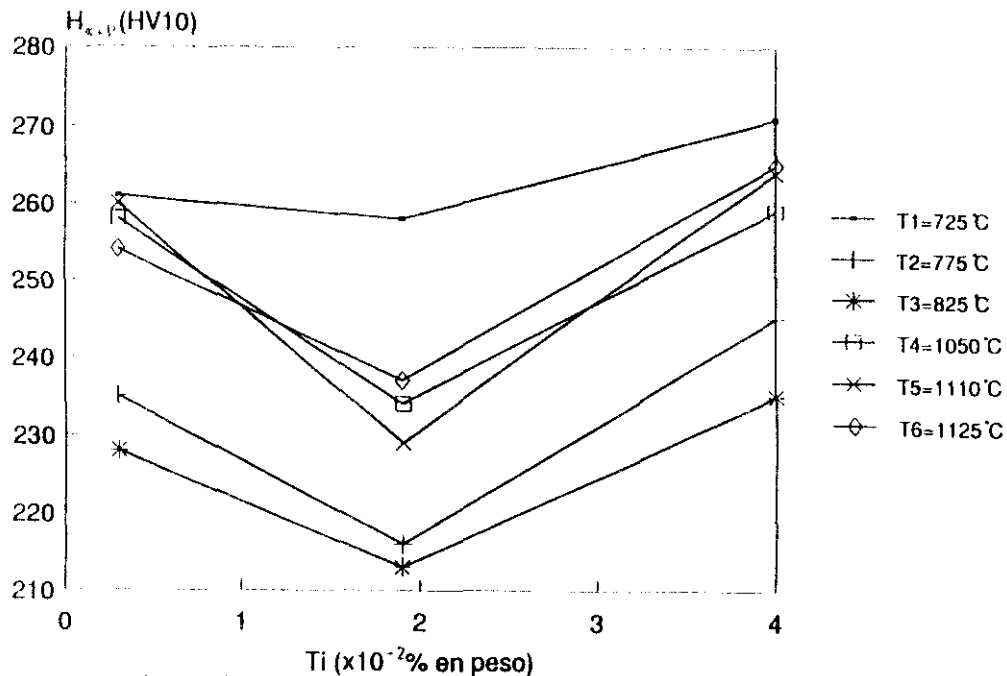


Fig. 67. Microdureza en función del contenido en Titanio para diferentes temperaturas finales de deformación (probetas de torsión).

valor menor del tamaño de grano final en las deformaciones a baja temperatura, con el menor número de precipitados endurecedores que se esperan encontrar debido a que se ha austenizado a más baja temperatura.

Finalmente, el aumento de la dureza cuando disminuye la temperatura de deformación en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") se debe exclusivamente a un incremento del endurecimiento por acritud de la ferrita proeutectoide no transformada en el calentamiento a la temperatura de deformación.

4.2 RESOLUCION DE LA ECUACION DE HALL-PETCH MEDIANTE LAS ECUACIONES OBTENIDAS POR GLADMAN Y OTROS AUTORES EN LAS ALEACIONES FERREAS HIPOEUTECTOIDES DOPADAS CON V Y TI

Dadas las numerosas ecuaciones que generalizan la ley (1) de Hall-Petch para aleaciones ferrítico-perlíticas, se ha procedido a la resolución de cuatro de este tipo de relaciones.

En el capítulo 1 se han comentado las bases teóricas de la generalización propuestas por Gladman y colaboradores^(24, 53, 57, 58). En ese capítulo se han enunciado además las expresiones de este autor que van a utilizarse para el cálculo de las características mecánicas y que son: las ecuaciones (21) y (22) para el cálculo del límite elástico y la resistencia respectivamente y la (25) para la temperatura de transición en impacto I.T.T. (temperatura a la que la energía obtenida en el ensayo Charpy V es 27 J). También se han enumerado en dicho capítulo el resto de los autores, cuya ley va a ser igualmente resuelta, señalando las características principales de sus ecuaciones. Estos autores eran: Kouwenhoven⁽⁵²⁾, Licka⁽⁶²⁾ y Burnett⁽⁶³⁾. También, se ha calculado, mediante la ecuación (13) de Orowan⁽⁴⁷⁾ y Ashby⁽⁴⁸⁾, la aportación de los precipitados en el endurecimiento por precipitación (tabla 13), este valor debe ser sumado a los de σ_i y σ_y en MPa (resistencia y límite elástico obtenidos sin contar la acción de las partículas.) (tabla 14). Finalmente, de la suma de estos valores se han obtenido las características mecánicas finales σ_{TS} , σ_{YS} en MPa y (resistencia y límite elástico respectivamente (tabla 15). Además se han calculado los valores de temperatura de transición en impacto I.T.T. en $^{\circ}\text{C}$ (excepto en el de Burnett que la tenacidad ha sido en Julios) (tabla 15). Todos estos valores se han calculado para las secuencias de conformación extremas (temperaturas más altas y más bajas) y en las tres aleaciones investigadas, a partir de los parámetros recogidos en la tabla 16.

		Características	l	l^2	d (nm)	X (μm)	$\ln\left(\frac{X}{2.5 \cdot 10^{-7}}\right)$	σ_p (n) (MPa)
		Tª Deformación						
A L E A	1	$T_1 = 1250^\circ\text{C}$ $T_2 = 1125^\circ\text{C}$	0.007	0.083	8.8	7.85	3.44	214
		$T_1 = 1100^\circ\text{C}$ $T_2 = 1050^\circ\text{C}$	0.005	0.075	9.2	8.2	3.49	178
C I O	2	$T_1 = 1250^\circ\text{C}$ $T_2 = 1125^\circ\text{C}$	0.008	0.063	14.3	12.7	3.92	115
		$T_1 = 1100^\circ\text{C}$ $T_2 = 1050^\circ\text{C}$	0.002	0.045	9.2	9.2	3.49	113
N E S	3	$T_1 = 1250^\circ\text{C}$ $T_2 = 1125^\circ\text{C}$	0.009 (0.006)	0.094 0.073	65 (11.8)	58.0 (10.5)	5.45 (3.74)	52 (161)
		$T_1 = 1100^\circ\text{C}$ $T_2 = 1050^\circ\text{C}$	0.011 (0.004)	0.100 0.063	52 (9.3)	40.1 (8.3)	5.07 (3.50)	74 (156)

Tabla 13. Parámetros utilizados y valores del aumento de resistencia por precipitación encontrados mediante la aplicación de la relación de Ashby-Orowan. (Sobre las probetas de torsión de las tres aleaciones, deformadas a las temperaturas señaladas en la tabla).

PARAMETROS σ_{T_1} y U_{T_1} PARA EL CALCULO DE LAS PROPIEDADES MECANICAS		Temperaturas de deformación (°C)								
		$T_1 = 1250$ °C				$T_1 = 1100$ °C				
		$T_1 = 1180$ °C				$T_1 = 1080$ °C				
		$T_2 = 1125$ °C				$T_2 = 1050$ °C				
		a	b	c	d	a	b	c	d	
A L E A C I O N E S	- 1	σ_{T_1} (MPa)	607	-	-	-	638	-	-	-
		U_{T_1} (MPa)	353	426	-	-	385	450	-	-
	- 2	σ_{T_1} (MPa)	613	-	-	-	615	-	-	-
		U_{T_1} (MPa)	369	453	-	-	395	458	-	-
	- 3	σ_{T_1} (MPa)	677	-	-	-	668	-	-	-
		U_{T_1} (MPa)	403	478	-	-	405	473	-	-

a = Método Gladman y Pickering

b = Método de Kouwenhoven

c = Método de Licke

d = Método de Burnett

(*) Son parámetros parciales

1 Tabla 14 Parámetros intermedios calculados en las tres
 2 aleaciones para la obtención de las características de
 3 resistencia y tenacidad en las probetas de torsión a las
 4 temperaturas señaladas y determinadas mediante el método de
 5 Gladman y Pickering, Kouwenhoven, Licke y Burnett.

CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS TOTALES		TEMPERATURAS DE DEFORMACIÓN (°C)								
		$T_1 = 1250^\circ\text{C}$ $T_1 = 1180^\circ\text{C}$ $T_2 = 1125^\circ\text{C}$				$T_1 = 1100^\circ\text{C}$ $T_1 = 1080^\circ\text{C}$ $T_2 = 1050^\circ\text{C}$				
		a	b	c	d	a	b	c	d	
ALEACIONES	1	BHN (HV 10)	—	—	—	267 (260)	—	—	—	273 (268)
		$\sigma_{0.2}$ (MPa)	821	—	723	840	818	—	754	868
		$\sigma_{0.01}$ (MPa)	567	640	485	608	563	628	518	831
		RT (°C)	39	—	57	7	8	—	34	16
	2	BHN (HV 10)	—	—	—	295 (288)	—	—	—	272 (268)
		$\sigma_{0.2}$ (MPa)	728	—	714	815	748	—	735	877
		$\sigma_{0.01}$ (MPa)	484	568	470	562	508	571	504	836
		RT (°C)	4	—	4	5	-20	—	-8	21
	3	BHN (HV 10)	—	—	—	268 (264)	—	—	—	275 (290)
		$\sigma_{0.2}$ (MPa)	838 (728)	—	818	860	824 (742)	—	811	(888)
		$\sigma_{0.01}$ (MPa)	564 (455)	639 (530)	544	625	561 (478)	629 (547)	545	640
		RT (°C)	48	—	52	12	24	—	38	15

- (1) La dureza disminuye entre 8 y 10 unidades en la aleación 1, de 9 a 11 en la 2 y de 12 a 17 en la 3 para velocidades de enfriamiento de $V_c = 1,05^\circ\text{C/s}^{-1}$ (70°C/min) correspondiente al enfriamiento en túnel del cuerpo de biela (se ha tomado para el cálculo $V_c = 2,20^\circ\text{C/s}^{-1}$ (135°C/min) como velocidad de enfriamiento de la probeta de torsión, ya que el error cometido poniendo la $V_{c, \text{max}} = 2,25^\circ\text{C/s}^{-1}$ ó $V_{c, \text{max}} = 2,10^\circ\text{C/s}^{-1}$ es muy pequeño).
- (2) La resistencia a la tracción disminuye entre 18 y 20 unidades en la aleación 1, entre 23 y 24 en la 2 y entre 16 y 19 en la 3, para velocidades de enfriamiento de $V_c = 1,05^\circ\text{C/s}^{-1}$ (70°C/min), correspondiente al enfriamiento en túnel del cuerpo de biela.
- (3) El límite elástico disminuye entre 30 y 22 unidades en la aleación 1, entre 26 y 27 en la 2 y entre 18 y 21 en la 3 para velocidades de enfriamiento $V_c = 1,05^\circ\text{C/s}^{-1}$ (70°C/min), correspondiente al enfriamiento en túnel del cuerpo de biela.
- (4) Aquí la medida de tenacidad al impacto Charpy V es en Julios y ésta aumenta entre 4 y 5 Julios en todas las aleaciones para velocidades de enfriamiento $V_c = 1,05^\circ\text{C/s}^{-1}$ (70°C/min), correspondiente al enfriamiento en túnel del cuerpo de biela.
- (*) En la aleación 3 se ha tomado la fracción de la bainita como perlitá para efectuar los cálculos. Los números entre paréntesis corresponden a la zona de precipitados segregada y correspondiente a los ríos bainíticos.

Tabla 15: Características de transición al impacto obtenidos teóricamente mediante los métodos: a) Gladman y Pickering; b) Kouwenhoven; c) Licka, d) Burnett.

Temp deformac (°C)	Características											Si %	Mn %	N libre %	N %	V %	
	f_u	$f_u^{1.5}$	f_u	$f_u^{1.75}$	d_u (μm)	$d_u^{1.5}$ (mm^3)	s (μm)	$s^{1.75}$ (mm^3)	d_p (μm)	$d_p^{1.5}$ (mm^3)	l ($\times 10^{-4}$ m m)						
1	$T_1=1250^\circ\text{C}$ $T_2=1125^\circ\text{C}$	0.46	0.77	0.54	0.24	14	8.5	0.15	42	24	6.4	23	0.41	1.34	0.0006	0.0167	0.10
	$T_1=1100^\circ\text{C}$ $T_2=1050^\circ\text{C}$	0.46	0.77	0.54	0.23	8	10.5	0.13	86	13	8.8	11					
2	$T_1=1250^\circ\text{C}$ $T_2=1125^\circ\text{C}$	0.49	0.79	0.51	0.21	7.5	11.5	0.20	70	16	7.6	46	0.34	1.28	0.0004	0.0164	0.09
	$T_1=1100^\circ\text{C}$ $T_2=1050^\circ\text{C}$	0.51	0.80	0.46	0.20	6.5	12.3	0.12	91	8	11.2	19					
3	$T_1=1250^\circ\text{C}$ $T_2=1125^\circ\text{C}$	0.34	0.70	0.66	0.30	8	11.2	0.14	85	18	7.5	18	0.33	1.39	0.0010	0.0148	0.123
	$T_1=1100^\circ\text{C}$ $T_2=1050^\circ\text{C}$	0.39	0.73	0.61	0.27	7.5	11.3	0.13	84	11	8.3	17					

Tabla 16. Parámetros utilizados para la determinación de las características de resistencia y tenacidad en las probetas de torsión de las tres aleaciones, deformadas a las temperaturas indicadas.

Los resultados señalan las importantes diferencias encontradas entre los métodos. Como se verá a continuación (punto 4.3), los resultados experimentales obtenidos sobre los componentes de automoción (bielas) conformados en γ ("caliente") avalan las expresiones obtenidas por Gladman y le definen como el método teórico con valores más ajustados a los experimentales.

Aunque ya se ha recogido en las tablas señaladas en este apartado, conviene indicar que, si bien la aleación 3 contenía bainitas, a efectos del cálculo se ha tomado su fracción como si fuera de perlita.

4.3 COMPARACION DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE EN LOS COMPONENTES DE AUTOMOCION (BIELAS) CONFORMADOS EN γ ("CALIENTE") Y LOS DEDUCIDOS TEORICAMENTE. INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE TITANIO EN LAS CARACTERISTICAS TEORICAS Y EN LAS EXPERIMENTALES

4.3.1 Comparación de los resultados obtenidos experimentalmente en las bielas conformadas en γ ("caliente") y los deducidos teóricamente mediante las ecuaciones de Gladman y la ley de Orowan y Ashby.

Con objeto de ajustar más los valores teóricos, se han resuelto las ecuaciones de Gladman ⁽²¹⁾ ⁽²²⁾ y ⁽²⁵⁾ tomando los valores de los parámetros encontrados en los componentes conformados en "caliente" y enfriados al aire ($v_c = 2.10^\circ\text{Cs}^{-1}$). Estos últimos parámetros y los resultados teóricos encontrados de la resistencia σ_{TS} y límite elástico σ_{YS} y de la temperatura de transición en impacto J.T.T., se recogen en la tabla 17.

