UNIVERSIDAD ANTONIO DE NEBRIJA

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA INDUSTRIAL

y

CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS (CENIM – CSIC)

CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO NUEVO PARA MATRICERÍA DE CONFORMADO EN CALIENTE

TESIS DOCTORAL

GERARDO CONEJERO ORTEGA

Madrid 2014

Caracterización de un acero nuevo para matricería de conformado en caliente.

Memoria presentada por Gerardo Conejero Ortega, para optar al grado de Doctor por la Universidad Antonio de Nebrija, realizada bajo la Dirección de la Dra. Nuria Candela Vázquez (U. Nebrija) y del Dr. Manuel Carsí Cebrián (CENIM-CSIC).

Madrid, a 21 de Mayo de 2014

Este trabajo ha sido posible gracias a la financiación concedida por el Ministerio de de Ciencia y Tecnología, hoy integrado en el Ministerio de Economía y Competitividad proyecto “PET2007_0475_02: Diseño y tecnología de un acero para matricería de conformado en caliente”.

A la persona que lo es todo en mi vida, tqb.

AGRADECIMIENTOS

Esta tesis nunca se hubiese podido realizar sin las colaboraciones de personas que me ha ayudado de una manera fundamental.

Agradecer al proyecto “PET2007_0475_02. Diseño y tecnología de un acero para matricería de conformado en caliente” impulsado por el anterior Ministerio de Ciencia y Tecnología, hoy integrado en el Ministerio de Economía y Competitividad, por la aportación y ayuda a la realización de estudios de los cuales se ha derivado esta tesis doctoral.

Al Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), donde realicé buena parte de los ensayos, en particular a Bernardo Fernández, que me ayudó con la preparación y análisis de la estabilidad dimensional; a Jesús Chao, que me ayudó en los diversos análisis durométricos; a Víctor López, en el apartado metalográfico; a José Antonio Jiménez, en el estudio y análisis de tracción a alta temperatura; a Carlos García de Andrés, en el estudio dilatométrico y a Cesar Moreno, en los análisis de Difracción. También mostrar mi agradecimiento a los miembros de la unidad de Análisis Químico (Alfonso e Iñigo), así como a los del taller de mecanizado (Vicente) y a los miembros de Biblioteca (Felicísima, Mª Reyes y Mª Ángeles).

A Lluis Carreras y Francesc Montalá, de Tratamientos Térmicos Carreras, que me dieron asesoramiento e indicaciones fundamentales.

Al Centro INASMET-Tecnalia, de San Sebastián, donde gracias a la ayuda de Félix Peñalba y Xabier Gómez pude completar el análisis de la compresión a alta temperatura.

También mostrar mi gratitud a Ainhoa Ercoreca, de la Universidad Antonio de Nebrija, por sus sugerencias y consejos a la hora de realizar el estudio estadístico, así como a mis compañeros Montserrat Pichel y Rafael Barea, por su ayuda a lo largo de todos estos años.

Y por último, y no por ello menos importante, mostrar mi gratitud a los directores de esta tesis, Nuria Candela y Manuel Carsí, por la guía y apoyo continuado desde su inicio. No quiero terminar estos agradecimientos sin hacer mención a mi familia, que ha esperado con deseo e ilusión la culminación de este trabajo y, sobre todo, a mi mujer Carmen, que sin su ayuda jamás podría haber realizado este trabajo.

OBJETIVOS pág. 1

I. INTRODUCCIÓN TEÓRICA Y ESTADO DEL ARTE

1. Características generales de los procesos de forjado y estampación. pág.5

1.1. Características generales de la interacción mecánica, térmica y microestructural. pág.7

1.2. Procesos de estampación de aleaciones ligera (aluminio-magnesio). Estampación a temperatura media (“warn stamping”). pág.15

2. Factores generales en la selección de materiales para herramientas en procesos de estampación en caliente. pág.17

2.1. Desarrollo de técnicas computacionales en la selección de material para las herramientas en un proceso de forja-estampación. pág.23

3. Influencia de los elementos de aleación en la microestructura de los aceros. . . . pág.25

3.1. Características generales de la transformación austenita-bainita y austenita-martensita. pág.25

3.2. Influencia de los elementos de aleación en el campo de estabilidad del acero. . pág.27

3.3. Efecto de los elementos de aleación sobre la formación de carburos y mejora de las propiedades de las fases obtenidas. pág.28

4. Bibliografía. pág.33

II. MÉTODO EXPERIMENTAL

1. Recepción de los aceros a estudio. pág.39

2. Análisis de composición. pág.39

3. Microscopía óptica de los aceros a estudio. pág.39

4. Ensayos de dureza. pág.41

5. Ensayos de Difracción por Rayos X. (XRD) pág.41

6. Ensayos de dilatometría. pág.43

7. Estudio de la estabilidad dimensional. pág.45

8. Ensayos de desgaste. pág.48

9. Estudio de la deformación a alta temperatura. pág.50

9.1. Ensayos de compresión a alta temperatura. pág.51

9.2. Ensayos de tracción a alta temperatura. pág.54

10. Centros de realización de los ensayos experimentales. pág.55

11. Bibliografía. pág.57

III. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

CAPÍTULO 1. CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEROS A ESTUDIO EN EL ESTADO DE RECEPCIÓN

1.1. Análisis químico. pág.61

1.2. Análisis metalográfico óptico. pág.62

1.3. Medida de la dureza. pág.63

1.4. Análisis de difracción. pág.63
1.5. Conclusiones. pág.65
1.6. Bibliografía. pág.66

CAPÍTULO 2. ESTUDIO DILATOMÉTRICO DEL ACERO EXPERIMENTAL

2.1. Introducción Teórica. pág.68
2.1.1. Modelo y mecanismo de la transformación austenita-ferrita. pág.69
2.1.2. Modelo de transformación austenita-bainita. pág.71
2.1.3. Modelo de transformación austenita-martensita. pág.72
2.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados. pág.74
2.2.1. Determinación de las temperaturas de Ac1 y Ac3. . . . . pág.75
2.2.2. Análisis de las curvas dilatométricas obtenidas a diferentes velocidades de enfriamiento. pág.77
2.2.3. Análisis de dureza y metalográfico. pág.87
2.3. Discusión de los resultados obtenidos. pág.93
2.3.1. Modelos para la determinación de las temperaturas de inicio de las transformaciones austenita-bainita. pág.94
2.3.2. Modelos para la determinación de las temperaturas de inicio de las transformaciones austenita-martensita. pág.100
2.3.3. Efectos de los elementos de aleación del acero experimental sobre las transformaciones austenita-ferrita, austenita-bainita y austenita-martensita. pág.102
2.3.4. Diagrama CCT del acero experimental. pág.104
2.4. Conclusiones. pág.106
2.5. Bibliografía. pág.107

CAPÍTULO 3. ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DIMENSIONAL DEL ACERO EXPERIMENTAL

3.1. Introducción Teórica. pág.110
3.1.1. Deformación asociada a procesos térmicos durante el enfriamiento en el acero. pág.112
3.1.2. Deformación asociada a la transformación austenita-martensita. pág.113
3.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados. pág.115
3.2.1. Caracterización mediante ensayos de difracción, dureza y metalografía óptica después de los tratamientos térmicos. pág.115
3.2.2. Medidas de la estabilidad dimensional. pág.123
3.2.3. Contrastes de hipótesis para la variación relativa longitudinal y angular. pág.126
3.3. Discusión de los resultados obtenidos. pág.130
3.4. Conclusiones. pág.132
3.5. Bibliografía. pág.133

CAPÍTULO 4. ESTUDIO DEL DESGASTE DEL ACERO EXPERIMENTAL Y DEL ACERO COMERCIAL

4.1. Introducción Teórica. pág.135
4.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados. pág.138
4.2.1. Análisis de dureza y metalográfico. pág.139
4.2.2. Selección de los parámetros de ensayo. pág.141

4.2.3. Análisis de la relación entre el coeficiente de fricción y la microestructura. . . . pág.143
4.2.4. Cálculo del volumen y del coeficiente de desgaste.Análisis de la relación entre el coeficiente de desgaste y la microestructura. pág.145
4.3. Discusión de los resultados obtenidos. pág.149
4.4. Conclusiones. pág.154
4.5. Bibliografía. pág.155

CAPÍTULO 5. ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES DE DEFORMACIÓN A ALTA TEMPERATURA DEL ACERO EXPERIMENTAL