Los resultados experimentales hallados en los componentes conformados (bielas) se han recogido en las tablas 18 y 19 y en las figuras 68 y 69. En la tabla 18 y figura 68, las características mecánicas y metalúrgicas corresponden a una velocidad de enfriamiento posterior a la deformación en aire ($v_c = 2.1^\circ\text{Cs}^{-1}$) y en la tabla 19 y figura 69 a un enfriamiento en túnel ($v_c = 1.05^\circ\text{Cs}^{-1}$), diseñado con el propósito de disminuir la velocidad de enfriamiento. Debido a las dificultades propias de un proceso real no se pudieron ajustar exactamente, en las tres aleaciones, todas las temperaturas del proceso a las de torsión. Se han recogido los valores de: la resistencia a la tracción (R_m), el límite elástico ($R_{0.2}$), el alargamiento (A), la estricción, relación límite elástico-resistencia, las durezas (HB y HV10) y la temperatura de transición en impacto. Además se han obtenido los valores del tamaño de grano ferrítico-perlítico final y las fracciones de

Características Temp. deformac. (°C)		f_u	f_y	f_u^{20}	f_u^{50}	d_u	d_u^{20}	s	s^{20}	d_p	d_p^{20}	t	σ_T	σ_T	$\sigma_{T,20}$	$\sigma_{T,50}$	TTT (°C)
		A L E	T = 125°C T ₂ = 1125°C	0.44	0.56	0.76	0.24	11	9.5	0.15	82	20	7.1	23	369	641	583
T = 1100°C T ₂ = 1050°C	0.46		0.54	0.77	0.23	8	11.2	0.13	88	12	9.1	11	395	649	573	827	2
A C I O N E	T = 1250°C T ₂ = 1125°C	0.47	0.53	0.78	0.22	8.5	10.9	0.20	70	18	7.9	16	36.2	610	477	725	10
	T = 1100°C T ₂ = 1050°C	0.49	0.51	0.79	0.21	7.5	11.5	0.12	91	9	10.5	19	386	621	499	734	5
3	T = 1250°C T ₂ = 1125°C	0.34	0.66	0.70	0.30	9	10.5	0.14	85	18	7.9	18	405	668	566	829	48
	T = 1100°C T ₂ = 1050°C	0.37	(*)0.63	0.72	0.28	8	11.2	0.13	88	11	9.5	17	413	670	569	826	32

(*) Se ha sumado la fracción de bainita a la perlita.

Tabla 17 Parámetros utilizados y valores de las características encontradas aplicando el método de Gladman y Pickering para las piezas forjadas: Resistencia a la tracción límite elástico y temperatura de transición en impacto Charpy V (27J) (Los parámetros de la perlita y los precipitados se han tomado de las probetas de torsión).

CUEPO DE BIELA

$$(V_0 = 2.10^{\circ}\text{C s}^{-1})$$

TIPO DE ACERO Y PROCESO DE FORJA			R _m	R _{0.2}	A	E	R _{0.2} ----- R _m	HB	HV10	d _{max} (μm)	V _n	V _f	I.T.T
ACERO	PROCESO (*) FORJA		MPa	MPa	L _{D=5d} (%)	(%)	(%)			d _n d _f		(2)	(°C)
1	A	T ₁ = 1250°C T ₂ = 800-1120°C Enf. Aire	860	626	19.5	53.5	72.8	255	269	11 20	0.44	0.56	15
	B	T ₁ = 1180°C T ₂ = 800-1060°C Enf. Aire	870	633	18.5	55.4	72.4	255	271	8 12	0.46	0.54	7
2	A	T ₁ = 1250°C T ₂ = 800-1120°C Enf. Aire	748	491	22.5	60.3	66.1	229	243	8.5 18	0.47	0.55	5
	B ⁽¹⁾	T ₁ = 1250°C T ₂ = 800-1060°C Enf. Aire	758	503	18.9	59.1	67.1	229	241	7.5 14	0.49	0.51	19
3	A	T ₁ = 1250°C T ₂ = 800-1120°C Enf. Aire	870	598	21.0	51.2	68.7	217	290	9 19	0.34	0.49	69
	B ⁽¹⁾	T ₁ = 1250°C T ₂ = 800-1060°C Enf. Aire	874	593	16.5	55.0	67.8	277	293	8 15	0.37	0.48	38
38C2	Temple + Revenido		864	631	16.5	58.8	73.0	259	273				60

(*) Enfriamiento al aire con $V_0 = 2.10^{\circ}\text{C s}^{-1}$

(1) Conformación retrasada.

(2) Resto hasta 1 en la aleación es bainita.

Tabla 18:

Características obtenidas sobre los cuerpos de biela deformados a las temperaturas indicadas en la tabla y enfriados al aire ($V_0 = 2.10^{\circ}\text{C s}^{-1}$): Resistencia límite elástico, alargamiento, estricción, temperatura de transición en impacto Charpy V (27 J), tamaño de grano ferrítico-perlítico y fracciones de volúmen de ferrita y perlita.

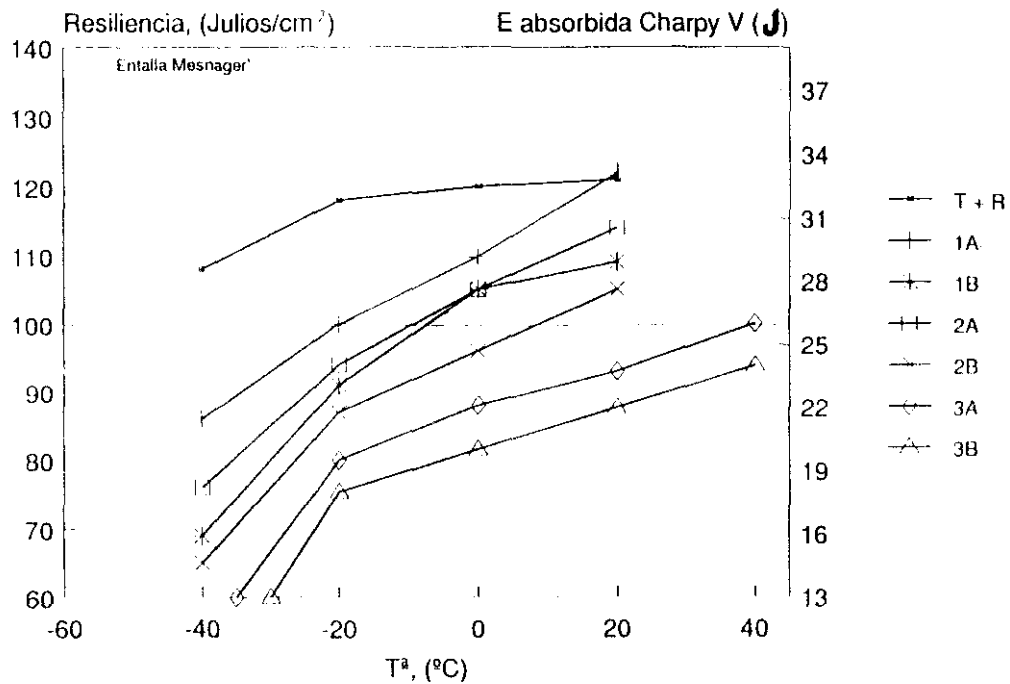


Figura 68: Curva de transición en impacto con enfriamiento al aire ($V_e = 2,10^6 \text{C/s}$)

CUERPO DE BIELA

(Ve = 1.05 °Cs⁻¹)

TIPO DE ACERO		Rm	R _{0,2}	A	ε	R _{0,2}	HB	HV10	d _{n,r}		V _k	V ₁₀	T.T.T	
Y									(μm)					
PROCESO DE FORJA														
ACERO	PROCESO (*) FORJA	MPa	MPa	Lo=5d (%)	(%)	(%)			d _n	d _r		(2)	(°C)	
1	A	T = 1200°C T ₁ final = 1175°C Ent. túnel	858	618	18.2	49.2	71.0	248	251	12	21	0.45	0.55	4
	B	T = 1100°C T ₁ final = 1050°C Ent. túnel	848	626	19.0	52.6	74.0	241	253	8.5	12	0.47	0.53	15
2	A	T = 1250°C T ₁ final = 1125°C Ent. túnel	719	491	22.5	55.4	65.0	223	236	8.5	17	0.46	0.52	12
	B	(1) T = 1250°C T ₁ final = 1085°C Ent. túnel	723	500	24.0	59.0	68.5	223	240	7.5	13	0.50	0.56	29
3	A	T = 1200°C T ₁ final = 1125°C Ent. túnel	859	572	17.0	56.4	66.5	262	276	9	18	0.38	0.59	45
	B	(1) T = 1200°C T ₁ final = 1085°C Ent. túnel	865	584	17.8	54.4	67.5	262	275	8.5	16	0.40	0.56	21
38C2	Temple + Revenido		864	631	16.5	58.9	73.0	259	273					60

(*) Enfriamiento en túnel con Ve = 1.05°C s⁻¹

(1) Conformación retrasada.

(2) Resto hasta 1 en la aleación 3 es bainita

Tabla 19:

Características obtenidas sobre los cuerpos de biela deformados a las temperaturas indicadas en la tabla y enfriados en túnel (Ve = 1.05°Cs⁻¹): Resistencia límite elástico, alargamiento, estricción, temperatura de transición en impacto Charpy V (27 J), tamaño de grano ferrítico-perlítico y fracciones de volúmen de ferrita y perlita.

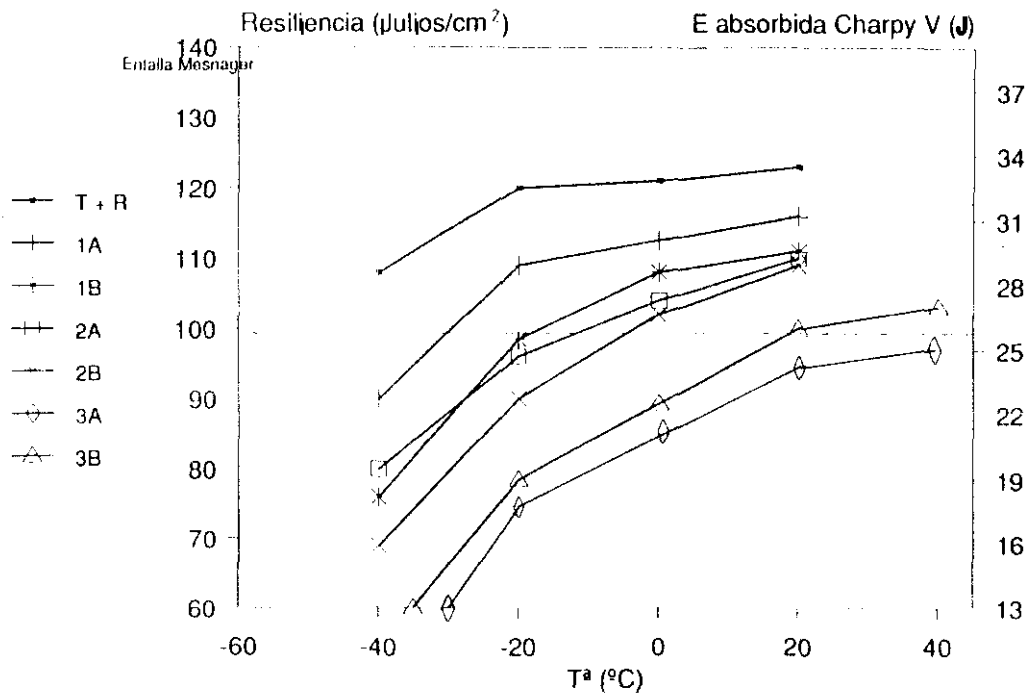


Figura 69:

Curva de transición en impacto con enfriamiento con enfriamiento en túnel
($V_e=1,05\text{ }^\circ\text{C/s}^{-1}$)

volumen de ferrita y perlita utilizadas para el cálculo teórico. También se han recogido las curvas de transición en impacto de cada una de las aleaciones, señalando en las tablas 18 y 19 el valor de la energía (27 J) del ensayo Charpy que define la temperatura de transición en impacto (I.T.T) (Las unidades de cada parámetro se encuentran señaladas en las tablas y figuras).

El efecto beneficioso de controlar la velocidad de enfriamiento con objeto de mejorar las características de tenacidad, aunque sea perjudicando levemente la resistencia y el límite elástico, queda reflejado en los valores de dicha tenacidad cuando se enfrió en el túnel ($v_c = 1,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) teniendo en cuenta además que en él se consigue mayor uniformidad de proceso.

Respecto a los valores de resistencia y límite elástico obtenidos sobre los componentes conformados, también hay que indicar que son similares (excepto en la aleación 2 que, a pesar de tener una composición química próxima, se ha obtenido una menor resistencia y límite elástico. Ello está relacionado con la pérdida de nitrógeno y vanadio, que reduce la formación del número de precipitados de VN o V(C,N) endurecedores, debido a que ambos elementos forman compuestos de Ti, como ya ha sido discutido anteriormente), a los valores hallados en la aleación férrea templada y revenida en la que se fabrica el componente actualmente.

Los valores de tenacidad a temperatura ambiente obtenidos en la aleación 1 y 2 (siendo esta última la que tiene mejores valores) son relativamente próximos a los de la aleación férrea templada y revenida que se emplea actualmente en la fabricación de estos componentes. Los valores más bajos de la aleación 3 se deben a la presencia de bainitas formando bandas de segregación asociadas a precipitados gruesos de titanio e inclusiones no metálicas que favorecen su fragilidad ⁽²⁰⁾. A baja temperatura, los valores conseguidos con la aleación férrea templada y revenida son mucho mayores que los conseguidos en las aleaciones estudiadas. Si bien la aleación 2 es la que, con mucho, presenta las mejores propiedades, ya que tiene mucho menor tamaño de grano ferrítico y perlítico, menor nivel de nitrógeno y menor cantidad de silicio (aunque sus características de resistencia y límite elástico son más bajas lo que, por otra parte es fácilmente subsanable sin más que elevar ligeramente el contenido de nitrógeno y vanadio o variar el carbono y el silicio, aunque así se deteriore ligeramente la tenacidad, como se ha discutido en el capítulo 1).