5.1. Introducción Teórica. pág.157
5.1.1. Movimiento de dislocaciones durante la deformación plástica. pág.157
5.1.2. Etapas de la deformación plástica. pág.159
5.1.3. Modelo y mecanismo de deformación asociado a una ley potencial. pág.165
5.1.4. Modelo y mecanismo de deformación asociado a una ley exponencial. pág.170
5.1.5. Modelo de aproximación a una ley de tipo seno hiperbólico (Ecuación de Garofalo) pág.171
5.1.6. Criterios para la elaboración de mapas de estabilidad. pág.174
5.1.7. Aplicación de la ecuación de Garofalo al estudio de la eficiencia energética y estabilidad mecánica. pág.176
5.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados. pág.178
5.2.1. Desarrollo experimental de los ensayos de compresión y tracción a alta temperatura. pág.178
5.2.2. Ensayos de compresión a alta temperatura a diferentes velocidades. pág.179
5.2.3. Ensayos de tracción a alta temperatura. pág.189
5.2.4. Ajuste de los datos obtenidos a una ley potencial. pág.195
5.2.5. Ajuste de los datos obtenidos a una ley exponencial. pág.198
5.2.6. Ajuste de los datos obtenidos a una ley sinusoidal (Ecuación de Garofalo). . . pág.200
5.2.7. Estudio de la eficiencia energética y estabilidad mecánica del acero experimental. pág.202
5.3. Discusión de los resultados obtenidos. pág.209
5.3.1. Influencia de los elementos de aleación sobre el valor de la energía de activación Q. pág.209
5.3.2. Análisis del rango de temperaturas de trabajo obtenido para el acero experimental. pág.213
5.4. Conclusiones. pág.215
5.5. Bibliografía. pág.216

IV. CONCLUSIONES GENERALES. pág.221

V. LÍNEAS FUTURAS. pág.223

VI. APORTACIONES DE LA TESIS. pág.227

VII. LISTADO DE FIGURAS. pág.229

VIII. LISTADO DE TABLAS. pág.235

IX. BIBLIOGRAFÍA POR ORDEN ALFABÉTICO. pág.237

OBJETIVOS DE LA TESIS DOCTORAL

1. El objetivo principal de esta tesis doctoral es el siguiente:

Caracterización de un nuevo acero para matricería con las siguientes características:

- Bajo precio por elaborarse a partir de la composición de un acero comercial económico.
- Alta capacidad para el auto-templado por la presencia mínima de partículas que no afectan a su conductividad térmica.
- Alta capacidad para el control y afino del tamaño de grano austenítico debido a la precipitación de partículas en los límites de la frontera de grano.
- Alta estabilidad dimensional debido a su capacidad de afino de tamaño de grano austenítico.
- Buen comportamiento de desgaste en seco.
- Alta capacidad para mejorar su rendimiento energético y estabilidad mecánica en procesos de deformación a altas temperaturas y velocidades de deformación.

2. Los objetivos secundarios en esta tesis doctoral son los siguientes:

- Caracterizar química y microestructuralmente el nuevo acero experimental y el acero comercial utilizado como acero base.
- Determinar los tipos de transformaciones detectadas en los ensayos dilatométricos con el fin de construir el diagrama de curvas de enfriamiento (CCT) del acero experimental.
- Analizar y comparar la estabilidad dimensional de los aceros experimental y comercial después de haber sido sometidos a diferentes tratamientos térmicos.
- Analizar el comportamiento tribológico en seco de los aceros experimental y comercial para relacionar su dureza y microestructura con su fricción y comportamiento a desgaste.
- Estudiar el comportamiento de deformación a alta temperatura del acero experimental para determinar el rango de temperaturas donde la deformación del nuevo acero experimental se produzca con una máxima eficiencia energética y un mínimo riesgo de rotura.

I. INTRODUCCIÓN TEÓRICA Y ESTADO DEL ARTE

Durante los últimos años ha tenido un gran desarrollo la mejora de la eficiencia de los procesos de producción de piezas utilizadas en la industria de automoción o aeronáutica. Parte importante de este desarrollo se ha debido a la mejora en las prestaciones de las herramientas que forman parte de los diferentes dispositivos de producción. El control de la eficiencia y durabilidad de las herramientas del proceso resulta un asunto clave para obtener mejores condiciones de proceso y evitar pérdidas económicas producidas por roturas o por fallos de dichas herramientas. Por ello, muchos estudios realizados en estos últimos años han estado relacionados con la mejora en propiedades de los materiales para obtener mayor capacidad y vida en servicio de la herramienta elaborada.

1. Características generales de los procesos de forjado y estampación.

Los procesos de forjado y estampado están dentro de los procesos industriales que han experimentado un desarrollo importante durante las últimas décadas. Estos procesos consisten, en líneas generales, en la deformación volumétrica, mediante la compresión entre dos matrices, del material de trabajo con el fin de darle una forma pre-establecida. La mayoría de operaciones de forjado se realizan a temperaturas altas, por encima de la temperatura de recristalización del material de trabajo [1]. Por otra parte, también existen operaciones de forjado a temperaturas bajas e intermedias, donde el material de trabajo adquiere mejores propiedades de resistencia mecánica debido al endurecimiento provocado durante la deformación.

De manera general, el proceso de forjado se clasifica en función de la forma de interacción entre la herramienta y la pieza de trabajo, y en función de la configuración del sistema [1]. El proceso, según la forma de interacción, puede ser de forma gradual (prensa de forjado) o por impacto (estampación) y según la configuración de las matrices puede ser en matriz abierta, en matriz-impresor o como forjado sin rebaba. El forjado en matriz abierta consiste en una compresión entre dos matrices planos permitiendo que el material fluya en una dirección lateral a la superficie del matriz. El forjado en matriz-impresor se caracteriza por la forma determinada o impresa de una de las matrices, lo que permite confinar el flujo del material.

Aún así, hay que reseñar que existen numerosos procesos de forjado que dependen de la configuración de las herramientas y parámetros de trabajo, por lo que su clasificación resulta compleja. Sin embargo, hay que señalar que todos estos procesos tienen unas características físico-mecánicas comunes. El forjado se caracteriza, principalmente, por la deformación del material de trabajo donde el flujo del material tiende a expandirse de manera radial y a comprimirse de forma longitudinal. La relación entre el área A del material y la fuerza F necesaria para deformarlo es el esfuerzo de fluencia (Y_f) del material, y se expresa mediante una ecuación matemática (Ec. 1). Sin embargo, durante el proceso pueden aparecer

problemas como la fricción entre la superficie del metal y la de la matriz, que produce el denominado “barrilamiento” [1], que es la expansión preferente del material a lo largo de la dirección radial dando lugar a un volumen con mayor deformación en sus puntos intermedios que en su superficie. En este caso, existe una modificación de la ecuación mediante el factor corrector K_f (Ecs. 2 y 3), donde μ es el coeficiente de fricción entre el material de trabajo y la superficie de la matriz y donde los parámetros D y h son el diámetro y la altura del material de trabajo, respectivamente.

$$F = Y_f A \qquad \text{(Ec. 1)}$$

$$F = K_f Y_{fg} A \qquad \text{(Ec. 2)}$$

$$K_f = 1 + \frac{0{,}4\ \mu\ D}{h} \qquad \text{(Ec. 3)}$$

A partir de este momento, se va a hacer referencia únicamente a los procesos realizados a alta-media temperatura por estar relacionados directamente con el campo de trabajo de la aleación estudiada en esta tesis doctoral. En este caso el rango alto-medio de temperaturas se ha considerado que abarca desde los procesos hechos en tibio (“warm”) hasta los procesos realizados a temperaturas altas. En referencia a esto último, y dentro de los procesos de forjado, una de las técnicas más desarrolladas durante los últimos años ha sido la estampación, que se realiza, sobre todo, a alta-media temperatura. La técnica de estampación consiste, fundamentalmente, en la compresión a alta temperatura de una pieza de un material determinado seguida de un enfriamiento continuo en el interior del dispositivo de compresión, formado por dos componentes autónomos como son el punzón superior y el molde o matriz inferior. En el caso particular de la estampación a alta temperatura, estos componentes se mantienen refrigerados durante el proceso, absorbiendo el calor de la lámina de trabajo y produciendo su enfriamiento rápido, mejorando así sus propiedades mecánicas debido a las transformaciones microestructurales originadas por el enfriamiento. Según se describe en el trabajo de H. Karbasian y A. E. Tekkaya [2], los procesos de estampación pueden ser directos o indirectos. En el proceso directo, mostrado en la Figura 1.A, la lámina de acero utilizada como pieza de trabajo (“blank”) es austenizada y transferida al dispositivo de proceso donde es sometida a la compresión a alta-media temperatura. Posteriormente, la lámina se deja enfriar rápidamente dentro del dispositivo para obtener un producto con una forma y unas determinadas características físico-mecánicas. En el proceso indirecto, Figura 1.B, la pieza de acero es sometida a un tratamiento previo de deformación en frío seguido de un proceso de austenización en un horno independiente, para luego ser transferida (“transfer”) a un dispositivo de deformación a alta temperatura donde se la somete a una compresión, de menor intensidad que en el proceso directo, y a un posterior enfriamiento rápido (“quenching”).

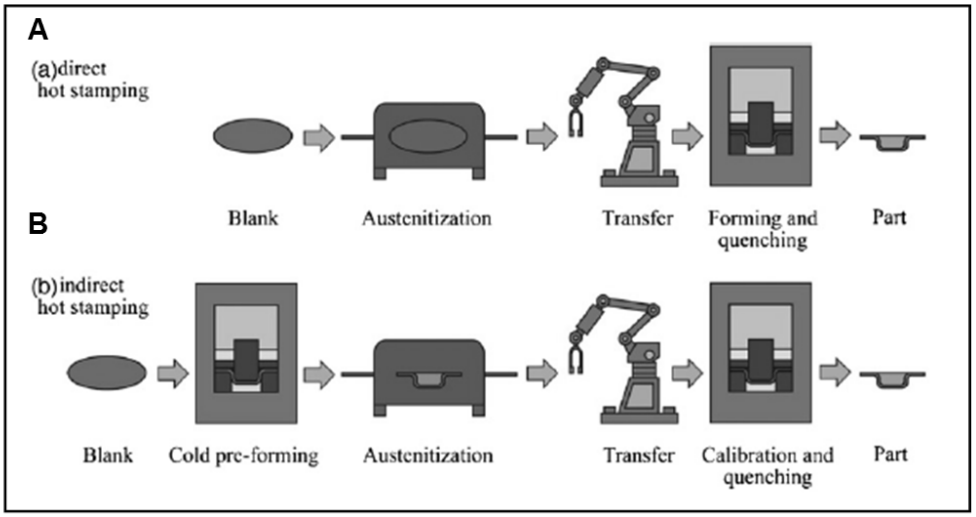

Figura 1. Procesos de estampación a alta-media temperatura de una lámina de acero resistente de manera A) directa e B) indirecta. (*H. Karbasian, A. K. Tekkaya* [2]).

Las variables de estudio de una pieza son su campo de tensiones internas, su temperatura y su velocidad de deformación. Estas variables están relacionadas con los parámetros controlados externamente como son la carga aplicada, la velocidad de impacto y la temperatura-enfriamiento de los dispositivos de estampación. Por otra parte, dado que los procesos térmicos, microestructurales y mecánicos que experimenta la lámina de trabajo durante el proceso interactúan y afectan a sus propiedades, resulta muy útil describir dichas interacciones y su relación con los parámetros de control externos del proceso, con el fin de obtener una mejora del control del proceso y del aumento de la calidad del producto final.

1.1. Características generales de la interacción mecánica, térmica y microestructural.

Para analizar la respuesta de una determinada pieza de trabajo durante la estampación a alta-media temperatura, hay que desarrollar modelos matemáticos que expresen matemáticamente las relaciones causa-efecto existente entre los campos mecánico, térmico y microestructural en el material de la pieza [2,3]. Por un lado, hay que describir, matemáticamente, los efectos que la deformación tiene sobre el campo de temperaturas y sobre la microestructura, debidos al calor generado durante la deformación y a las transformaciones de fase inducidas por los campos de tensión y deformación del material, respectivamente. Por otro lado, también se deben conocer las expresiones matemáticas que describen las influencias de la temperatura sobre la deformación, como son los procesos de expansión térmica, y sobre la microestructura, por medio de transformaciones de fase inducidas por enfriamiento o calentamiento del material. Por último, la transformación microestructural afecta al comportamiento mecánico del material mediante los cambios de

volumen producidos durante la transformación, la deformación inducida por transformación (TRIP) o la variación de propiedades mecánicas del material como la resistencia a la tracción, ductilidad o tenacidad a la fractura. De la misma forma, las transformaciones microestructurales influyen en la temperatura del material, al generar calor latente o debido a la variación de propiedades térmicas, como la conductividad, difusividad térmica y capacidad calorífica, de las fases transformadas respecto de las fases origen. A continuación se describen, de manera más precisa, los fundamentos teóricos asociados a estas interacciones.

1.1.1. Interacción del campo mecánico.

La deformación total $(\Delta\varepsilon_{i,j})$ en el material de la pieza de trabajo es la suma de varias deformaciones asociados a diferentes procesos (Ec. 4). Por un lado, está la deformación de tipo elástico $(\Delta\varepsilon_{i,j}{}^{e})$ y plástico $(\Delta\varepsilon_{i,j}{}^{p})$, que son características del propio proceso de deformación cuando en el material se activan tensiones por debajo o por encima del límite elástico, respectivamente. El campo de deformaciones también se ve afectado por la dilatación o compresión del material cuando es sometido a un aumento o disminución de temperatura $(\Delta\varepsilon_{i,j}{}^{th})$ [2,3].

$$\Delta\varepsilon_{i,j} = \Delta\varepsilon_{i,j}{}^{e} + \Delta\varepsilon_{i,j}{}^{th} + \Delta\varepsilon_{i,j}{}^{tr} + \Delta\varepsilon_{i,j}{}^{p} + \Delta\varepsilon_{i,j}{}^{tp} \qquad \text{(Ec. 4)}$$

En una transformación microestructural, se producen una deformación relacionada con el cambio de volumen de la fase final respecto de la inicial $(\Delta\varepsilon_{i,j}{}^{tr})$ y otra deformación asociada a procesos de acomodamiento de la fase transformada en la matriz de la fase inicial $(\Delta\varepsilon_{i,j}{}^{tp})$. Este último tipo de deformación se denomina Deformación Inducida por Transformación o “Transformation Induced Plasticity” (TRIP) en inglés, y se caracteriza por que se induce en materiales que están sometidos a tensiones por debajo de su límite elástico. En concreto, para este tipo de deformación, hay dos modelos que describen este mecanismo de deformación. En primer lugar está el mecanismo de C. L. Magee [4,5], donde se describe que la deformación por transformación es debida al acomodamiento de los nuevos granos cristalográficos transformados y que están orientados en una determinada dirección por la acción de una tensión aplicada. El segundo mecanismo asociado a la deformación TRIP es el mecanismo de Greenwood-Johnson [6,7], que vincula la deformación por transformación a la aparición de microtensiones por la diferencia de compactación existente entre la fase inicial y la fase producto.

Por otro lado, durante el proceso de estampación a alta-media temperatura hay que tener en cuenta la respuesta del material de trabajo durante la deformación. Para ello hay que

analizar la relación entre la velocidad de deformación con variables como la temperatura, la deformación o el campo de tensiones, y con otros parámetros característicos del material como su tamaño de grano, composición química o la presencia inicial de defectos. Por todo ello, se hace necesaria la utilización de ecuaciones fenomenológicas que reflejen de manera precisa el comportamiento del material durante su deformación. La deformación de un material comprende tres etapas distintas como son el endurecimiento, ablandamiento o restauración dinámica y la etapa estacionaria. En la etapa de endurecimiento tiene lugar la generación y acumulación de las dislocaciones y los defectos cristalinos. La restauración dinámica se caracteriza por ser una etapa donde se activa la aniquilación y eliminación de dislocaciones y otros defectos. Finalmente, el material alcanza una etapa estacionaria donde se instaura un equilibrio dinámico entre la generación y aniquilación de defectos [8].