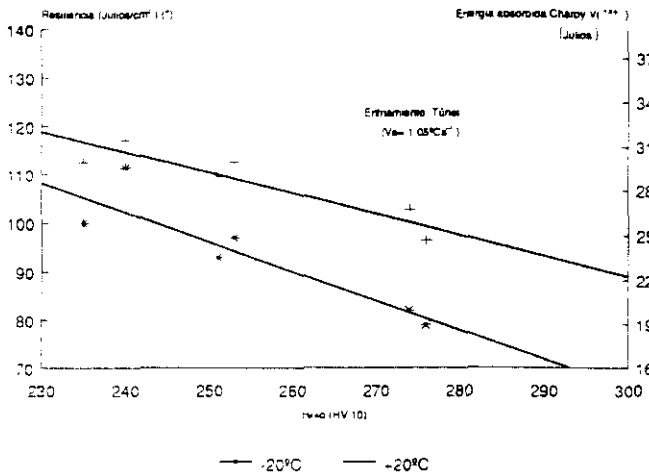
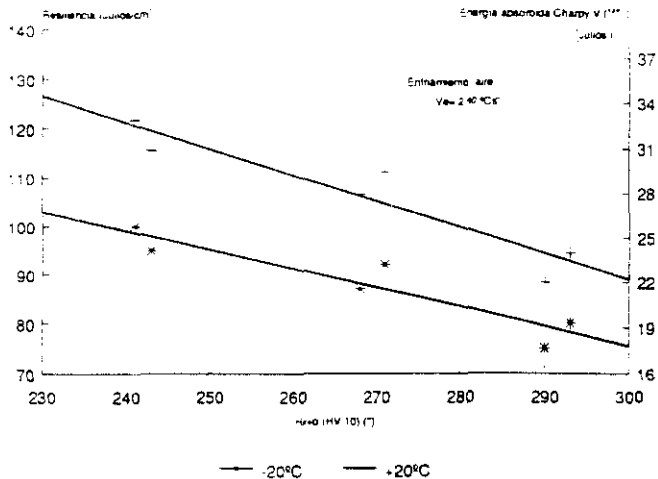
Como era de esperar los mejores valores de las características mecánicas provienen de las temperaturas finales de conformación más bajas. Tanto para una como para otra velocidad de enfriamiento.

Comparando los valores obtenidos experimentalmente en la bielas enfriadas al aire ($v_c = 2.10^{\circ}\text{C/s}^{-1}$) (figura 68) con los teóricos (tabla 15) obtenidos con esa misma velocidad de enfriamiento, se deduce que el método de resolución teórico propuesto por Gladman se ajusta muy bien a este tipo de aleaciones estudiadas dentro del intervalo de error por él señalado (± 45 MPa para σ_{TS} y σ_{YS} y $\pm 30^{\circ}\text{C}$ para el valor de I.T.T.). Por esta razón puede ser un método que permite prever los valores de las características a obtener, conociendo los parámetros siguientes: el tamaño de grano ferrítico y perlítico, la distancia interlaminar de la perlita, el espesor de la cementita, la fracción de volumen de cada fase, el tamaño medio de las partículas precipitadas y su fracción de volumen y la composición química de cada aleación. Sin embargo, el obtener los valores de los parámetros de las partículas y de la perlita, necesita de una herramienta tan sofisticada como la microscopía electrónica de transmisión, por lo que este método se puede considerar inviable para su aplicación en los fabricantes o usuarios de este tipo de aleaciones. Únicamente el método de Licka ⁽⁶²⁾ podría utilizarse, siempre y cuando se disponga de un microscopio de barrido que de una resolución suficiente para calcular la distancia interlaminar de la perlita. Pero, desgraciadamente este último método, para estas aleaciones con V y Ti -incluso con vanadio solo-, proporcionan unos valores que están muy alejados de los experimentales.

Finalmente, la figura 70 recoge la banda (entre -20°C y $+20^{\circ}\text{C}$) de variación de la tenacidad al impacto con la microdureza en los componentes conformado en γ "caliente" (a dos temperaturas diferentes) con enfriamiento al aire y en túnel, poniéndose de manifiesto que son variables inversas, es decir, que la tenacidad disminuye a medida que se eleva la dureza.

4.3.2 Relación entre los parámetros hallados experimentalmente sobre los componentes conformados y los que suministra el ensayo de torsión.

Con objeto de poder dar una validez más práctica a los valores de dureza y tamaño de grano ferrítico-perlítico que se pueden obtener mediante la simulación en torsión, única manera sencilla y práctica de optimizar las características de este tipo de aleaciones y estudiar cualquier tipo de con



(*) Energía absorbida por impacto Mesnager por superficie

Figura 70: Variación de la tenacidad al impacto a dos temperaturas con las microdurezas Vickers de los cuerpos de biela fabricados con las tres aleaciones microaleadas.

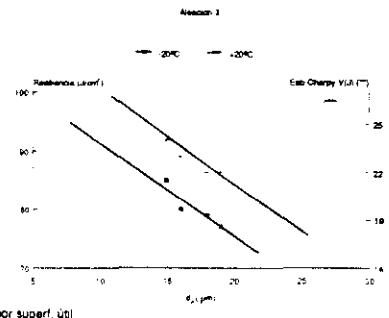
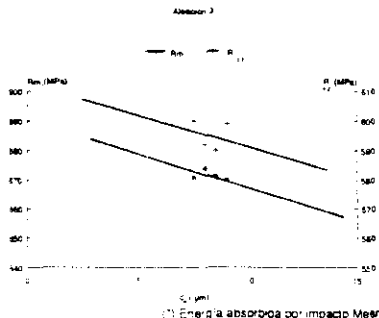
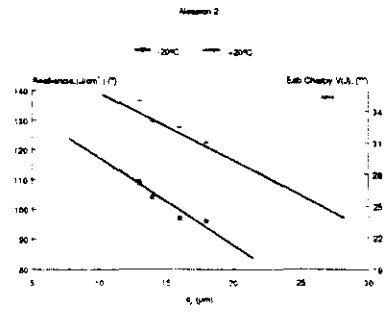
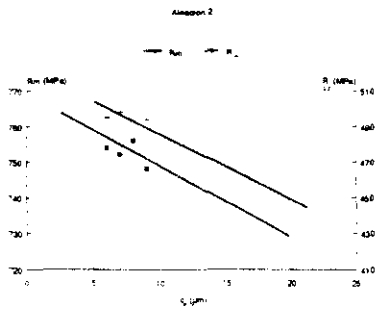
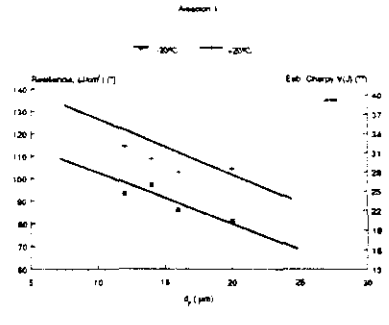
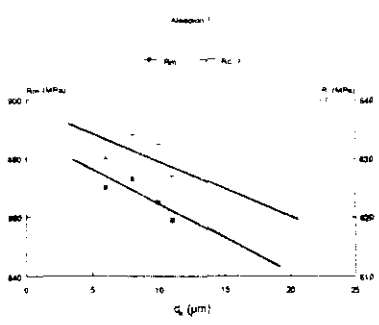
formación simplemente conociendo las temperaturas de deformación, la deformación y la velocidad de deformación de cada operación del proceso, y sin necesidad de efectuar costosas pruebas en la línea de producción o necesitar de técnicas de microscopía electrónica de transmisión para su cálculo teórico, deben relacionarse estos valores de dureza y de tamaño de grano ferrítico y perlítico que dan las probetas de torsión con las características mecánicas: resistencia, límite elástico y tenacidad (energía absorbida en el ensayo Charpy o resiliencia) obtenidas sobre un número significativo de componentes conformados en γ "caliente" de la misma aleación. Una vez conocida esta relación se podrán conocer los valores prácticos, (objeto de garantía) en otros componentes con distinto proceso de conformación, pero con el mismo tipo de aleación, sin más que efectuar los ensayos de torsión correspondientes.

Las relaciones que en este trabajo se han establecido en los componentes de automoción ensayados enfriados al aire ($v_c = 2.10^\circ\text{Cs}^{-1}$), para las tres aleaciones estudiadas, han sido las características de resistencia y límite elástico con el tamaño de grano ferrítico y las de tenacidad con el tamaño de grano perlítico (dada su influencia en la disminución de este parámetro) (figura 71). Así, una vez conocido el tamaño de grano ferrítico y el perlítico de cualquier componente conformado en caliente, se pueden deducir las características mecánicas que van a obtenerse.

4.3.3 Influencia del contenido de titanio en las características mecánicas obtenidas sobre los componentes de automoción (bielas) conformados en γ "caliente" y en las características obtenidas teóricamente.

Se han recogido en la figura 72 la variación de los valores de la resistencia a la tracción, límite elástico y tenacidad (temperatura de transición para un impacto Charpy de 27 Julios) con el contenido en titanio tanto con enfriamiento al aire ($v_c = 2.10^\circ\text{Cs}^{-1}$) como en túnel ($v_c = 1.05^\circ\text{Cs}^{-1}$). La dispersión encontrada en las características para las dos velocidades de enfriamiento y las dos temperaturas extremas de deformación final, se sitúan en la franja representada en la figura. La franja más ancha corresponde a los valores de tenacidad, dada la gran influencia que en ella tiene la velocidad de enfriamiento y la temperatura final de deformación.

Se considera interesante subrayar que con niveles de titanio entre 0.010% y 0.020% se obtienen las mejores características de tenacidad, si bien en la aleación 1 se consiguen valores de esta característica suficientes para el



(*) Energía absorbida por impacto Meisner por superf. útil
 (**) Energía absorbida por impacto Charpy V conversion
 obtenida en la referencia (1241)
 (***) Entrenamiento de los cuerpos de ensa al aire/Vue-2 to 1°Cs

Fig. 71 Relación entre la resistencia a la tracción y el límite elástico con el tamaño de grano ferrítico y la relación entre la resistencia y el tamaño de grano ferrítico

T2= 1125°C Enf. Tunnel;
 T2= 1125°C Enf. Aire (*)
 T2= 1085°C Enf. Tunnel (Δ)
 T2= 1085°C Enf. Aire (□)
 (excepto para Ti= 0.003% que T2= 1050°C)

Enfriamiento: Tunnel
 (v₀= 1.05°C/s)
 Enfriamiento: Aire
 (v₀= 2.10°C/s)

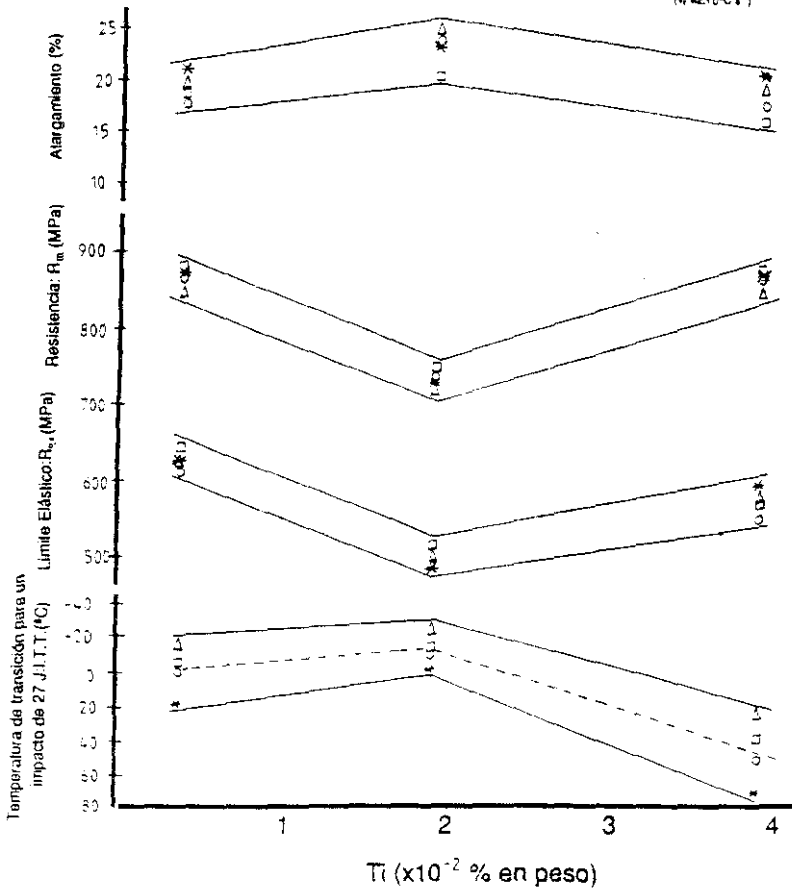


Fig. 72 Influencia del contenido de titanio en las características de resistencia, límite elástico, alargamiento y tenacidad al impacto de las tres aleaciones (en los cuerpos de biela conformados con las temperaturas finales de deformación indicadas: T2= 1125°C, T2= 1085°C, excepto la de titanio más bajo que ha sido T2= 1050°C).

uso a que va destinado el componente de automoción estudiado (mejorándose aún más si se controla el enfriamiento). En cambio, en la aleación 3, los valores son bastante más bajos por la razón ya comentada en el punto 4.3.1.

La resistencia y el límite elástico se deteriora con el titanio hasta valores de éste de 0,020% en peso, a partir del cual se eleva la resistencia. La realidad es que la aleación 3 tiene la mayor templabilidad (como se ha recogido en los puntos 3.1 y 4.1.1) y es la que ha dado lugar en ésta a la formación de bainitas en el enfriamiento, lo que ha contribuido a la elevación de su resistencia. Si el titanio actúa adecuadamente, como ya se ha discutido en el capítulo 1, y si la cantidad añadida no sobrepasa su saturación (0,020% en peso) siempre se producirá una pérdida del endurecimiento por precipitación, que deberá compensarse añadiendo mayor cantidad de nitrógeno y vanadio para que puedan producir más precipitados endurecedores o aumentar la contribución al endurecimiento de la solución sólida elevando el contenido de manganeso y silicio o del carbono, siempre y cuando ya se ha conseguido el menor tamaño de grano posible.

La figura 73 resume la variación con el contenido de titanio de las características obtenidas aplicando los cuatro métodos teóricos y el experimental. En esta figura se refleja gráficamente la bondad del método de Gladman, respecto a los demás métodos, al aproximarse mucho a los resultados experimentales. Siendo los valores de la tenacidad los más dispersos como ya lo indicaba el autor, al definir un error bastante amplio en el cálculo de este último parámetro.