Es en esta última etapa donde se han desarrollado buena parte de los modelos matemáticos asociados a un proceso de deformación mecánica a alta temperatura. En particular, la velocidad de deformación del material se analiza considerando su relación con otras variables como la temperatura, la deformación o el campo de tensiones del propio material. De este modo, se han desarrollado modelos de tipo potencial, exponencial o seno-hiperbólicas que relacionan la velocidad de deformación con la tensión y la temperatura. El primer modelo es característico de deformaciones en un rango de tensiones bajo. Se denomina “potencial” porque la relación entre el campo de velocidades de deformación $\dot{\varepsilon}$ y el campo de tensiones es mediante una potencia (Ec. 5). En esta expresión el factor A es una constante propia del material, Q es una energía de activación, R es la constante de los gases y n es el exponente asociado a la tensión. El valor de la energía Q y el exponente n son los factores que dan información más precisa sobre el mecanismo de deformación y el tipo de difusión dominante de los átomos durante el proceso de deformación del material, como se explica en la tesis doctoral de A. Fernández [9].

$$\dot{\varepsilon} = A\,\sigma^{n}\,e^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)} \qquad \text{(Ec. 5)}$$

Por otro lado, hay que reseñar que las leyes potenciales tienen validez hasta un determinado rango de tensiones. A partir de una tensión determinada, la velocidad de deformación no se expresa mediante una manera potencial, lo que significa que se induce un cambio del mecanismo de deformación denominado “ruptura de la ley potencial”. A tensiones muy elevadas, la expresión que relaciona la velocidad de deformación con la tensión deja de tener forma de ley potencial y se ajusta mejora a una expresión de tipo exponencial (Ec. 6). La relación exponencial entre la velocidad de deformación y la tensión implica un cambio en el mecanismo de deformación el cual deja de estar controlado por difusión o deslizamiento de grano y pasa a estarlo por deslizamiento cruzado de dislocaciones, según se explica en la

tesis doctoral de I. Rieiro [10]. De nuevo las constantes A' y α' son propias del material y el parámetro Q' es la energía de activación del proceso de deformación.

$$\dot{\varepsilon} = A' e^{\alpha' \sigma} e^{-\left(\frac{Q'}{RT}\right)} \qquad \text{(Ec. 6)}$$

La dependencia del mecanismo de deformación con el campo de tensiones activado en el material hace necesario encontrar una ecuación que abarque el estudio de la deformación en un rango amplio de tensiones. Por ello, durante los últimos años se han desarrollado varios modelos con el objetivo de encontrar una ecuación que relacione, con fiabilidad alta y para un rango amplio, velocidad de deformación y tensión. Entre todos los modelos destaca el que propuso F. Garofalo [11] para un rango elevado de tensión σ (Ec. 7). El valor Q'' es la energía de activación del proceso. Su valor indica la energía promedio necesaria para activar un determinado mecanismo microscópico. Bajo determinadas condiciones, su valor se aproxima al de la energía de activación necesario para la autodifusión de los átomos en el material. El parámetro n_G es el exponente de la ecuación de Garofalo. Los factores A'' y α vuelven a ser constantes propias del material, relacionadas de forma compleja con propiedades características del mismo como factores de estructura o constantes mecánicas [10]. El factor α determina la tensión límite donde la ecuación de Garofalo se puede aproximar a una ley potencial o a una ley exponencial con un determinado error.

$$\dot{\varepsilon} = A'' \left[[\operatorname{senh}(\alpha\sigma)]^{n_G} e^{\left(\frac{-Q''}{RT}\right)} \right] \qquad \text{(Ec. 7)}$$

Todos estos modelos de deformación en el material están relacionados con algunos de los parámetros de control externos del proceso. Por ejemplo, durante la estampación a alta-media temperatura, un factor importante es el control de la velocidad de deformación de los procesos por parte del dispositivo de compresión o punzón ("punch") del dispositivo. Cuando se alcanza externamente la fuerza necesaria para deformar el material, el dispositivo de compresión avanza una distancia (Δs) igual pero de sentido opuesto a la distancia deformada de la pieza (Δh) (Ec. 8). La deformación verdadera en el material (Ec. 9) indica que h_0 y h son las longitudes inicial e instantánea de la probeta respectivamente.

$$\Delta s = -\Delta h = -(h_0 - h) \qquad \text{(Ec. 8)}$$

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h}{h_0}\right) = \ln\left(\frac{h_0 - \Delta h}{h_0}\right) = \ln\left(\frac{h_0 + \Delta s}{h_0}\right) \qquad \text{(Ec. 9)}$$

Por otro lado, la velocidad de deformación del material se relaciona con la velocidad de avance del punzón ($\dot{\Delta}s$) (Ec. 10), y se obtiene derivando en función del tiempo la deformación. Si se mantiene constante la velocidad de deformación en el material ($\dot{\varepsilon} = K_1$), se obtienen las relaciones entre la velocidad de deformación en el material y la velocidad de avance del punzón (Ec. 11).

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\left(\ln\left(\frac{h_0+\Delta s}{h_0}\right)\right)}{dt} = \left(\frac{1}{h_0+\Delta s}\right)\dot{\Delta s} = K_1 \qquad \text{(Ec. 10)}$$

$$\Delta s = h_0\left[e^{\dot{\varepsilon}t}-1\right] \qquad \text{(Ec. 11)}$$

1.1.2. Interacción del campo de temperaturas.

El segundo punto a considerar es la descripción del fundamento teórico necesario para comprender el comportamiento del campo de temperaturas durante el proceso de estampación a media-alta temperatura. Se trata de una cuestión crítica y fundamental ya que está relacionada con la microestructura final obtenida en el material, responsable de las propiedades físico-mecánicas del material. Por otra parte, el control del campo de temperaturas en el material de la pieza depende del mecanismo de disipación de calor a través de las herramientas que conforman el dispositivo de estampación a alta-media temperatura. Por ello, en todo proceso de estampación también se debe tener en cuenta las propiedades térmicas tanto del material de trabajo como la de los materiales con los que se han fabricado las matrices y los punzones.

Para describir el campo de temperaturas dentro de la pieza de trabajo es necesario modelizar los procesos de absorción y disipación de calor entre la pieza de trabajo y su entorno. Para ello, se resuelve la ecuación de calor correspondiente (Ecs. 12 y 13) donde ρ es la densidad del material, c_p es el calor específico a presión constante, k es la conductividad de un sólido isotrópico**,** $\vec{\nabla}T$ es el vector gradiente de temperatura ($\vec{\nabla}T = \frac{\partial T}{\partial x}\hat{\mathbf{i}} + \frac{\partial T}{\partial y}\hat{\mathbf{j}} + \frac{\partial T}{\partial \mathbf{z}}\hat{\mathbf{k}}$) en un sistema en coordenadas cartesianas, definido por los vectores unitarios $\{\hat{\mathbf{i}}, \hat{\mathbf{j}}, \hat{\mathbf{k}}\}$, y $\frac{\partial q}{\partial t}$ hace referencia a la generación interna de calor por unidad de volumen, valor que incluye fuentes de calor externas, calor generado por la transformación microestructural (calor latente) y el calor generado por la deformación plástica total del material.

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \vec{\nabla}\cdot\left(k\vec{\nabla}T\right) + \frac{\partial q}{\partial t} \qquad \text{(Ec. 12)}$$

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = k\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2}\right) + \frac{\partial q}{\partial t} \qquad \text{(Ec. 13)}$$

Resulta muy útil el planteamiento sobre este tema que desarrolla P. Akerström [12] en su tesis doctoral sobre la modelización de los procesos de estampación a alta-media temperatura. En su trabajo se explica que el calor del material también puede transmitirse por medio de un fluido líquido existente entre la interfase, (Ec. 14), donde h_{IHTC} es el coeficiente efectivo de transferencia de calor interfacial y T_W y T_t son las temperaturas superficiales de la pieza de trabajo y de la herramienta, respectivamente.

$$P_{eff} = h_{IHTC}(T_w - T_t) \qquad \text{(Ec. 14)}$$

En el caso en que haya una distancia de vacío considerable entre la superficie de la herramienta y la superficie de la pieza de trabajo, se considera que la transmisión de calor entre ambas es por medio de convección. En este último caso (Ec. 15), la ecuación de transferencia de energía por unidad de área y tiempo es muy similar a la anterior (Ec. 14), pero con la diferencia de que el coeficiente de transferencia de calor h'_{HTC} es sensiblemente más pequeño que el coeficiente h_{IHTC} expresado en la ecuación anterior. De igual forma, la temperatura de la herramienta debe ser sustituida por la temperatura del aire de contacto (T_a).

$$P_{eff\text{-}convección} = h'_{HTC}(T_w - T_a) \qquad \text{(Ec. 15)}$$

Por último, para calcular la energía efectiva por unidad de área y de tiempo transferida por radiación hay que considerar la existencia de pequeñas áreas o zonas en el entorno de ambas superficies que intercambien radiación entre ellas, dependiendo de su orientación y de su geometría. De esta forma, se utiliza la ecuación de transferencia de calor (Ec.16) desde un área o zona caliente A_i hacia un área o zona fría A_j, donde ε_{eff} es la emisividad efectiva, σ_s es la constante de Stefan-Boltzmann, F_{ij} es la fracción de energía de la zona caliente y T_i y T_j son las temperaturas de la zona caliente y fría, respectivamente.

$$P_{ij} = \varepsilon_{eff}\sigma_s F_{ij} A_i\left(T_i^4 - T_j^4\right) \qquad \text{(Ec. 16)}$$

Como se ha mencionado en el primer párrafo de este apartado, es importante conocer la conductividad térmica de la herramienta ya que el calor generado durante el proceso se difunde a través de las herramientas hacia el exterior y puede afectar a sus propiedades termo-mecánicas y microestructurales. Es muy importante señalar que el proceso de transmisión de calor desde la pieza de trabajo hacia la herramienta (componente a

temperatura más baja) a nivel local depende de las zonas de contactos entre la superficie del material de trabajo y la superficie de la herramienta. Por esta razón, en el trabajo de P. Akerström [12] se analizan las consecuencias que tiene para la transmisión del calor el hecho de que la oxidación o modificación de la superficie de trabajo provoque que su unión a la superficie de la herramienta no sea homogénea sino formada por una sucesión de picos y cavidades, como se observa en la Figura 2. En las zonas de unión la transmisión de calor (P_c^{spot}) se hace de manera conductiva y es determinada por la presión de contacto, el deslizamiento relativo, y las condiciones superficiales. En las zonas donde se presentan cavidades, el calor se transmite en forma convectiva por medio del gas presente en la zona, (P_c^{gas}) y por medio de radiación térmica (P_r).

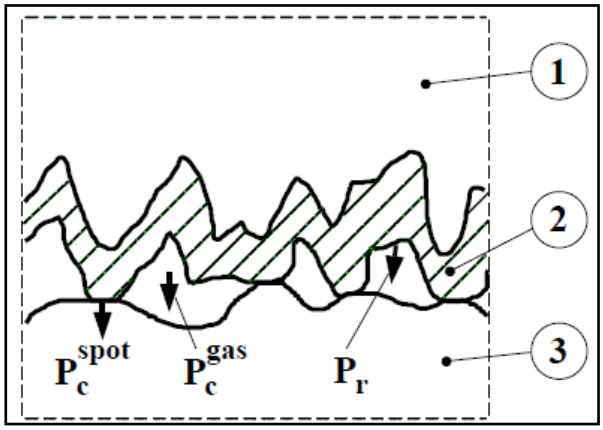

Figura 2. Recubrimiento de óxido (denominada "2") entre la superficie del material de trabajo ("1") y la superficie de la herramienta ("3"). (*P. Akerström,* [12]).

1.1.3. Modelos de transformación microestructural basados en la difusión.

Durante los últimos años se han desarrollado y descrito matemáticamente modelos microestructurales fundamentados en procesos difusionales, caracterizados por la difusión de átomos de elementos a corto y largo alcance, y en procesos no difusionales o displacivos, caracterizados porque la transformación no es difusional sino mediante un mecanismo cooperativo y ordenado como, por ejemplo, la transformación austenita-martensita en el acero.

Entre los procesos de tipo difusional existen varios modelos que describen el crecimiento de una fase cuando el material está sometido a unas condiciones térmicas y mecánicas determinadas. Estos modelos se caracterizan por el transporte de materia desde los puntos de concentración más elevada a los puntos más bajos para la formación de fase nueva. Se activan flujos de materia y la rapidez o lentitud del crecimiento de la nueva fase están relacionadas con la rapidez de la difusión de los elementos a través del material, siendo procesos controlados por difusión. Entre ellos destaca la ecuación de M. Avrami

[13,14,15,16], que se caracteriza por expresar la velocidad de crecimiento durante un enfriamiento continuo de un material (Ec. 17). En esta ecuación b y n son constantes del proceso que se ajustan una vez realizados varios ensayos experimentales. Por otra parte, también existen otros modelos, como los propuestos por J. S. Kirkaldy y D. Venugopalan [17,18] y por M. V. Li et al. [19,20], este último para ensayos de enfriamiento continuo, que relacionan la velocidad de transformación de una fase con la composición química, la temperatura, la energía de activación para el proceso (Q), el tamaño de grano de la fase madre o inicial (N) y la propia fracción de fase transformada (x) (Ec. 18).

$$\dot{x} = b\, n\, t^{n-1} e^{-bt^n} \qquad \text{(Ec. 17)}$$

$$\dot{x} = f(\text{composición}, T, Q, N)\cdot f(x) \qquad \text{(Ec. 18)}$$

Pero durante un proceso de estampación a alta-media temperatura también existen transformaciones que se producen sin necesidad de que se activen procesos difusivos de materia. Estas transformaciones reciben el nombre de displacivas o “militares”, y se caracterizan por ser movimientos de varios átomos, coordenados, de corto alcance y en torno a una posición inicial de equilibrio que se producen cuando el material alcanza un estado termodinámico inestable que provoca la transformación. Como consecuencia de ello, y si el material tiene composición cristalina, se producen cambios en el volumen elemental del material por medio de la variación del parámetro de red de su estructura cristalina. La reacción sólida no-difusional más conocida es la transformación austenita-martensita, que ocurre en aceros cuya composición en carbono es lo suficientemente elevada para generar fase martensítica durante el proceso de enfriamiento fuera del equilibrio termodinámico. Numerosos autores han desarrollado y propuesto modelos y ecuaciones de transformación de la austenita en martensita, pero quizás la más estudiada durante las últimas décadas ha sido la desarrollada por Koistinen y Marburger [21] (Ec. 19) que relaciona la fracción de martensita transformada durante el enfriamiento de un acero x_m con la fracción de fase austenítica inicial x_a. El parámetro α es una constante característica del material y M_s es la temperatura de inicio de la transformación martensítica.

$$x_m = x_a \left(1-e^{-\alpha(M_s-T)}\right) \qquad \text{(Ec. 19)}$$

1.2. Procesos de estampación de aleaciones ligeras (aluminio-magnesio-litio). Estampación a temperatura media ("warn stamping").

Durante los últimos años se han desarrollado, sobre todo en la industria aeronáutica y del automóvil, piezas fabricadas a partir de aleaciones de base de aluminio, aleadas con magnesio o litio, con los objetivos de reducir el peso y producir un aumento del rendimiento energético-económico y una mejora de las condiciones medioambientales. En concreto, para aleaciones con base aluminio, las ventajas son sus buenas propiedades mecánicas en relación a su baja densidad, buena resistencia a la corrosión, ductilidad y buenas propiedades de conductividad térmica y eléctrica. Su bajo punto de fusión, en torno a los 780 ºC, hace que puedan trabajarse a temperaturas medias-bajas, reduciéndose así los costes energéticos y económicos para su elaboración. De esta forma, se puede obtener un producto donde los granos microestructurales estén orientados a lo largo de una dirección, proporcionando al producto final mejores propiedades de resistencia y fatiga mecánica, a temperaturas y presiones moderadas. Otro de los más importantes beneficios del uso de aleaciones ligeras con base de aluminio, en la industria de la automoción y del automóvil, es la reducción en emisión de CO_2 al disminuir considerablemente el peso del vehículo, sin perder propiedades estructurales. Una disminución de 2 kg de acero implica, aproximadamente, una reducción de 10 kg de CO_2 [22]. Por último, el aluminio mejora a las aleaciones ferrosas en la capacidad de reciclabilidad. En este sentido se han realizado varios estudios, como el realizado por K.J. Martchek [23], que demuestra que el proceso de formación de aluminio, a partir de material reciclado, consume una energía relativamente baja. Las principales aleaciones con base de aluminio que se utilizan para elaborar piezas bajo deformación a alta-media temperatura vienen representadas en la Tabla 1.

Tabla 1. Aleaciones de aluminio utilizadas en procesos de forjado [24].

Grupo aleación	Elemento aleación en mayor concentración
1XXX	Aluminio con el 99 % mínimo de pureza
2XXX	Cobre
3XXX	Manganeso
4XXX	Silicio
5XXX	Magnesio
6XXX	Magnesio y silicio
7XXX	Cinc
8XXX	Otros elementos
9XXX	No usado

Existen un gran número de aleaciones de aluminio que van desde aleaciones de baja resistencia mecánica (aluminio tipo 1100 y 6061) hasta aleaciones de alta resistencia (aluminio tipo 7075), según lo expuesto H. Öztürk sobre análisis de procesos de deformación

de aluminio [24]. Las designaciones del aluminio están a cargo de la Aluminium Association (AA) y se estipulan en la norma H35.1 de la American National Standars Institute (ANSI) [25].

Todo el estudio llevado a cabo durante los últimos años sobre la forjabilidad del aluminio ha llevado principalmente a dos campos de investigación, conjunta y separadamente. Por un lado, el referente a las propiedades de deformación a media temperatura de las aleaciones de aluminio. Este campo de investigación ha llevado a desarrollar modelos realizados mediante el Método de Elementos Finitos (MEF), como el propuesto por O. C. Zienkiewicz, R. L. Taylor [26], para poder comprobar las temperaturas de piezas más complejas durante procesos de deformación simulados. De esta manera, todo este conocimiento ha servido como punto de inicio para avanzar en la profundidad del conocimiento del comportamiento de aleaciones de aluminio y aluminio-magnesio cuando son deformadas, al igual que para establecer relaciones entre la distribución de temperaturas entre los componentes de las herramientas y el propio material de la pieza. El trabajo de N. Abedrabbo et al. [27] es uno de los más completos que se han realizado durante los últimos años sobre este tema. En este trabajo se desarrolló un modelo mediante MEF que calculaba las temperaturas más óptimas para la formabilidad de dos aleaciones de aluminio utilizada en la industria del automóvil (AA5182-O y AA5754-O). En este estudio, además, se muestra que una de las características más importantes es que el punzón ("punch") debe mantenerse a una temperatura lo más baja posible para aumentar la profundidad deformada de la lámina de aluminio.