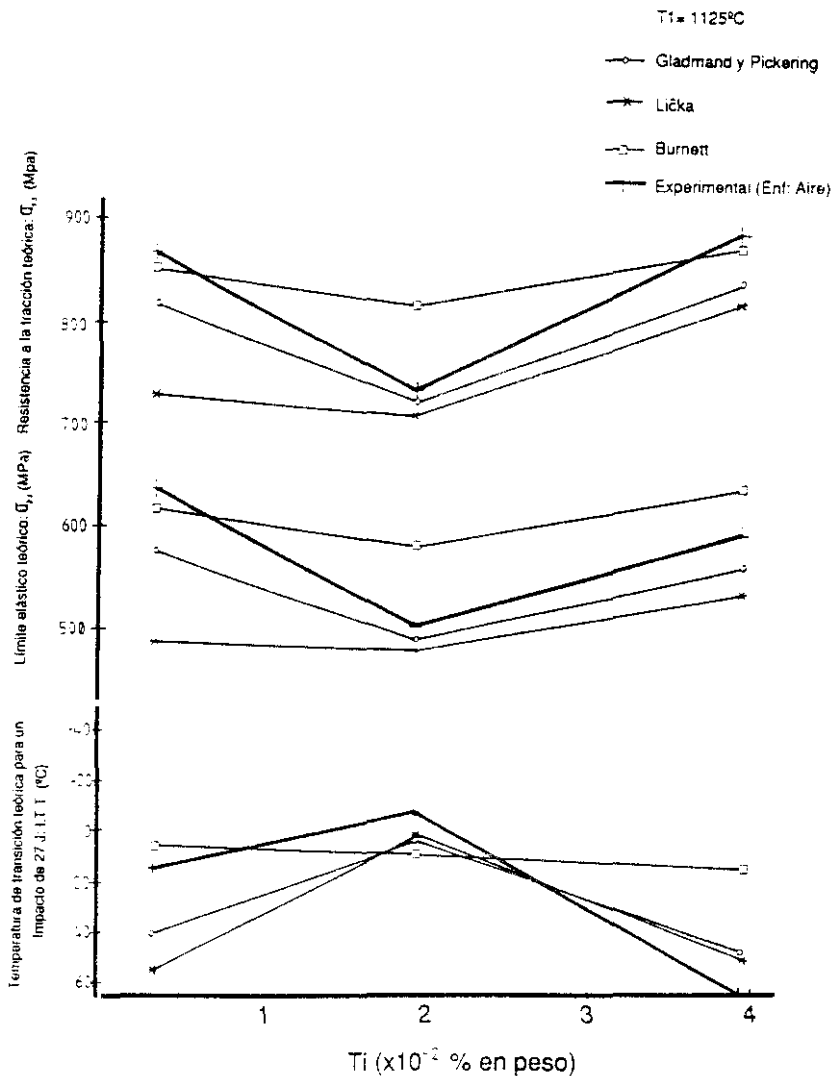


Fig. 73 Resistencia, Limite elástico y temperatura de transición al impacto teóricas obtenidas a partir de las probetas de torsión mediante tres métodos: a) Gladmand y Pickering; b) Lička; c) Burnett para una temperatura de deformación final (T₁ = 1125°C). Comparación con las experimentales (cuerpo de prueba enfriados al aire, $\dot{\gamma} = 2 \cdot 10^3 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$).

5.- CONCLUSIONES

- ▶ De las tres aleaciones estudiadas, la aleación hipoeutectoide dopada con cantidades de vanadio de $V = 0,10\%$ en peso y de titanio de $Ti = 0,019\%$ en peso es la que permite alcanzar las mejores características de tenacidad. Si bien, sus valores de resistencia a la tracción y límite elástico disminuyen relativamente con relación a las obtenidas en las otras aleaciones investigadas. Sin embargo, se pueden obtener niveles similares de estas últimas características, sin más que ajustar su composición química; bien elevando el nivel de vanadio y nitrógeno o/y la velocidad del enfriamiento posterior a la deformación o bien aumentando el contenido de carbono o silicio, aunque, en este caso, disminuyen ligeramente los valores de tenacidad. Los valores de tenacidad (tanto a temperatura ambiente como a baja temperatura) que se han conseguido con el nivel de dopantes señalado, se acercan a los obtenidos en la aleación clásica con tratamiento térmico (templada y revenida).

Este tipo de aleaciones podrán sustituir a las aleaciones actuales tratadas térmicamente en las que se fabrica el componente de automoción (biela) estudiado con un menor coste, al eliminar el tratamiento térmico (reduciendo el coste energético total del proceso). Además, y dado su nivel de tenacidad, estas aleaciones también podrán ser utilizadas en componentes de automoción críticos y del exterior del vehículo, donde la tenacidad a baja temperatura es una de las características más importantes.

- ▶ Las características mecánicas (límite elástico, resistencia y tenacidad) aumentan a medida que se deforma a más baja temperatura en el campo austenítico (γ). Si bien, no se podrá descender por debajo de $T_2 = 1075^\circ\text{C}$ (temperatura de la 2ª operación) para el tipo de geometría estudiada en este trabajo, si no se quiere incurrir en la obtención de componentes defectuosos geoméricamente (falta de llenado). De ahí la importancia de obtener valores de las características altos con temperaturas de conformación elevadas ($T_1 = 1250^\circ\text{C}$; $T_2 = 1125^\circ\text{C}$) mejorándose así la vida del utillaje de conformación. Este ha sido el caso de la aleación 2 ($V = 0,10\%$ y $Ti = 0,019\%$ en peso).

- ▶ Los valores de resistencia a la tracción y límite elástico menores corresponden a niveles de titanio de 0,019% en peso y los valores mayores de estas características son para las aleaciones con valores de titanio de $Ti = 0,003\%$ y $Ti = 0,039\%$ en peso. En cambio, los valores de tenacidad y alargamiento mejores, incluso a bajas temperaturas, corresponden a las aleaciones con un titanio de 0,019% en peso y los valores de tenacidad menores corresponden a la aleación con el mayor contenido de titanio. Estas condiciones se verifican independientemente del valor que tenga la temperatura final de deformación.

- ▶ En las tres aleaciones la ductilidad máxima en el dominio austenítico y ("caliente") se sitúa entre 1200°C y 1250°C. Aumentando ésta a medida que lo hace la velocidad de deformación y disminuyendo con el aumento del contenido en oxígeno de la aleación (inclusiones no metálicas) y con la presencia de precipitados gruesos de titanio. En la zona bifásica austenítica-ferrítica ($\gamma+\alpha$) ("semicaliente"), se produce un aumento de la ductilidad transitoria en el intervalo de temperaturas de 750°C a 775°C, y tanto mayor cuanto más elevada es la velocidad de deformación, comportándose de modo similar a la ductilidad en γ ("caliente") en el resto del intervalo estudiado (650°C -1000°C).

- ▶ El titanio (junto con el vanadio) en cantidades próximas a la de la aleación 2 ($Ti = 0,019\%$ en peso) se ha mostrado capaz de inhibir el crecimiento de grano, incluso a temperaturas muy altas (1200°C). Para valores de $Ti=0,039\%$, disminuye su efecto sobre el control de crecimiento del grano. Altas velocidades de calentamiento producen, en estas aleaciones, tamaños de grano ligeramente mayores y su crecimiento con la temperatura es normal, al contrario de lo que ocurre a bajas temperaturas de calentamiento, en el que el crecimiento de grano es anormal (coexistencia de granos de muy diferente tamaño).

- ▶ El aumento de la cantidad de titanio en las aleaciones dopadas solamente con vanadio produce un desplazamiento de los diagramas de enfriamiento continuo hacia la derecha, lo que se traduce en una mayor templabilidad y es el causante de la aparición de bainitas de la aleación 3. Hasta niveles de titanio de 0,019% en peso no se observa dicho desplazamiento debido a la naturaleza y número de

precipitados de V y Ti, que dan lugar a la pérdida de carbono y aleantes de la solución sólida.

- ▶ Contenidos de titanio en el entorno de Ti = 0,019% en peso, producen un retardo en la recrystalización (estática) mucho mayor que en las otras dos aleaciones. Aumentando éste a medida que disminuye la temperatura final de deformación dentro de la región de recrystalización. Se ha comprobado (en la aleación 1) que disminuye el tamaño de grano recrystalizado a medida que se aumenta la deformación y se disminuye la temperatura de deformación, alcanzándose un valor límite. Igualmente sucede cuando se aumenta la velocidad de deformación. Confirmándose la ley de Zener-Hollomon, en el sentido de que el aumento de la velocidad de deformación tiene el mismo efecto que la disminución de la temperatura de deformación. Asimismo se pone de manifiesto (en la misma aleación 1) que la resolución de dicha ley permite conocer la fuerza de deformación que se debe aplicar y, por ende, el tipo (potencia) de instalación necesaria para efectuar dicha deformación.
- ▶ Los menores valores del tamaño de grano austenítico tanto en γ ("caliente") como en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") después de la deformación corresponden a valores de titanio de 0,019% en peso (aleación 2). La diferencia entre los tamaños de grano austeníticos de los diferentes niveles de Ti disminuye a medida que desciende la temperatura de la última deformación; para la deformación a 725°C prácticamente los tamaños de grano austenítico de las tres aleaciones son similares.

Los tamaños de grano ferrítico y perlíticos más pequeños obtenidos después de la transformación, corresponden a cantidades de titanio por encima de Ti = 0,019% en peso o mejor de 0,010% en peso, si bien por encima de aquel valor se forman bainitas. Para la zona baja de la región γ y en el dominio bifásico $\gamma+\alpha$, los granos ferríticos son prácticamente iguales y muy finos en los tres niveles de titanio estudiados. Las diferencias se han encontrado principalmente en el tamaño de grano perlítico cuando se ha aumentado la temperatura del calentamiento previo a la deformación en $\gamma+\alpha$, ya que el grano perlítico aumenta con dicha temperatura. Los tamaños de grano ferrítico y perlíticos disminuyen a medida que lo hace la temperatura de deformación tanto en γ como en $\gamma+\alpha$.

La relación entre el tamaño de grano austenítico en la última deformación y el tamaño de grano de la ferrita y de la perlita de la microestructura final se rigen, para cualquiera de las tres aleaciones estudiadas, por las siguientes leyes:

$$d_{\gamma} = 1.5 d_{p1,2,3} \quad \text{y}$$

$$d_{\gamma} = 3 d_{\alpha 1} - 9 \quad ; \quad d_{\gamma} = 15 d_{\alpha 2,3} - 90$$

- d_{γ} = Tamaño de grano austenítico de la última deformación.
 d_p = Tamaño de grano perlítico.
 d_{α} = Tamaño de grano ferrítico.
 1.2.3 = Aleación 1.2 y 3.

No ha podido establecerse una relación entre el nivel de titanio y las fracciones de volumen de ferrita y perlita obtenidas, en parte debido a la aparición de bainitas.

Los menores valores de dureza, tanto cuando se deforma en γ como en $\gamma+\alpha$, se han encontrado en la aleación con Ti = 0,019% en peso. Si bien, en cuanto a las temperaturas de deformación, en el dominio γ ("caliente") las diferencias pueden considerarse mínimas, no así en el bifásico $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") en donde aparece una variación positiva e importante de la dureza cuando disminuye la temperatura de deformación. Así se podrán controlar las características de resistencia del componente que se desean obtener sin más que variar este parámetro del proceso (siempre que la instalación lo permita).

- Dados los tamaños de grano ferríticos y perlíticos tan pequeños producidos por la conformación en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") es de esperar que los valores de la tenacidad conferidos por dicha deformación serán muy altos. Ello permitirá obtener componentes (principalmente de automoción de alta responsabilidad) con unas características muy altas, con una gran precisión dimensional y una calidad superficial tal que evitará, en muchos casos, efectuar mecanizados posteriores que elevan fuertemente su coste (situado en el 50% del coste total del componente acabado). Además se debe añadir aquí el ahorro debido al menor coste energético

que supone la disminución de la temperatura del calentamiento previo a la conformación en $\gamma+\alpha$ ("semicaliente") respecto a la que se realiza en γ ("caliente"). Las características de resistencia podrán mejorarse si se eleva la temperatura de calentamiento previa a la deformación ($\geq 1050^{\circ}\text{C}$), aunque previsiblemente se perjudicará la calidad superficial, debido a la aparición de una capa de oxidación mayor.

- ▶ Los precipitados de los compuestos intermetálicos de V y Ti más pequeños (aprox. 9 nm. de diámetro medio) y en mucho mayor número corresponden a las aleaciones 1 y 2 (los niveles de titanio van hasta $\text{Ti}=0.019\%$ en peso). Para valores de titanio de $\text{Ti} = 0.039\%$ en peso (aleación 3), se obtienen compuestos intermetálicos gruesos de este dopante (56 nm) y en pequeño número, formando rosarios que están asociados a bandas de bainitas. Estas reducen fuertemente la tenacidad (sobre todo a baja temperatura), por lo que no se deben superar, en este tipo de aleaciones, contenidos de titanio mayores de $\text{Ti} = 0,020\text{-}0,025\%$ en peso, si se desea obtener una buena tenacidad.

En la aleación 2, los precipitados, fundamentalmente, se componen de TiN o Ti(C,N) y (V,Ti)N, o (V,Ti)(C,N), en cambio en la aleación 1 la naturaleza de los precipitados es mayoritariamente VN o V(C,N). En la aleación 3 éstos se encuentran formando exclusivamente TiN o Ti(C,N) gruesos en las zonas segregadas y en las no segregadas mayoritariamente VN o V(C,N).

- ▶ La mayor contribución al endurecimiento por precipitación dada por la ley de Orowan y Ashby se ha conseguido para las cantidades de titanio intermedias, $\text{Ti}=0,019\%$ en peso (aleación 1).
- ▶ En las tres aleaciones estudiadas, la distancia interlaminar del componente bifásico laminar perlítico es menor a medida que disminuye la temperatura final de deformación. Igualmente ocurre con el espesor de la lámina de cementita debido al aumento de la velocidad de enfriamiento.

Una variación de la fracción de volumen de este componente bifásico laminar perlítico con la temperatura final de deformación sólo se ha encontrado en la

deformación en el dominio $\gamma+\alpha$, aumentando ésta a medida que crece la temperatura de conformación.

- ▶ De las cuatro familias de ecuaciones (Gladman y col., Kouwenhoven, Licka y Burnett) que generalizan la ley de Hall-Petch para aleaciones ferrítico-perlíticas, la que resuelve con más precisión el cálculo de los valores teóricos de las características mecánicas: resistencia a la tracción (σ_{TS}) límite elástico (σ_{ST}) y temperatura de transmisión en impacto I.T.T., en este tipo de aleaciones y por consiguiente, más se acerca a los valores experimentales, son las debidas a Gladman y col. (21) (22). Estos valores sumados a los obtenidos en el endurecimiento por precipitación, a través de la ley de Orowan y Ashby, son los que permiten predecir las características mecánicas a obtener en los componentes conformados.
- ▶ La simulación mediante torsión en "caliente" o "semicaliente" es la única manera sencilla y práctica de estudiar cualquier proceso de conformación sin más que conocer las deformaciones, temperaturas y velocidades de deformación de cada operación del proceso. Con ello se evita la necesidad de efectuar costosas pruebas en la línea de producción o necesitar de técnicas muy sofisticadas (microscopía electrónica de transmisión) para el cálculo teórico de las características mecánicas. No obstante, es necesario establecer la relación entre las características de resistencia y tenacidad, por un lado y los valores de dureza y de tamaño de grano ferrítico-perlítico final que se obtiene de la torsión, por otro. Una vez conocidas estas relaciones, se puede conocer los valores prácticos, objeto de garantía, en otro componente con distinto proceso de deformación a partir de la simulación por torsión en "caliente" o "semicaliente", pero con el mismo tipo de aleación (las relaciones aquí establecidas han sido la resistencia a la tracción y el límite elástico con el tamaño de grano ferrítico y la tenacidad con el tamaño de grano perlítico).