En referencia a las líneas de investigación de nuevas técnicas para la formabilidad de aleaciones ligeras, durante los últimos años se han desarrollado varias de ellas, entre las que destaca el "hydroforming" o el forjado hidráulico. Esta técnica consiste en el forjado de una lámina a través de un punzón con un medio líquido (aceite o agua) que actúa sobre el lado opuesto de la lámina y que ayuda a deformarla conjuntamente con el punzón. Si la temperatura del proceso está por debajo de la temperatura de recristalización del material de la lámina, entonces el "hydroforming" se denomina "warm hydroforming". En este sentido, en los últimos años destaca el trabajo de E. Billur [28], que desarrolló un estudio del proceso de hidroforjado tibio de láminas de acero inoxidable. En la Figura 3 se observa un gráfico donde se explica el proceso de "warm hydroforming", donde se observa como el punzón ("punch") actúa sobre la lámina ("blank") y el flujo presurizado ("pressurized fluid") actúa sobre la cara opuesta a la lámina. El punzón, La temperatura de la matriz ("die") y de la mordaza actúan de zonas refrigerantes del proceso. H. Choi et al. [29,30] ha estudiado en profundidad el hidroforjado de aleaciones de Al y Mg, estudiando los perfiles de carga, para diferentes velocidades del punzón, y la distribución de temperaturas óptimos para producir una mayor profundidad de deformación mediante aplicación de MEF combinados con técnicas de lógica difusa. De este estudio se obtuvo que para obtener una mayor deformación es preciso mantener la temperatura del punzón a temperatura ambiente y las temperaturas de la

mordaza y de la matriz a 100 ºC. De igual forma, también se obtuvieron las condiciones de presión de fluido y presión en la mordaza óptimas para lograr la máxima profundidad de deformación.

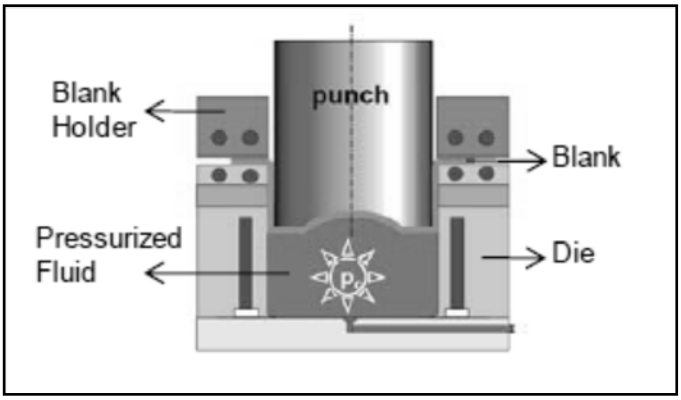

Figura 3. Sistema de forjado hidráulico (*E. Billur*, [28]).

Todo esto demuestra que el forjado de aleaciones ligeras, sobre todo de aluminio, ha experimentado un gran desarrollo durante los últimos años, en condiciones de temperatura media. Es evidente que las propiedades requeridas para un punzón utilizado en procesos a alta temperatura no son las mismas que las necesarias para procesos de estampación a temperatura media, por lo que la selección y configuración de los dispositivos de estampación dependerán, de igual forma, de las propiedades físico-mecánicas del punzón y del futuro funcionamiento en servicio de la pieza de trabajo. Por ello, y ante todo, es necesario realizar una selección correcta del material utilizado para la elaboración de los punzones que actúan sobre la pieza de trabajo.

2. Factores generales en la selección de materiales para herramientas en procesos de estampación a alta-media temperatura.

Durante el proceso de estampación es de vital importancia conocer los mecanismos y modos de interacción de las herramientas del dispositivo con su entorno. Por regla general, la herramienta va a estar expuesta a un ambiente agresivo, durante el proceso de conformado y en su vida en servicio, debido a las temperaturas, velocidades de deformación, fatiga térmica y desgaste, pudiéndose originar en el material una inestabilidad mecánica que da lugar a la aparición y propagación de grietas a través del mismo. Debido a esto, la optimización de las propiedades mecánicas de los aceros utilizados para la fabricación de componentes para la estampación a alta-media temperatura ha experimentado un gran desarrollo durante los últimos años. Los principales campos de investigación han sido el desarrollo de nuevas aleaciones, el aumento del rendimiento en los procesos de conformado y la optimización en el diseño de la herramienta. Dentro del primer campo, la principal motivación ha sido aumentar

las propiedades termo-mecánicas de la herramienta para aumentar su eficiencia y vida útil. La mejora en la resistencia mecánica, dureza, tenacidad y estabilidad dimensional está relacionada con una alta fiabilidad del trabajo de la herramienta (baja probabilidad de rotura), y la mejora de las propiedades de resistencia a la fatiga y tenacidad a la fractura tiene como consecuencia una alta vida en servicio.

Debido a ello, uno de los principales objetivos ha sido modificar la microestructura del material para tener una respuesta satisfactoria en las condiciones anteriormente expuestas. La microestructura se modifica por la adición de nuevos elementos de aleación y por la variación del tiempo y temperatura en los procesos térmicos durante el conformado del material. Un campo de investigación muy desarrollado ha sido el estudio de la precipitación y formación de nitruro-carburos de elementos presentes en el acero durante enfriamientos controlados. La modificación de la composición del material da lugar a la aparición de nuevas fases de equilibrio que precipitan durante el enfriamiento del material. Los precipitados actúan como inhibidores al crecimiento de grano y como zonas de nucleación de fases metalográficas aumentando la tenacidad del material. Por otra parte, otro campo muy importante de investigación ha sido el estudio de los procesos térmicos de calentamiento-enfriamiento que dan lugar a la transformación volumétrica de la microestructura inicial del material de partida en otra constituida por una cantidad determinada de fases metaestables. Tanto en un caso como en otro, los resultados han demostrado que modificaciones de la microestructura de partida del material utilizado para la elaboración de una herramienta originan mejoras sensibles de sus propiedades termo-mecánicas.

Las principales propiedades de los materiales, para su selección como herramientas de procesos de estampación, son su capacidad de endurecimiento, resistencia al desgaste, tenacidad a la fractura y resistencia a la fatiga térmica y mecánica. En el primer caso, la capacidad de endurecimiento del material se define como la mayor profundidad a la que puede ser endurecido un material. El endurecimiento depende de la composición del material, y es medido por el factor de endurecimiento D_1, medido en unidades de longitud. En el caso de los aceros, este factor está relacionado a la profundidad desde la superficie a la cual la microestructura del acero tiene un 50 % en estructura martensítica transformada. La resistencia al desgaste es fundamental, ya que se trata de evitar la variación en la forma y en las dimensiones de la herramienta provocada el desgaste abrasivo, corrosivo, químico o adhesivo. Por ello, la herramienta tiene que tener una dureza muy elevada, y que esta dureza se mantenga intacta durante toda su vida en servicio, sobre si la herramienta está expuesta a temperaturas altas.

A continuación se muestran estudios hechos para varios aceros seleccionados por T. Altan [31] donde se observan las respuestas de una serie de aceros seleccionados a diferentes ensayos mecánicos. En la Figura 4 se muestra la resistencia al ablandamiento por parte de

una serie de aceros para herramientas después de estar expuestos 10 horas a las temperaturas señaladas, donde los valores de las durezas Rockwell C están escritos en paréntesis. La dureza inicial de todos los aceros, excepto del H21 (47 HRC), fue de 49 HRC.