6.- BIBLIOGRAFIA

- 1 *E.D. Hall*, Proc. Phys. Soc., Serie B 64, 1951, p.747-765
- 2 *N.J. Petch*, J.Iron Steel Inst., 174, 1953, p.25
- 3 *M.Gensameret et al* ASM, 30, 1942, p. 25-34
- 4 *W.B. Morrison y J.M. Woodhead*, J.Iron Steel Inst., 201, 1963, p.13
- 5 *J.M. Woodhead y S.R. Keown*, "H.S.L.A. Steels'85: Metallurgy and applications". Ed. Beijing. (China). 1987.
- 6 Proceedings. "Microalloying 75". Ed. M. Korczynsky, Union Carbide Cop., New York. 1977.
- 7 *E.E. Fletcher*, "High Strength Low Alloy Steel". Battelle Press, Columbus (Ohio). 1979.
- 8 "Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite". Ed. A.J. De Ardo, G.A. Ratz, P.J. Wray. The Met. Soc. of A.I.M.E., Pennsylvania. 1982.
- 9 "Vanadium Structural Steels", (Reprint of ASM HSLA Steels Tech. and App. Conf.) Ed. A.S.M.. Ohio. 1983.
- 10 Proceedings. "HSLA Steels Technology and Applications". Ed. ASM, Philadelphia. 1984.
- 11 "High Strength Low Alloy Steels". Ed. D.P. Duanney T. Chandra, Wollongong University, Australia. 1984.
- 12 "Processing, microstructure and Properties HSLA Steels". Ed. A.J. Ardo, Universidad de Pittsburgh, Pennsylvania. 1988.
- 13 Proceedings "Microalloyed HSLA Steels (Microalloying 88)". Ed. ASM, Chicago 1988.
- 14 "Synthesis Report on Research into the thermomechanical treatments of steels". Contrato EUR 5828 d.e.f.i. CRM, Bruselas. 1977.
- 15 "Traitements thermomécaniques des aciers", Convención EUR 6210-82, VDEH, MPI, IRSID, Ecole de Mines de Paris, Bruselas. 1978.
- 16 "Steels with dispersed particulates". Convención EUR 6210-MC/101-201-301-302-801, MPI, CRM, IRSID, Creusot-Loire, BSC, Bruselas. 1983.
- 17 *T. Tanaka*, Internat. Metals Reviews, 4, 1981, p.185-212.
- 18 *T.N. Baker*, Science Progress, 65, 1978, p.493-518.
- 19 "HSLA Steels, Technology and Applications". Ed. F.B. Pickering, ASM, Chicago. 1984.
- 20 "Niobium 81". Ed. A.J. de Ardo, F.M. Gray, L. Meyer. The Met. Soc. of AIME, Pennsylvania 1984.
- 21 "Fundamentals of Microalloying Forging Steels", The Met. Soc. of AIME, Pennsylvania. 1987.
- 22 Proceedings "Information Day on Microalloyed Engineering Steels", Commission of the European Communities, Düsseldorf, Junio 1988.
- 23 *D.J. Naylor*, Ref. 22, Paper 14.
- 24 *T. Gladman*, Ref. 22, Paper 1.
- 25 *H. Osazu et al*, "SAE Technical paper Series 860131" (Int. Congress and exp. Soc. of Automotive Eng. Inc, Detroit. 1986), Warrendale. 1986.
- 26 Proyecto CECA P-2630 (CEIT-AFORASA), "Use of microalloying in steels for bars and forging", Commission of the European Communities (1990-1993).
- 27 *Y. Desalos, A. Le Bon*, Traitement Thermique, 145, 1980, p. 59-77
- 28 *R. Kaspar, O Paweleski*, Stahl u. Eisen, 57, 5, 1986, p. 199-206
- 29 *W. Roberts et al*, Ref. 10 p.67-84
- 30 *C.M. Sellars, J.A. Whiteman*, Metal Sci., 13, 1979, p. 187-194
- 31 *C.M. Sellars*, "Mechanical Working processes". Curso Master 1980-81 E.T.S.I.I.. San Sebastián. 1980.

- 32 *L.J. Cuddy*. Ref. 8, p. 129-140
- 33 *M. Fukuda et al.* Ref. 6, p. 120-137
- 34 *T. Tanaka et al.* Kawasaki Giho (Rev. Tech. Kawasaki steel) 6, 1974, p.522-531
- 35 *T. Tanaka et al.* Ref. 6, p. 107-119.
- 36 *K. J. Irvine et al.* J. Iron Steel Inst. 208, 1970, p. 717-726
- 37 *J.L. Cuddy, J.C. Ralay.* Metall Trans. 14A, 10, 1983, p. 1989-2002.
- 38 *M. Hillert.* Acta Metall 13.3, 1965, p.227-239
- 39 *T. Gladman.* Poc. Roy. Soc., 294, 1438, 1966, p. 298-309
- 40 *K. Narita.* Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 15, 1975, p.145-153
- 41 *M. Korchymsky.* Ref. 12, p. 169-201
- 42 *S.S. Hansen.* Ref. 21, p. 155-171
- 43 *S. Matsuda, N. Okumura.* Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 28, 1978, p.198
- 44 *T. Greday, M. Lamberigts.* "The Hot Deformation of Austenite". American Inst. of Mining, Metall. and Petroleum. Eng. New York. 1977. p. 286-315.
- 45 *L. Meyer et al.* Ref. 6, p. 153-167
- 46 *A. M. Sage.* Ref. 21, p. 239-253
- 47 *E. Orowan.* "Symposium on internal stress in metal and alloy". Inst. of Metals. London. 1948, p.451-463.
- 48 *M.F. Ashby.* "Oxide dispersion strengthening", Ed. Ansell *et al.* New York. 1968, p. 143-153.
- 49 *J.M. Woodhead.* Ref. 21, p. 3-18.
- 50 *F.B. Pickering.* Ref. 10, p. 1-31.
- 51 *A.J. De Ardo.* "Progress Raport on Recrystallization Controlled Rolling", Universidad de Pittsburgh, Pittsburg. 1985
- 52 *H.J. Kouwenhoven,* Trans.A.S.M., 62, 1969, p. 437-453
- 53 *T. Gladman et al.* Iron Steel Inst., 210, 1972, p.916-930.
- 54 *K.W. Burns, F.B. Pickering,* J. Iron Steel Inst., 202, 1964, p. 889-893
- 55 *T.N. Baker.* "Sheffield international Conf. on hot working and forming processes". 1. 1979, p.4.1-4.10
- 56 *W.B. Morrison.* "Controlled Processing of H.S.L.A. Steel". B.S.C. Conf. New York. 1976. paper 1
- 57 *T. Gladman, D. Duluiu.* Metal Science, 8 (6), 1974, p.167-176.
- 58 *T. Gladman et al.* Ref. 6, p. 32-57
- 59 *F.B. Pickering.* "Hardenability Concepts with applicaouns to steel". Ed. D.V. Doane and J.S. Kirkaldy, The Metallurgical Society of A.I.M.E.Warrendale. 1978, p. 179-228.
- 60 *J.P. Hugo and J.M. Woodhead.* J. Iron steel Inst., 186, 1957, p.174-188
- 61 *A.J. Ardo.* Ref. 11, p. 70-82.
- 62 *S. Licka et al.* Ref. 8, p. 521-528.
- 63 *M.E. Burnett.* Ref. 21, p. 601-636
- 64 *S.R. Keown.* Ref. 8, p. 343-359.
- 65 *C. Garcia et al.* Ref. 13, p. 471-479
- 66 *F. Peñalba, M.A. Olmos.* "Aprovechamiento energético del calor de forja. eliminación del tratamiento de temple y revenido mediante el empleo de aceros microaleados enfriados controladamente". Publicación privada (CADEM). San Sebastián. 1988.
- 67 *F. Peñalba, M.A. Olmos.* "2º Congreso Nacional de Tecnología Siderúrgica" V.2. Bilbao. 1989, p.121-134
- 68 Norma Alemana SEP 1123. Verlag Stahleisen, RFA. Agosto 1986

- 69 Catálogo de características técnicas "Maxipress 1500 Tm., National, USA, 1975
- 70 *W. Pankinn, H.D. Löwer*. Deformación Metálica, 94, 1984, p.29-41
- 71 Catálogo de características técnicas Prensas SCHULER, Goepfingen (RFA), 1982
- 72 Norma UNE 7-423-86. Parte I. Ensayo Vickers. Ed.AENOR, Madrid 1987, p. 111-144.
- 73 *A. Faessel*. Commission des laminoirs C.I.T., 4, 1976, p. 875-892.
- 74 *J. Coupry*. Revue de l'Aluminium, Mai 1976, p.259-269.
- 75 *Y. Desalos, A.Le Bon*. Traitement Thermique, 145, 1989, p. 59-77
- 76 *J.J. Urcola, M. Fuenes*. Deformación Metálica 66, 1981, p.48-61.
- 77 *S.F. Medina*. Deformación Metálica 130, 1987, p.41-49.
- 78 *G. Robiller et al.* Stahl u. Eisen 4, 1987, p.159-164.
- 79 *G.R. Casanova et al.* "Formability of Metallic Materials- 2000 AD". ASTM STP753, Philadelphia, 1982, p.189-210.
- 80 *E. Rauch et al.* Acc. Metall. Vol. 33, 3, 1985, p. 465-476
- 81 *B. Migaud*. "Simulation by hot torsion testing of hot strip mill rolling for low-carbon Nb microalloyed Steels" (Sheffield International Conf. on Hot Working and Forming Process), Vol.1, Sheffield, 1979, p. 9.1-9.21.
- 82 *C. Rossard*. "Circulaire d'Informations Techniques", C.I.T., 6, 1961, p. 1533-1544.
- 83 *J. Triouleyre*. "Procedes de formage", Delagrave, Paris, 1986, p.123-136.
- 84 *G.T. Eldis, W.C. Hagel*. "Hardening Concepts with Applications to Steel." "The Metallurgical Society of A.I.M.E., Warrendale, 1978, p.397-420.
- 85 *C.M. Sellars*. "Quantitive Metallography". Curso Master Metalurgia ESTI, San Sebastián, 1980-81.
- 86 *E.E. Underwood*. "Quantitive Metallography". Metals Handbook, Ninth Edition, Vol 9, Ed. ASM, Ohio 1985, p. 123-134.
- 87 *A. Kossi et al.* Ref. 21, p.351-366.
- 88 *I. Kozasu et al.* Trares. Iron Steel Inst. Jpn, 11, 1971, p. 367-375
- 89 *T. Tanaka et al.* Ref. 6, p.107-119.
- 90 *M. Fukuda et al.* Tetsu-to-Hagane, 58, 1972, p. 1832-1847.
- 91 *T. Coleman et al.* "The Microstructure and Design Alloys", Vol.1. The Metals Society, London, 1974, p.70-74.
- 92 *J.D. Baird & R.R. Preston*. "Processing and Properties of Low-Carbon Steel". The Metallurgical Society of AIME, New York 1973, p. 1-46.
- 93 *A. Le Bon & L.N. De Saint Martin*. Ref. 6, p.90-99.
- 94 *H.Matsubara et al.* Trans. Iron Steel Inst. Jpn, 12, 1972, p. 435-443.
- 95 *T. Tanaka*. "Hot Deformation of steels". The Iron and Steel Ins. of Jpn, Tokyo, 1979, p. 55-72.
- 96 *M.J. Stewart*. "The Hot Deformation of Austenite". American Int. of Mining, Metall and Petroleum Eng. New York, 1977, p. 233-249.
- 97 *C. Ouchi et al.* "The Hot Deformation of Austenite". American Int. of Mining, Metall and Petroleum Eng. New York, 1977, p. 316-340.
- 98 *R. Barbosa et al.* "HSLA Steels". Ed. A.J. De Ardo, Universidad de Pittsburgh, Pittsburgh, 1987, p.63-68.
- 99 *M. Djanazi et al.* Ref. 11, p.69-78.
- 100 *S.S. Hansen* Ref. 21, p 155-174.
- 101 *P.B. Babu et al.* Ref. 13, p.389-432.
- 102 *R.A.P. Djaic, J.J. Jonas*. Metall. Trans., 4, 1973, p. 621-624.
- 103 *T. Sakai et al.* Ref. 8, p.237-265.
- 104 *C.M. Sellars, J.A. Whiteman*. Metallurgist, 6, 1974, p.441-447.

- 105 *H.J. Mc Queen*. J. Met. 20, 1968. p. 31-38.
- 106 *C.M. Sellars*. "Iron and Steel Technology". Master Universidad de Sheffield, 1981.
- 107 "Mise au point de schémas de laminage. Méthodes de simulation" Revue de Metallurgie. Abril 1975. p.297-326.
- 108 *G.W. Rowe*. "Principles of Industrial Metalworking Processes". Ed. E. Arnold, London 1977
- 109 *J.Neas, I.H Lavacek*. "Mathematical theory of elastic and elasto-plastic bodies: an introduction". Elsevier Scientific Publishing Company, Oxford- New York, 1981
- 110 *B. Avitzur*. "Metalforming processes and analysis". Ed. Mc. Graw-Hill, USA. 1968
- 111 *G.E. Dieter*. "Mechanical Metallurgy", 2nd edition, Ed. Mc. Graw-Hill, Tokyo 1961.
- 112 *Tegart, W.J. McGregor* "Elements of Mechanical Metallurgy": McMillan Series in Materials Science, London, 1966.
- 113 *J.L. Nazabal et al.* IMHE. Nov-Dic 1987. p.148-154
- 114 *E.Rauch. et al.* Acta Metall. 3, 33, 1985, p.461-476
- 115 *G. Pierson et al.* Mémoires et Etudes Scientifiques. Revue de Metallurgie. Mai 1984. p.239-247.
- 116 *M. Rossi*. "Stampaggio a caldo dei metalli". Ed. Ulrico Hoepli, Milano. 1971.
- 117 *J. Urkola, M. Fuentes.* Rev. Met. 16, 6, 1980. p. 337-342.
- 118 *P. Charrier, L. Bäcker.* Ref. 21, p.207-216.
- 119 *W. Roberts.* Ref. 9, p.1-32.
- 120 *G.E. Pellissier et al.* ASM trans. December 1942. p.1049-1086.
- 121 *T. Sampey et al.* Ref. 5, p.1063-1070.
- 122 *G. Mäscher et al.* Ref. 22, paper 9.
- 123 *Bernard et al.* Rev. Met. 75, 7, 1978. p.467-480.
- 124 Tabla de conversión de unidades de resiliencia. Catálogo de aceros de construcción. S.A. Echevarria, Bilbao 1980.
- 125 "Notice d'utilisation de machine de torsion à chaude (Licence Irsid) SETARAM. Modelo 7 MN. Lyon. 1983.
- 126 "Machine de torsion à chaud (simulation du formage) (Licence Irsid) SETARAM. Modelo 7 MN. Lyon. 1983.
- 127 "Mode d'Emploi Dilatometre de trempe D.T.1000." Adamei L'Homargy. Evry-sur-Seine. 1989.
- 128 *P. Cizeron*. "La Dilatometrie". Adamei L'Homargy. Evry-sur-Seine. 1989.
- 129 *P. Cizeron et P. Bellin.* Analisis, 3 (16), 1988. p. 48-55.
- 130 "Operator's Manual Image Analysis System ("QUANTIMET 520"), Versión Vol.00. Cambridge Instrument. Ltd. Cambridge. 1987.
- 131 *U. Gross et al.* Philips Tech. Rev. 43 (10), 1987. p.273-291.
- 132 Catalogue "Transmission electron Microscope CM12/STEM". PHILIPS, Eindhoven 1988.
- 133 *M. Rühle*, "Transmission electron Microscopy". Metals Handbook Ninth Edition, Vol. 9. Ed. ASM, Ohio 1985, p. 103-122.
- 134 "Ausscheidungsatlas der Stähle", Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf. 1983.
- 135 "Data Base of Joint Committee Pattern Diffraction Standards (J.C.P.D.S)". International Centre for Diffraction Data, Pennsylvania. 1987.

7.- ANEXOS

7.1 MAQUINA DE SIMULACION POR TORSION ^{(125) (126)}

Para las simulaciones de proceso de deformación en el dominio γ y $\gamma+\alpha$ ("caliente" y "semicaliente") se ha utilizado una máquina de torsión fabricada por SETARAM con licencia IRSID, que se muestra en la figura 74.

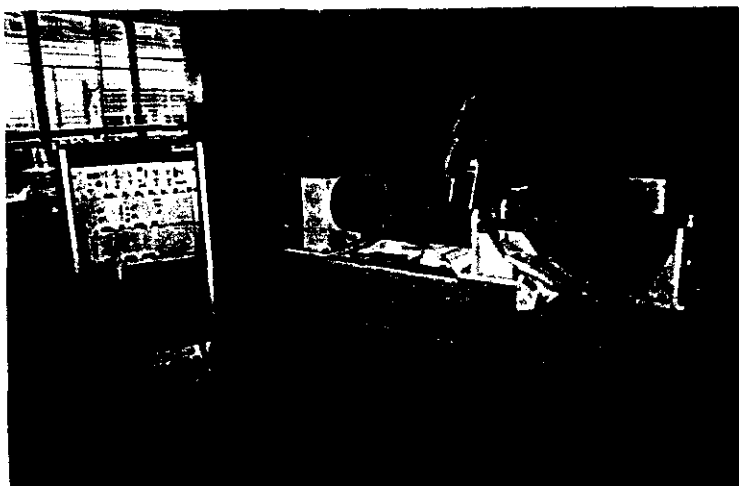


Figura 74: Máquina de torsión.

Esta máquina diseñada inicialmente en 1975, ha sufrido una evolución constante hasta la fecha y actualmente, permite realizar simulaciones de gran complejidad con una elevada fiabilidad y de forma sencilla. Los elementos mecánicos están reunidos en un banco, al que se le proporciona la energía mecánica necesaria con ayuda de un motor, cuyo rotor tiene una potencia de 3.5 kW y que consigue un par de 80 N.m prácticamente constante para cualquier velocidad angular. La

velocidad de giro puede variar, de forma continua, entre 0 y 2400 r.p.m. lo que según el tipo de probeta utilizada, hace posible alcanzar velocidades de deformación equivalentes a 60 s^{-1} . En este caso, con las probetas que se han considerado idóneas para este trabajo, se pueden lograr velocidades de hasta 25.6 s^{-1} . En la probeta A hasta 8.7 s^{-1} ; en la probeta B hasta 17.4 s^{-1} y en la probeta C hasta 25.6 s^{-1} .

Un embrague electromagnético permite una respuesta rápida tanto de aceleración como de frenado siendo el tiempo medio de régimen o detención de 5 a 15 ms aproximadamente, según la velocidad de giro.

El banco de torsión permite realizar hasta 24 pasos a diferentes temperaturas y regímenes de deformación (ϵ y $\dot{\epsilon}$). Se puede programar también el precalentamiento y el enfriamiento.

Las probetas se calientan por inducción mediante un generador de alta frecuencia de 20 kW utilizando bien la espira original (probeta A), figura 75, o bien, la que se ha fabricado para las probetas cortas (B ó C), figura 76. Si no se desea la alteración superficial de la probeta (oxidación y descarbonización), el sistema permite que un tubo transparente que contiene la probeta sea recorrido por una corriente de argón. Sustituyendo la corriente de argón por una de helio, se puede incrementar la velocidad de enfriamiento. Por lo que se puede establecer una banda de velocidades de enfriamiento de la probeta entre 3°Cs^{-1} y 100°Cs^{-1} , sin más que usar el primero o segundo gas con diferentes caudales (En las probetas enfriadas al aire con o sin tubo protector transparente se consiguen velocidades de enfriamiento entre 3°Cs^{-1} y 1°Cs^{-1} . Para menores velocidades, debe ejecutarse en el ordenador un programa de enfriamiento en etapas).

En lugar de gas, es posible, también hacer pasar una corriente de agua a presión (6 kPa: equivalente a 6 bar), que permite alcanzar enfriamientos bruscos con velocidades de hasta 1000°Cs^{-1} .

Si se toma la opción de enfriamiento mediante chorro de agua (temple) podemos establecer un tiempo de espera que nos permite congelar las estructuras en función del tiempo y de esta forma estudiar los fenómenos de recrystalización. En el caso de que en alguna simulación se llega a la rotura, la máquina se desconecta automáticamente, almacenando en su microprocesador los datos registrados hasta ese momento. Se pueden realizar 100 lecturas por giro y las velocidades antes comentadas se refieren al paso por 800°C .



Figura 75: Inductor probetas tipo A



Figura 76: Inductor probetas tipo B y C

De esta forma se puede lograr la estructura final que se desee en estas aleaciones: ferrita-perlita, bainita, martensita o combinaciones de estas.

La temperatura se mide mediante un pirómetro de infrarrojos cuyo rango es 650°C-1350°C con un error de $\pm 5^\circ\text{C}$. Contrastándose periódicamente mediante termopares insertados en una probeta preparada al efecto.

La toma de datos está totalmente automatizada mediante un ordenador H.P., pudiendo tomar entre 5 y 100 datos por vuelta, almacenando, cada 250 μs , datos sobre: tiempo, temperatura, torsión (par torsor- n° de vueltas) y esfuerzos. Después del ensayo, el programa convierte los valores binarios en una forma entera de base 10. Separa cada paso, comprobando los tiempos y al mismo tiempo, los datos se transfieren en forma ASC II a un diskette y a otro ordenador H.P. que dispone de un programa Fortram para imprimir los datos facilitados por el ensayo: la curva par de torsión-deformación (n° de vueltas) y las lecturas realizadas según las instrucciones introducidas. En caso necesario los datos pueden tomarse de forma manual.

A título de ejemplo, se incluye los datos usuales que proporciona la máquina de torsión para una simulación de deformación en dos pasos

1^{er} paso

$\epsilon = 1.443$ (equiv. a 105 ms)

$\dot{\epsilon} = 13.75\text{s}^{-1}$ (equiv. a 1283 r.p.m.)

2^o paso

$\epsilon = 0.779$ (equiv. a 41 ms)

$\dot{\epsilon} = 18.95\text{s}^{-1}$ (equiv. a 1770 r.p.m.)

Los datos se muestran en la figura 77: curva par-número de vueltas, la tabla de las condiciones del ensayo (parámetros de torsión) y la tabla de las lecturas de esfuerzos, par torsor, n° de revoluciones y tiempos.

7.2 DILATOMETRO ⁽¹²⁷⁻¹²⁹⁾

Para la realización de los ensayos dilatométricos se ha utilizado un dilatometro de temple ultrarápido, modelo DT 1000 de la firma Adamei L'Homargy.

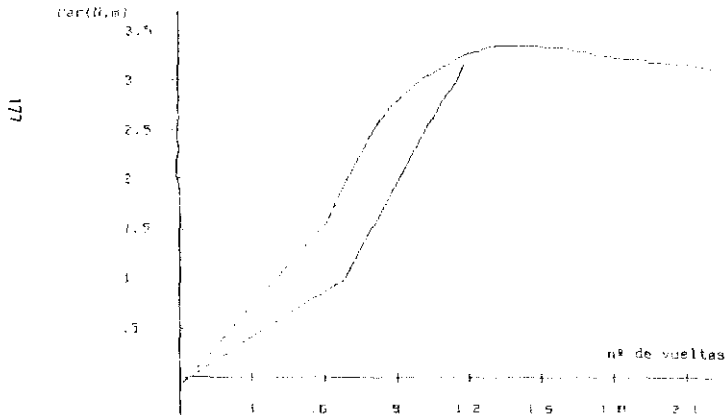
Este dilatometro está dotado de sistemas de calentamiento y enfriamiento de gran versatilidad, con un funcionamiento completamente automático y guiado por un ordenador. Los parámetros de los distintos ciclos térmicos a realizar, se programan en el ordenador de forma sencilla, tanto para ciclos isotérmicos como anisotérmicos. El programa de utilización permite, para un ciclo térmico determinado, programar los siguientes parámetros:

TABLE 1. OF TORSION TEST PARAMETERS

TESTER NAME	AGECOPINA		
TESTING FILE NAME	AGECOP150		
Number of pass = 1			

pass	Rotation	Motor	Effective
	Duration	Speed	Load/Pass
	ms	Rpm	kg
1	0	8000	8000
2	25	4000	12100
3	41	16000	12140

2	max	2	4 Revolt
Fr rail	500		Revolt
Read / Turn	25		
Quench Mode		0	Ms
Quench delay		100000	Ms
Preheating delay		1250	°C
Preheating temperature		300	°C
Programmed heating		2400	Ms
Temperature stabilization		5000	Ms
Preheating real time			



PASS N° 1

Pass	Time	Revolutions	Force	Moment
ms	ms	N	kg	N.m
1	0	0	12.287	1.097
2	18	1.150	11.872	1.031
3	37	2.284	11.282	1.001
4	55	3.428	10.705	1.000
5	73	4.572	10.085	1.000
6	92	5.716	9.531	1.001
7	110	6.860	8.931	1.001
8	129	8.004	8.408	1.001
9	147	9.148	7.912	1.001
10	166	10.292	7.438	1.001
11	184	11.436	6.988	1.000
12	203	12.580	6.558	1.000
13	221	13.724	6.147	1.000
14	240	14.868	5.752	1.000
15	258	16.012	5.372	1.001
16	277	17.156	5.005	1.001
17	295	18.300	4.650	1.001
18	314	19.444	4.305	1.001
19	332	20.588	3.970	1.001
20	351	21.732	3.645	1.001
21	369	22.876	3.330	1.001
22	388	24.020	3.025	1.001
23	406	25.164	2.730	1.001
24	425	26.308	2.445	1.001
25	443	27.452	2.170	1.001
26	462	28.596	1.905	1.001
27	480	29.740	1.650	1.001
28	500	30.884	1.405	1.001
29	518	32.028	1.170	1.001
30	537	33.172	0.945	1.001
31	555	34.316	0.730	1.001
32	574	35.460	0.525	1.001
33	592	36.604	0.330	1.001
34	611	37.748	0.145	1.001
35	629	38.892	0.000	1.001
36	648	40.036	0.000	1.001
37	666	41.180	0.000	1.001
38	685	42.324	0.000	1.001
39	703	43.468	0.000	1.001
40	722	44.612	0.000	1.001
41	740	45.756	0.000	1.001

PASS N° 2

Pass	Time	Revolutions	Force	Moment
ms	ms	N	kg	N.m
1	0	0	1.324	1.000
2	23	0.76	4.007	1.000
3	46	1.005	2.407	1.000
4	69	1.711	2.401	1.000
5	92	2.417	2.401	1.000
6	115	3.123	2.401	1.000
7	138	3.829	2.401	1.000
8	161	4.535	2.401	1.000
9	184	5.241	2.401	1.000

Figura 37: Datos del ensayo de torsión y curva par-número de vueltas.

- ▶ 255 segmentos (Un segmento puede ser un mantenimiento isotermo o una variación uniforme de temperatura entre las temperaturas dadas).
- ▶ Escalas: 1°Cs^{-1} a $600^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ y $3 \cdot 10^{-4}\text{Cs}^{-1}$ a $1.6^{\circ}\text{Cs}^{-1}$.
- ▶ Duración de mantenimientos isotermicos de 1 s hasta 65535 s (unas 18 horas).
- ▶ Velocidad de calentamiento máxima: $200^{\circ}\text{Cs}^{-1}$.
- ▶ Velocidad de mantenimiento máxima: $500^{\circ}\text{Cs}^{-1}$.

El equipo posee sistemas electrónicos de alta sensibilidad y precisión para la medida y amplificación de las variaciones de longitud, temperaturas y tiempos y sus sistemas de registro que almacenan los datos recogidos en el ordenador. Por otra parte, el desarrollo del ensayo se va visualizando, en tiempo real, en la pantalla del ordenador.

Los datos del ensayo pueden quedar guardados y archivados en discos magnéticos flexibles (diskettes) y a partir de los registros se pueden obtener los datos graficados en las siguientes curvas:

- $\theta = f(t)$ (ciclo térmico realizado).
- $L/L_0 = f(\theta)$ (dilatación frente a temperatura).
- $[d(L/L_0)]/d\theta = f(\theta)$ (curva derivada respecto a la temperatura)
- $L/L_0 = f(t)$ (dilatación frente a tiempo)
- $[d(L/L_0)]/dt = f(t)$ (curva derivada respecto del tiempo), donde

θ = temperatura; t = tiempo; L = longitud final de la probeta. L_0 = longitud inicial

El sistema de calentamiento está constituido por un horno de radiación. Con objeto de minimizar los problemas de oxidación o descarburación producidas durante los calentamientos a altas temperaturas, las probetas se ensayan bajo condiciones de vacío entre (13.33 a 1.333 Pa equivalente a 10^{-1} y 10^{-2} Torr) o en atmósferas protectoras (helio).

Para el enfriamiento, se combina la acción refrigerante de aire comprimido, aplicado sobre las lámparas del horno para controlar su enfriamiento con la de un chorro de helio que actúa directamente sobre toda la superficie de la probeta.

La pequeña masa de los probetas de ensayo (2mm de diámetro por 12mm de longitud) y el propio sistema de calentamiento y enfriamiento empleado, aseguran una inercia térmica muy baja. Debido a la existencia de unos sistemas de regulación electrónica asistida por ordenador, que permiten programar y controlar con precisión la temperatura del horno en cada instante, en el dilatómetro DT 1000, se pueden ensayar probetas sometidas a ciclos térmicos con velocidades reales de calentamiento y enfriamiento comprendidas en los rangos anteriormente citado. Asimismo, se pueden aplicar ciclos térmicos que combinan condiciones isotérmicas y anisotérmicas, mediante una simple programación de los parámetros, velocidad, temperatura y tiempo. Además, el sistema criogénico -con nitrógeno líquido- permite realizar ensayos hasta temperaturas inferiores a -100°C.