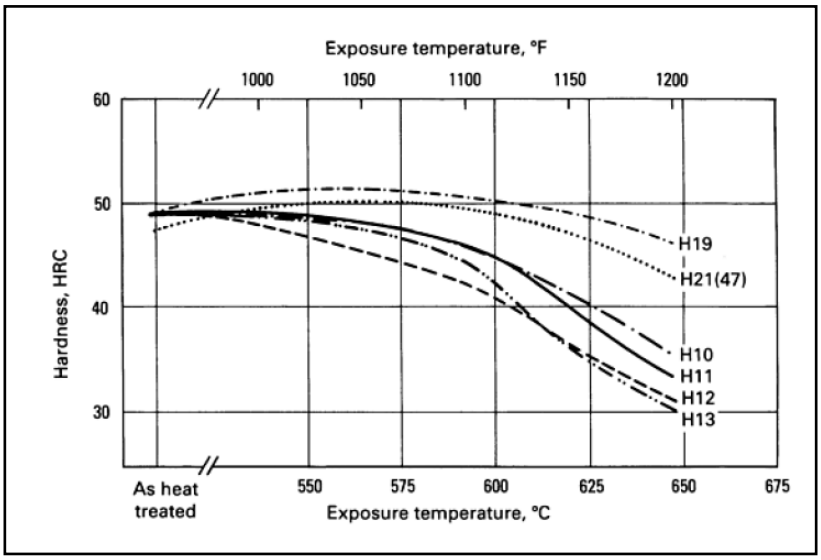

Figura 4 Resistencia al ablandamiento de aceros para herramientas mantenidos a la temperatura determinada durante 10 horas (*T. Altan* [31]).

El gráfico muestra que para largos periodos de temperatura, los aceros de alta aleación H19, H21 y H10 (modificado) mantienen su dureza mejor que los aceros de aleación media, como el acero H11. La resistencia a la deformación plástica es otro de los factores determinantes en la selección de materiales para herramientas. En el caso de aceros, el límite elástico disminuye con la temperatura para todos los aceros y depende de la dureza inicial del acero. Como se observa en la Figura 5, el límite elástico del acero H11 (a un nivel inicial de deformación plástica del 0,2 %) con una dureza inicial de 48,5 HRC tienen siempre un mayor límite elástico que los aceros H11 con durezas menores.

La tenacidad y la tenacidad a la fractura son los siguientes factores clave a la hora de seleccionar un acero para herramienta. La tenacidad se define como la capacidad de un material de absorber energía sin llegar a la fractura. La tenacidad es una combinación de resistencia y de ductilidad, o capacidad de deformación plástica del material. La Figura 6.A muestra la ductilidad de varios aceros utilizados para herramientas. En la figura se observa que los aceros con una concentración media en elementos de aleación, como el acero H11, tienen una ductilidad mayor que los aceros con mayor concentración de elementos de aleación, como el acero H19. Por otro lado, la capacidad de tenacidad a la fractura se define como la resistencia de un material a su fractura y, en términos microscópicos, es una medida de la energía necesaria que un material determinado debe absorber para que una grieta alcance el tamaño crítico (a_0) que le permite propagarse de manera catastrófica (rotura) por el material. Este factor se mide con ensayos de tipo Charpy V, y mide la cantidad de energía

absorbida y necesaria para que se fracture el material. Los resultados el test Charpy V también se puede interpretar como la tenacidad del material para altas velocidades de deformación.

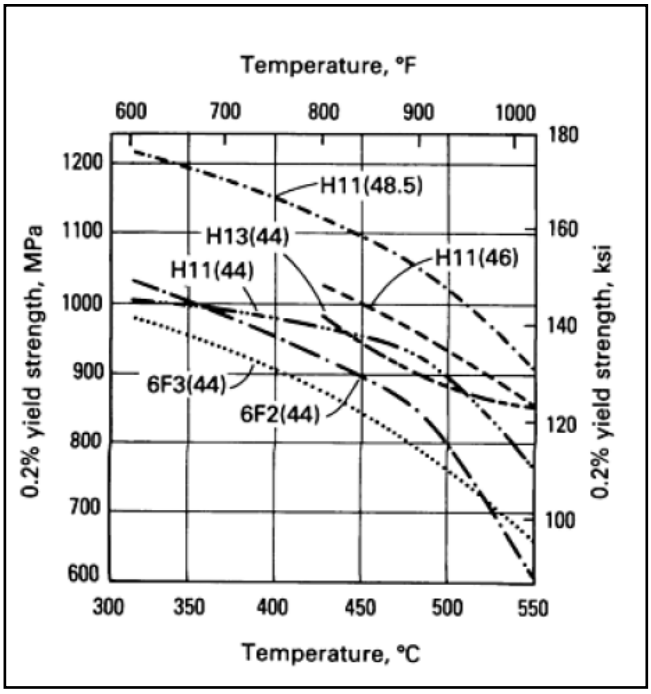

Figura 5. Límite elástico de varios aceros utilizados como herramientas (*T. Altan* [31]).

Los datos mostrados en la Figura 6.B muestran que la tenacidad a la fractura decrece a medida que aumenta la concentración media de elementos de aleación en los aceros. Algunos aceros con una concentración de elementos de aleación media-baja como los aceros tipo H11, H12 y H13 tienen una mayor resistencia a la fractura que aceros con una mayor concentración de elementos de aleación, como los aceros tipo H14, H19 y H21. Aún así, estos aceros tienen una buena resistencia al desgaste y resistencia a la deformación plástica que los primeros.

La tensión térmica y la fatiga también resultan factores decisivos a la hora de seleccionar un material para elaborar una herramienta. Uno de los principales problemas en materiales que están sometidos a temperaturas medias y altas es la aparición de gradientes térmicos entre el centro de la herramienta y su superficie debida, por ejemplo, a la falta de homogeneidad en la estructura del material. Como consecuencia, se inducen tensiones térmicas que pueden afectar a la estructura de la herramienta y provocar fracturas o deformaciones de la misma. Para esta situación, hay que tener en cuenta que las herramientas hechas con materiales de una conductividad térmica elevada tienen menos propensión a la tensión térmica, ya que el calor se difunde de manera muy rápida y homogénea en todos los puntos de la herramienta, minimizando las tensiones térmicas. Por otra parte, además de la conductividad, el coeficiente de expansión térmica es otro parámetro

clave a la hora de evaluar las tensiones térmicas inducidas por gradientes de temperatura. Los materiales con una mayor expansión térmica son más propensos a sufrir tensiones térmicas.

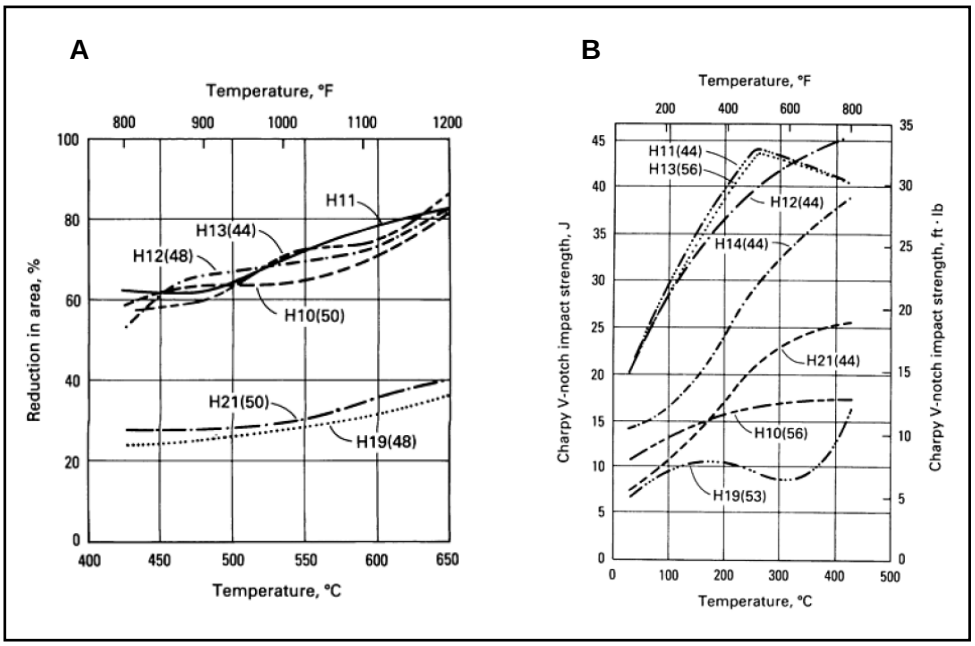

Figura 6. A) Ductilidad y B) Efecto de la dureza, composición y temperatura en el ensayo Charpy V de aceros utilizados para herramientas. (*T. Altan* [31]).