La medida de temperatura se efectúa mediante un termopar de cromel/alumel (tipo k) asociado a un amplificador de la señal de temperatura. La señal, a la salida de este amplificador, es convertida en una información numérica. La linealización de la curva de respuesta del termopar es realizada por un microprocesador asociado a una memoria en la cual está archivada la curva de respuesta del termopar.

7.3 ANALIZADOR DE IMÁGENES ⁽¹³⁹⁾

El objetivo primordial de la metalografía cuantitativa consiste en la reconstrucción con un alto grado de precisión de la microestructura real a partir de las observaciones bidimensionales realizadas en los planos de corte de la muestra.

La técnica más utilizada en metalografía cuantitativa es la del análisis de imagen. Su herramienta, el analizador de imágenes, consta básicamente de los siguientes módulos:

- ▶ Cámara de video para la captación de las imágenes obtenidas mediante un sistema óptico (objetivo fotográfico, microscópico, etc.).
- ▶ Un procesador de imagen.

- ▶ Un sistema informático de diálogo, control y proceso de datos.
- ▶ Un sistema de visualización de imágenes.

En un proceso elemental de análisis, la imagen es segmentada en dos partes: la fase o morfología cuya cuantificación interesa y el resto de las morfologías o fases presentes. Esto se consigue gracias a la capacidad del equipo de distinguir un cierto número de niveles de gris. Es preciso, por tanto, realizar un contraste metalográfico suficientemente bueno en la microestructura a analizar.

El trabajo efectuado en las aleaciones estudiadas, que ha consistido en: la caracterización de las microestructuras, el estudio de la distribución y tamaño de las partículas presentes (compuestos intermetálicos), o la obtención de las intersecciones lineales medias (tamaño) del grano austenítico, ferrítico y perlítico, la medida de las distancias interlaminares y espesores de las láminas del carburo de hierro de la perlita, se han llevado a cabo con un equipo de análisis automático de imágenes Quantimet 520 de la casa Cambridge Instruments con la siguiente configuración:

- ▶ Sistema óptico: microscopio Polyvar-Met (Reichert) u objetivo fotográfico.
- ▶ Detención: cámara de video en blanco y negro con retícula de imagen de 512x512 puntos ("pixels").
- ▶ Sensibilidad: convertidor analógico-digital para 64 niveles de gris.
- ▶ Procesador: 8 planos de memoria de imagen operativos simultáneamente.
- ▶ Control: mediante ordenador IBM PC/XT.

El proceso de detección de una fase o partícula se consigue ajustando el nivel de gris hasta que cubra la zona que interesa determinar.

El equipo de análisis automático con el que se ha realizado este trabajo tiene la posibilidad de ser programado. Una programación adecuada del equipo, permite obtener medidas derivadas de otras calculadas directamente por el sistema, por ejemplo, el diámetro medio de las partículas se obtiene sumando el diámetro máximo y mínimo de cada partícula y calculando la media.

Este sistema de análisis de imagen, también dispone de un módulo que controla la pletina motorizada y el autoenfoco del microscopio. Este módulo permite al sistema desplazarse, enfocar y medir en tantos campos como se desee. De esta forma se realizaron varias medidas según el mismo procedimiento, y se determina el valor medio del conjunto de medidas, disminuyendo, con ello, el error estadístico.

Las intersecciones lineales se determinan gracias a la posibilidad del equipo de trabajar con ocho planos de memoria de imagen y de realizar operaciones lógicas (unión, intersección, unión exclusiva, etc.) entre los planos. Una vez detectadas las láminas, granos o las partículas, esta imagen es almacenada en uno de los planos de memoria. En otro de los planos de imagen se traza una línea perpendicular a la dirección de las láminas detectadas o entre los granos o las partículas. Como resultado de la intersección del inverso del primer plano (láminas), con el segundo (línea), se obtienen unos segmentos de línea cuya longitud es la distancia interlamínar. Y análogamente, como resultado de la intersección del primer plano (láminas o partículas), con el segundo (línea), los segmentos que se obtienen equivalen al espesor de la lámina, al tamaño de grano o de la partícula que se desea medir.

7.4 SISTEMA DE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION-BARRIDO (STEM)

Dentro de este apartado se recoge la descripción del microscopio electrónico de transmisión-barrido utilizado, la de la técnica de preparación de las láminas delgadas ("thin foils") y réplicas para su observación en este microscopio y, finalmente, la técnica utilizada en la interpretación de las figuras de difracción obtenidas de las partículas presentes.

7.4.1 Microscopio electrónico de transmisión-barrido (STEM).

El uso de electrones en lugar de luz visible para la observación microscópica ha permitido una importante mejora de la resolución y ha proporcionado profundidad de campo.

La longitud de onda de un microscopio electrónico (los electrones con una energía de 120 kV son equivalentes a ondas electromagnéticas de longitud de onda de 3.4×10^{-3} nm (una expresión útil para el cálculo de λ es ⁽¹³⁰⁾ $\lambda = 1.23/\sqrt{V}$ nm, $V \leq 100$ kV) es cerca de 100.000 menor que en un microscopio óptico. Sin embargo, su resolución, debido a la aberración esférica que presentan sus lentes magnéticas, así como a la dependencia (inversamente

proporcional) respecto al ángulo de apertura de la lente objetivo, no es 100.000 veces mejor.

Básicamente, todos, los microscopios electrónicos transmisión-barrido⁽¹³⁾ presentan el mismo conjunto de módulos:

- ▶ Cámara de vacío y sistema de bombeo.
- ▶ Fuente excitadora de la muestra y sistema de óptica electrónica.
- ▶ Detectores de la señal emitida.
- ▶ Monitores y sistema electrónico de control (sistema informático de datos).

En modo de transmisión lo que se observa es la señal de los electrones que atraviesan la muestra (tanto difractados como no difractados) y, en cambio, en modo de barrido, la señal de electrones emitida desde la superficie de observación, al incidir sobre ella el haz de electrones.

El sistema de alto vacío está formado por bombas rotatorias, de difusión o turbomoleculares (menos contaminantes) y bombas de iones.

La configuración de la óptica electrónica (columna del microscopio) está formada por un sistema de iluminación consistente en un cañón de electrones (filamento y lente electrónica, Wehneit), dos lentes condensadoras: la minilente y la lente objetivo superior. Estas lentes actúan como una lente condensadora única y forman parte de la lente objetivo. El sistema de formación de la imagen está compuesto de la parte inferior de la lente objetivo, la lente de difracción, la lente intermedia y dos lentes de proyección.

Asimismo, en varios lugares de la columna se sitúan bobinas de corrección, que actúan sobre el haz de electrones y permiten disminuir los errores debidos a imperfecciones geométricas e inhomogeneidades del material.

Las bobinas de corrección se clasifican en:

- ▶ Bobinas de astigmatismo, para eliminar este defecto del haz.
- ▶ Bobinas deflectoras, que corrigen los errores de desviación del haz, pero cuya principal función es la alteración de la dirección del haz de forma que describa un barrido rectangular sobre la muestra.

Las bobinas de corrección evitan el ajuste mecánico, siempre más complicado, de las lentes.

A lo largo de la columna se sitúan una serie de diafragmas que son ajustables en su posición e intercambiables, con cuatro tamaños distintos:

- ▶ el diafragma condensador, en el sistema de iluminación.
- ▶ el diafragma objetivo, justo detrás de la muestra en el plano focal trasero de la parte inferior de la lente objetivo.
- ▶ diafragma de selección del área de la figura de difracción SA, en el sistema de formación de la imagen.

Asimismo, la columna presenta una serie de diafragmas fijos, cuya apertura no puede cambiarse. La imagen de los electrones transmitidos se recoge en una pantalla fluorescente (o en fotografía) al pie de la columna.

En el microscopio utilizado en este trabajo, un PHILIPS CM12/STEM⁽¹³²⁾ (figura 78), la muestra no está situada antes de la lente objetivo sino dentro de ella. El sistema se conoce como objetivo de inmersión e incluye, en esta configuración, una minilente condensadora que permite que un haz paralelo ilumine de forma paralela la muestra. Con lo que, a pesar de tener una lente convergente antes de la muestra, se consigue una iluminación paralela sobre la muestra. En dicha zona se hallan situados también los detectores de electrones primarios y secundarios, que dan la imagen en barrido; el detector de rayos X, que permite realizar análisis químicos muy locales y los diafragmas objetivo (figura 79).

Acuando sobre las lentes, bobinas correctoras y diafragmas obtenemos diferentes modos de iluminación de la muestra p.e. haz convergente casi puntual ("nanoprobe spot") o menos puntual (microprobe spot") y haz paralelo. Cuando las bobinas de desviación no están dinámicamente activadas se trabaja en modo de transmisión y cuando están dinámicamente activadas lo hace en modo STEM (aquí el haz describe un rectángulo a lo largo de la superficie del material).

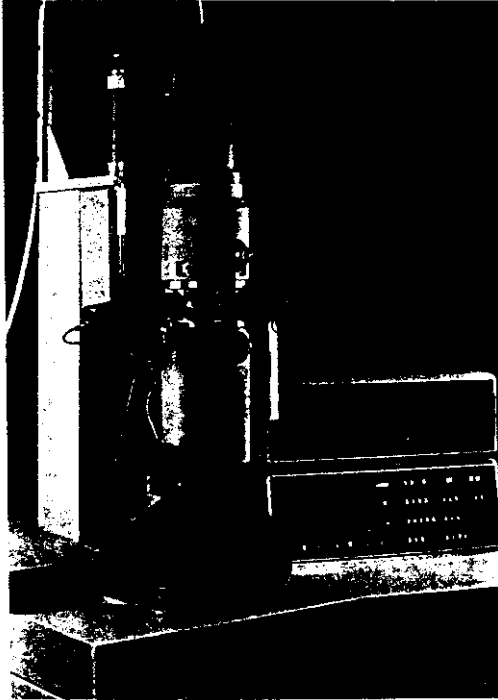


Figura 78: Microscopio de transmisión-barrido (STEM)

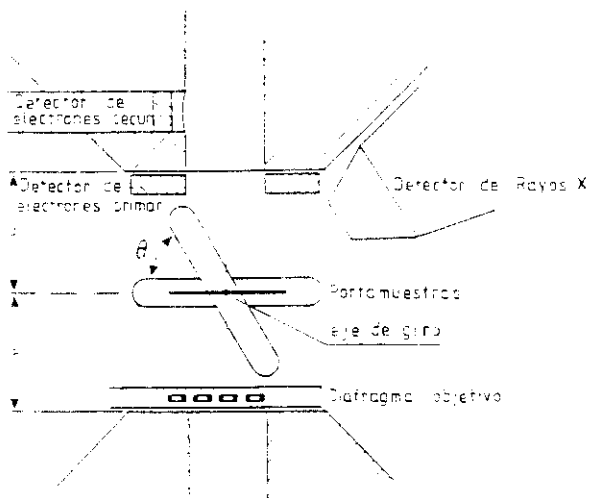


Figura 79: Zona de situación de la muestra y de los detectores en el STEM

Los tipos de imágenes que se obtienen son muy diversos, y dependen de cómo se excita la muestra y de la señal que se recoja en los detectores o en la pantalla fluorescente:

- ▶ imagen de campo claro, obtenida con la parte del haz que atraviesa la muestra sin sufrir ninguna dispersión.
- ▶ imagen de campo oscuro, obtenida con la parte del haz dispersada por la muestra. En este equipo se puede obtener una imagen de campo oscuro con iluminación cónica: el haz inclinado incidente se hace rotar de forma continua alrededor del eje óptico, obteniéndose una superposición de imágenes de campo oscuro que presenta una mejor imagen (se iluminan los detalles desde muchas más direcciones).
- ▶ figura de difracción, obtenida tanto de forma convencional. (haciendo incidir sobre la muestra un haz paralelo), como haciendo incidir un haz convergente no convencional. El uso de haces convergentes en difracción presenta la ventaja de poder obtener información de zonas mucho más pequeñas de la muestra.
- ▶ imagen superficial tipo STEM, tanto de electrones secundarios como de electrones primarios.

Inicialmente, la incorporación de un microprocesador de control facilita el manejo y permite la obtención inmediata de parámetros: tamaños, excentricidad de partículas, espaciado de la red, etc.

La resolución del microscopio utilizado ⁽¹²²⁾ se sitúa: en modo transmisión en 0,14 nm y en modo barrido en 1 nm. Este se ha operado, en este trabajo, en modo transmisión para la observación y determinación de los parámetros de las perlitas (espesor de la cementita y el espacio interlamínar) en láminas delgadas ("thin foils") de las aleaciones estudiadas y para la determinación de los parámetros concernientes a los precipitados intermetálicos (tamaño, distribución y número) en las réplicas de las mismas muestras. La naturaleza de los precipitados ha sido determinada a partir de las figuras de difracción obtenida y mediante análisis por energía dispersiva de rayos X sobre las réplicas. También se han obtenido imágenes en campo claro y oscuro de los microprecipitados en las láminas delgadas.

7.4.2 Preparación de réplicas y láminas delgadas ("thin foils"), ⁽¹³³⁾

A continuación se describe la técnica de preparación de muestras para el microscopio de transmisión-barrido (STEM)

a) Réplicas

Después de pulida, la probeta es atacada electroquímicamente en unas condiciones bien determinadas. De forma que se disuelva la matriz metálica, sin alterar en absoluto los precipitados, como se indica de modo esquemático en la figura 80.

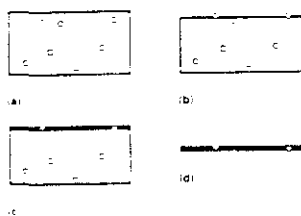


Figura 80

En este caso, las condiciones, que se han aplicado después de numerosas pruebas, han sido:

- Electrolito: 5% de clorhídrico + 95% de metanol.
- Densidad de corriente: $59,5 \cdot 10^3$ Amperios/mm²
- Tiempo: 40 segundos.

Posteriormente la superficie atacada se recubre con una fina capa de carbón evaporado.

La película de carbón, con los precipitados adheridos a ella se extrae por medio de un nuevo ataque electroquímico, con parámetros de trabajo:

- Electrolito: 10% de clorhídrico + 90% de metanol.
- Densidad de corriente: $23.8 \cdot 10^4$ Amperios/mm².
- Tiempo: variable.

Cuando la película de carbono comienza a despegarse de la superficie de la probeta (previamente, se realiza un reticulado para facilitar dicha operación), ésta se introduce en agua destilada, en donde flotarán las retículas o partes de éstas, ya despegadas de la superficie.

Estos pequeños trozos se pescan del agua destilada con ayuda de una malla de cobre que servirá para introducirlos en el portamuestra del STEM. Finalmente se secan con una corriente de aire caliente.

b) Láminas delgadas ("Thin foils")

Las láminas delgadas se preparan a partir de discos compactos de material de las aleaciones obtenidos por corte mecánico o electroerosión. Se debe poner especial cuidado en no calentar en exceso el material, ni producir fuertes deformaciones mecánicas.

Estos discos de 3 mm de diámetro y un espesor de 0.1 a 1 mm tienen que ser adelgazados hasta un grosor de pocos micrometros.

Obtenido el espesor final, la probeta se ataca electroquímicamente (el electrolito utilizado ha sido: 15% perclórico + 95% acético) por ambos lados de la probeta mediante un dispositivo especial que bombea el electrolito sobre las dos caras del disco. La bomba se desconecta automáticamente por medio de una fotocélula, tan pronto se perfora la probeta. Es, justamente, en las proximidades del orificio, donde se encontrará la región transparente de la muestra y en la que se hacen las observaciones en el STEM.

7.4.3 Interpretación de las figuras de difracción. Técnica utilizada⁽¹³⁴⁾

Conviene recordar que dentro de un cristal, se designa como origen a uno de los vértices de la celda unidad y los lados de este triedro constituyen los ejes. El parámetro de la red sirve de unidad de longitud.

Las direcciones en una red cristalina se designa por medio de vectores cuyos componentes se refieren a los ejes cristalográficos y se referencian entre corchetes $\bar{u} = [u,v,w]$.

Los planos cristalográficos, por su parte, se designan por medio de sus "Índices de Miller", y se escriben entre paréntesis. (h,k,l) . Los índices de Miller son proporcionales a la inversa de la intersección del plano con los ejes (Figura 81)

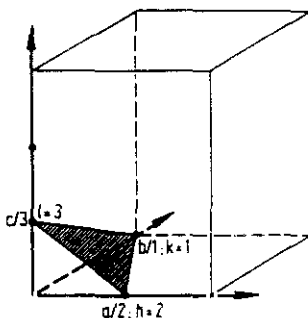


Figura 81

Los índices de Miller no designan un plano simple, sino un conjunto de planos paralelos. La distancia entre dos planos adyacentes de la red se denomina *distancia interplanar* (d).

Las figuras de difracción de los microprecipitados obtenidas en el STEM, proceden únicamente de ángulos de Bragg $\theta \leq 3^\circ$ y cuya ley se escribe

$$n \lambda = 2 d \operatorname{sen} \theta \quad (41)$$

donde

λ = Longitud de onda de la radiación

d = Distancia interplanar.

θ = El ángulo de incidencia respecto a una familia de planos
cristalográficos. (figura 82)

n = índice de Bragg.

Para ángulos pequeños, el
valor $2 \cdot \text{sen } \theta$ de la ecuación
de Bragg (41) se puede
sustituir por 2θ .

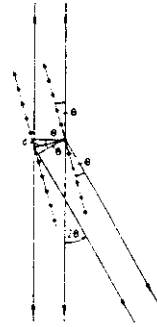


Figura 82

Si L es la distancia del objeto a la placa fotográfica (o mejor el camino óptico recorrido entre objeto y placa) y R la distancia, del punto de difracción al punto central, tendremos: (figura 83)

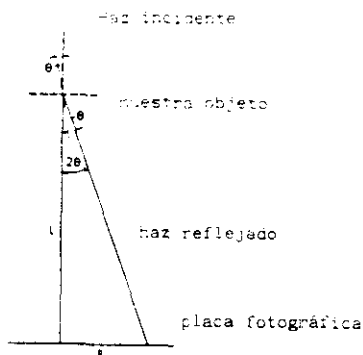


Fig. 83

$$\operatorname{tg}(2\theta) = R/L \quad (42)$$

Pudiéndose sustituir la $\operatorname{tg}2\theta$ por 2θ para ángulos pequeños. Para distancias d pequeñas, elevados órdenes de reflexión ($n=1$) y elevados valores de los índices de Miller, la ley de Bragg (41) se simplifica, sin más que introducir la ecuación (42) en la (41):

$$d = (L\lambda)/R \quad (43)$$

donde $L\lambda$ se conoce como constante de la cámara y su valor puede ser obtenido por medio de medidas de calibración. Estas calibraciones se realizan difractando sobre probetas con una distancia interplanar conocida como puede ser capas finas de oro depositado por evaporación. La constante de cámara $L\lambda$ del microscopio STEM utilizado (para 100kV) ha sido de $1.37 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2$ ($1.37 \text{ \AA} \cdot \text{cm}$)

Para la identificación de las figuras de difracción, se debe tener en cuenta que en una red cúbica:

$$d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (44)$$

donde "a" es el parámetro de la red (lado de la celda unidad).

Sustituyendo d_{hkl} en la ecuación (44) por su valor en (43)

$$(L \cdot \lambda) / R = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (45)$$

de donde se obtendrá el valor del parámetro de red "a".

$$a = [(L \cdot \lambda) / R] \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (46)$$

La técnica seguida en la interpretación de las figuras de difracción se describe brevemente a continuación:

El primer paso consistió en una cuidadosa reproducción de los puntos presentes en las figuras de difracción de los precipitados obtenidas en el microscopio de transmisión sobre un papel transparente, para poder realizar los trabajos de interpretación sin dañar la misma.

Seguidamente, se procedió a unir el punto correspondiente a cada una de las reflexiones de los planos cristalográficos con el central (haz transmitido) midiendo los ángulos que forman estas rectas dos a dos, así como las distancias entre cada uno de los puntos y el central. Teniendo en cuenta que estas distancias deben ser proporcionales a la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de los índices de Miller del plano responsable de la aparición del punto se puede obtener una identificación provisional de cada punto. El siguiente paso consiste en comprobar si esta primera interpretación es coherente con los ángulos que deben formar los planos entre sí. Para ello, se comparan las medidas obtenidas en las figuras con las ofrecidas en las tablas (referencia). Si las medidas concuerdan, los puntos quedan definitivamente identificados y se procede a calcular el eje de zona (dirección perpendicular al plano de la figura) como el producto vectorial de los índices de Miller de los dos planos cuyas reflexiones aparecen en dicha figura. Si los ángulos medidos entre las rectas en la figura no concuerdan con los que forman los planos que han sido asociadas a las mismas, se efectúa una nueva interpretación de las figuras, realizando un proceso iterativo hasta la consecución del objetivo fijado.

Esta tarea parece relativamente sencilla a primera vista, una vez conocido que tanto el carburo como el nitruro de titanio del tipo MX (así como el VN), tienen una red cúbica centrada en las caras. Ya que únicamente, los puntos correspondientes a planos cuyas índices de Miller sean todos pares o todos impares podrían aparecer en la figura de difracción. Sin embargo, diversas circunstancias complican el problema. En primer lugar, el carburo de vanadio del tipo VC posee una red hexagonal, por lo cual, su presencia daría origen a la aparición de reflexiones correspondientes a esta red. Por otra parte, las redes de otros posibles compuestos de carbono o nitrógeno con titanio o vanadio del tipo M_2X pertenecen al sistema hexagonal, ortorómbico o tetragonal, razón por la cual, su precipitación (en unión con las primeras, si bien en menor grado) puede originar las reflexiones correspondientes a dichas redes y como consecuencia, la aparición de reflexiones múltiples (las denominadas reflexiones prohibidas). No es necesario señalar el alto grado de dificultad de interpretación de las figuras de difracción que supone la aparición de doble difracción como desgraciadamente ha ocurrido en este caso.

El parámetro de red de las precipitados cúbicas centradas en las caras se calculó empleando la expresión (46). Donde λ representa la longitud de onda de los electrones en manómetros (0,0037 nm para 100 kV de potencial de aceleración), L la comentada distancia de cámara y R la distancia hasta el punto del centro desde el punto correspondiente a la reflexión de índices de Miller (h,k,l) (figura 83).

Empleando este procedimiento se obtuvo un parámetro de red de 0.259 nm para los precipitados de la figura 59, en buena concordancia con los valores del TiN(0.212 nm) y TiC (0.216 nm) de referencia, obtenidos en la bibliografía (135). La interpretación de la otra figura de difracción (figura 60) no fue posible debido a la aparición de doble difracción (reflexiones prohibidas).

7.5 RESOLUCION DE LA ECUACION DE ZENER-HOLLOMON MEDIANTE EL METODO DE MINIMOS CUADRADOS

7.5.1 Planteamiento del problema

Se tiene un conjunto de N soluciones experimentales de la ecuación de Zener-Hollomon. Esta ecuación es de la forma:

$$\hat{\epsilon} \exp(Q/RT) = A[\text{Sh}(\alpha\sigma_s)]^n = Z \quad (47)$$

Los conjuntos de valores que se hallan experimentalmente son

$$\hat{\epsilon}, T, \sigma_s$$

Se desea hallar un procedimiento por el que, conocidas una serie de N tercetos de soluciones de la ecuación (N conjuntos de 3 valores, $\hat{\epsilon}$, T , σ_s cada conjunto), se aproximen por el método de los mínimos cuadrados, de los valores de Q , A , α y n .

Los valores de los parámetros de la ecuación se expresarán en las unidades siguientes: $Z(s^{-1})$; $\hat{\epsilon}(s^{-1})$; $Q(\text{kJ mol}^{-1})$ y dado su uso también en (cal mol^{-1}) ; $T(\text{K})$; $R=8.3 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ ($2 \text{ cal mol}^{-1}\text{K}^{-1}$); $\sigma_s(\text{MPa})$ y A , n , α constantes.

7.5.2 Datos para este caso

A continuación se indican los datos experimentales de este caso y una primera solución particular aproximada.

$\hat{\epsilon} (s^{-1})$	$T (K)$	$\sigma_s (MPa)$
0.725	1323	85.6
0.725	1473	56
7.25	1323	126
7.25	1473	84
1.37	1353	87.8
1.37	1393	78.1
1.37	1423	74.2
1.37	1453	65.5
13.7	1353	127.3
13.7	1393	115.6
13.7	1423	105.3
13.7	1453	100.

$$Q = 261.1 \text{ kJ mol}^{-1} \\ (62566 \text{ cal mol}^{-1}) \\ A = 1.11 \times 10^{12} \text{ (1}^{\text{a}} \text{ sol.} \\ \text{particular)} \\ \alpha = 0.115 \\ n = 5.45$$

7.5.3 Transformación de la ecuación

Para hacer más sencilla la comprensión del proceso a seguir, se va a transformar (1) en términos de notación más simple.

$$\begin{aligned} \hat{\epsilon} &= z & Q &= a_1 \\ T &= y & A &= a_2 \\ \sigma &= x & \alpha &= a_3 \\ n &= a_4 \end{aligned}$$

con lo que queda

$$z \exp(a_1/2y) = a_2 [\text{Sh}(a_1 x)]^{44} \quad (48)$$

y si se despeja z

$$z = \{a_2 [\text{Sh}(a_1 x)]^{44} / \exp(a_1/2y)\} \quad (49)$$

$$z = Z(x, y) \quad (50)$$

Por otra parte, los tríos de soluciones se deben entender como

$$Z_i = f(x_i, y_i) \quad (51)$$

7.5.4 Minimos cuadrados

La función a minimizar es

$$S = \sum_{i=1}^n \{f(x_i, y_i) - Z(x_i, y_i)\}^2 \quad (52)$$

Para realizar esta minimización, se utiliza la subrutina de librería Harwell de nombre VA02A. También se utiliza la subrutina VD01A, que es llamada por la VA02A.

Además es necesario escribir un programa principal, denominado MINIMOS.FOR, una subrutina que calcula los valores de la función, S, denominada CALFUN.FOR, un fichero de datos denominado VALORES.DIF.DAT, que contiene los valores experimentales de δ , T y σ , y finalmente otro fichero de datos, denominado SOLU.DAT que contiene la solución de partida de la ecuación.

7.5.5 Resultados

Partiendo de la solución aproximada propuesta en el apartado 7.5.2, se llega a la siguiente solución

	Q (*)	A	α	n	Error	NºIt- rac.	Total
Sol. in- cial 1*	261.1 (62666)	1.22x10 ¹²	0.005	5.46	3.68174	0	0
Sol. final 1*	254.5 (61089)	4.534x10 ¹¹	0.00534	5.4106	2.2398	58	58

(*) Q está indicado en kJ mol⁻¹ y entre paréntesis en cal mol⁻¹

Se puede refinar la solución, cambiando el fichero SOLU.DAT, poniendo la

nueva solución y recomenzando a correr el programa. Es lo que se ha hecho en los siguientes casos.

Si tomamos como solución inicial dos grupos de valores de Q, A, α y n obtenidos como otras dos soluciones particulares del sistema de datos del apartado 7.5.2. Tales como:

α	n	a	Q KJmol ⁻¹ (mol ⁻¹)
0,00666	3,89	1.35x10 ⁹	217,5 (52.221)
0,0056	4,42	1.68x10 ¹²	283 (67.931)

Aplicando estos valores iniciales y el procedimiento de aproximación señalado, se llega a los siguientes resultados.

	Q KJ mol ⁻¹ (cal mol ⁻¹)	A	α	n	Error	Nº It- rac.	Total
Sol. inicial 2ª	217,5 (52221)	1.35x10 ⁹	0.0066	3.89	344.43	0	0
	255,1 (61235)	2.33x10 ⁰	0.0135	3.66	2.9257	198	198
	251.5 (60407)	9.14x10 ⁰	0.00658	5.154	2.1596	160	358
Sol. final 2ª	251.3 (60330)	1.027x10 ¹¹	0.00644	5.180	2.1594	15	373

	Q KJ mol ⁻¹ (cal mol ⁻¹)	A	α	n	Error	Nº It- rac.	Total
Sol. inicial 3ª	283 (67931)	1.68x10 ¹²	0.0056	4.42	114.02	0	
	251 (60253)	8.94x10 ¹²	0.00655	5.1497	2.16	417	
Sol. final 3ª	251 (60258)	9.21x10 ⁻²	0.006521	5.156	2.16	4	421

Partiendo de dos soluciones bastante diferentes, se ha llegado a un valor bastante parecido en ambos casos, pero la solución con error mínimo es la solución final 2ª. Si bien, es en la 3ª donde se han efectuado el mayor nº de iteraciones.

7.5.6 Discusion de los resultados

El método presentado permite hallar los parámetros óptimos (valores Q , A , α y n de la solución 2ª) de la ecuación de Zener-Hollomon. Sin embargo, conviene tener precaución a la hora de los resultados.

Una idea de la exactitud con que se realizan las medidas de ϵ , T y σ , la dan los valores de las "m" funciones f_j , que aparecen en pantalla tras cada interacción.

Si se alejan de cero, ese trío de valores es de una fiabilidad menor que los otros valores.

Como medida de precaución, se ha calculado la recta de regresión (Valores A y r) del parámetro de Zener-Hollomon (Z) para obtener la correlación existente entre los datos empíricos y la solución mejor obtenida mediante este método. Esta correlación ha sido de 0,998 que se puede considerar aceptable (su cálculo se ha desarrollado en el texto, punto 3.2.2.2).