La resistencia a la fatiga de una herramienta depende del estado de su superficie, de las cargas aplicadas durante los ciclos de vida en servicio y de la temperatura promedio del entorno. Junto a esto, también pueden surgir problemas de desgaste de la herramienta que dificulten y perjudiquen el rendimiento del proceso. Los dos principales problemas son la aparición de microgrietas en la herramienta que conducen al fallo del material, y la transferencia de material desde la pieza de trabajo, sobre todo si está recubierta, a la superficie de la herramienta. Normalmente, las microgrietas se originan en zonas de alta tensión, como huecos, agujeros, recodos o zonas con una curvatura muy pronunciada. Debido a ello, se han de hacer tratamientos superficiales que refuercen o modifiquen zonas de alta propensión a la formación de grietas de fatiga, por lo que la capacidad de tratar superficialmente un material es un aspecto clave a la hora de seleccionarlo para la elaboración de una herramienta. En el caso de los aceros, aquellas aleaciones que tengan más facilidad o condiciones para ser nitrurados y formar capas o recubrimientos serán candidatos ideales en el proceso de selección del material.

Por otra parte, el hecho de que el proceso de conformado se realice a alta temperatura significa que pueden aparecer efectos simultáneos como oxidación, ablandamiento térmico, procesos de difusión entre la superficie de la herramienta, o cambios microestructurales. En la Figura 7 se observa las zonas o cavidades propensas a generar microgrietas de fatiga en una

herramienta utilizada para estampación mediante 1) desgaste abrasivo, 2) fatiga térmica, 3) fatiga mecánica y 4) deformación plástica.

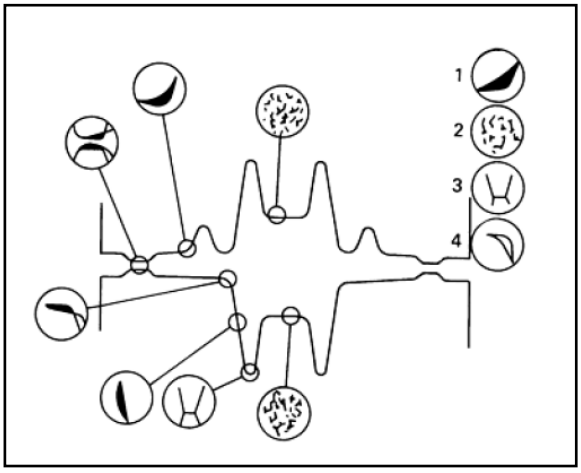

Figura 7. Mecanismos comunes de fallo en herramientas utilizadas en procesos de estampación (*T. Altan* [31]).

Durante procesos de estampación, a temperatura alta o media, hay que tener en cuenta la aparición de capas de óxidos entra la superficie de la herramienta y de la pieza de trabajo que actúan como inhibidoras del desgaste de la herramienta, por lo que resulta de vital importación seleccionar un acero con una composición óptima para la formación de estas capas de protección. De igual forma, si el proceso de estampación se realiza sobre metales con bajo punto de fusión, como el aluminio, es interesante seleccionar un acero que, a las temperaturas en torno al punto de fusión del material de trabajo, pueda formar una capa de óxido lo suficientemente estable para que pueda proteger, de manera efectiva, el desgaste de la herramienta.

En el momento actual, los estudios más importantes que se han hecho sobre tribología en procesos de estampación a media y alta temperatura tienen en común la enorme complejidad que tiene representarlos, a escala laboratorio. Los dos principales problemas son las altas velocidades de estampación, muy difíciles de replicar en ensayos de laboratorio, y la formación de óxidos y de restos de materia abrasiva (“debris”) que alteran la interacción entre la superficie de la herramienta y de la pieza de trabajo. Sin embargo, si se han hecho estudios y análisis estudiando los aspectos tribológicos en determinados procesos. Por ejemplo, algunos autores como C. Vergne et al. [32] han estudiado la influencia de los óxidos en procesos de laminación a alta-media temperatura. Como conclusión, en estos estudios se demostró que hay capas de óxidos que reducen la fricción entre la herramienta y la pieza de trabajo, y otras capas de óxidos que la aumentan. Los primeros son óxidos con una adherencia baja, que forman un “tercer cuerpo” o capa que suaviza y reduce las tensiones superficiales entre la superficie de la herramienta y de la pieza. Los segundos, sin embargo,

son óxidos con una capacidad de adherencia elevada y tienen un efecto contrario a los anteriores, contribuyendo a aumentar la fricción y el desgaste del sistema herramienta-pieza de trabajo. De igual forma, estos mismos autores realizaron estudios en cada una de las etapas de los ensayos de desgaste “pin on disc” llegando a la conclusión de que, al principio del ensayo, el coeficiente de fricción aumentaba debido al aumento de las tensiones superficiales de cizalla y como consecuencia de la unión inicial entre la capa oxidada del pin, fabricado con el material utilizado para la elaboración de la herramienta, y la capa superficial del disco, elaborado con material característico de la pieza de trabajo. J. Jiang et al. [33] estudió la formación de capas a partir de los restos de partículas (“debris”) originadas en el propio proceso de desgaste. El “debris” puede salir de la zona de interacción entra la superficie de la herramienta y la superficie de la pieza de trabajo. En este caso, las partículas no influyen en la formación de capas protectoras y, por lo tanto, el desgaste aumenta. Si el “debris” queda atrapado en la zona de huellas generadas durante el desgaste, puede producirse una trituración, compactación y sinterización-oxidación que genere una capa más extensa de material vidrioso. Esta capa es muy protectora y, por lo tanto, ralentiza el ritmo de desgaste. Sin embargo, estas capas vidriosas son frágiles y pueden romper en determinadas zonas y perder, de esta forma, el poder protector de la misma. A temperaturas altas, la formación de capas de protección es más estable y el efecto protector se nota de una manera más sensible, como se había demostrado previamente en el estudio de F. H. Stott y M. P. Jordan [34].

2.1. Desarrollo de técnicas computacionales en la selección de material para las herramientas en un proceso de forja-estampación.

En el anterior apartado se han enumerado los factores generales que influyen y condicionan la selección de un material adecuado para la elaboración de una herramienta. Pese a ello, existe una enorme complejidad a la hora de seleccionar un material adecuado ya que son varios factores los que condicionan el rendimiento de la herramienta durante su vida en servicio. Por eso se hace necesario buscar métodos y sistemas de selección de materiales que tengan en cuenta todos estos aspectos y proporcione una lista de materiales candidatos con un error mínimo y una probabilidad de acierto elevada.

Durante los últimos años, se han desarrollado algoritmos y métodos de selección para determinar los materiales más idóneos para elaborar punzones y otros dispositivos característicos de procesos de estampación a alta y media temperatura. La mayor parte de estos procesos han visto un gran desarrollo a partir de la década de los ochenta con la aplicación de técnicas de inteligencia artificial (IA) [35]. La selección de materiales para herramientas es un proceso complejo que demanda un alto nivel de conocimiento por parte

del diseñador adquirido durante años de experiencia. Sin embargo, la aplicación de estos sistemas ha logrado minimizar, de alguna forma, la dependencia del proceso de selección y diseño de la herramienta de la experiencia, talento y conocimiento del diseñador. De esta forma, un sistema automatizado da lugar a procesos de diseño y planificación con menos probabilidad de error, más rápida y más eficiente económicamente, aunque la decisión final siempre corresponda al ingeniero o científico.

Desde el punto de vista de la selección de materiales, hay dos enfoques secuenciales para obtener una mayor probabilidad de acierto en la selección y diseño final de la herramienta. El primer enfoque está relacionado con el estudio o la evaluación de la capacidad de deformación de la pieza de trabajo durante su conformado. La evaluación de las características generales, intrínsecas y extrínsecas, del material de trabajo resulta muy útil para hacer un diseño y selección optimizados de la herramienta. Durante los últimos años se han desarrollado procesos de IA en base a este enfoque. Entre ellos hay que destacar el trabajo hecho por M. Shpitalni y D. Saddan [36], quienes utilizaron métodos heurísticos para determinar el problema del doblado del material durante un proceso de conformado y de la selección de la herramienta correspondiente. En el trabajo de M. Tisza [37] se desarrolló un sistema basado en principios de tecnología de grupos para realizar un reconocimiento de características, una selección de materiales, una óptima secuencia de operación y una selección adecuada del material de la herramienta [38]. También cabe destacar el trabajo de T. Giannakis y G. C. Vosniakos [39], en el cual se diseñó un sistema para planificación de procesos de elaboración de moldes. El sistema incluía los cálculos iniciales de diseño, la planificación del proceso y la selección del material de las herramientas.

El segundo enfoque consiste en el desarrollo de un sistema inteligente de selección de materiales para herramientas utilizadas en procesos de estampación, como el diseñado por K. Shailendra [40]. La selección de materiales se realiza a partir de una base de datos y aplicando una serie de reglas de selección denominadas “IF-THEN”. De esta manera, se selecciona el material más idóneo para la fabricación de la herramienta. Los criterios en los que se fundamenta este proceso de selección se basan en determinar los mecanismos de fallo de la herramienta. Para ello, se establecen una serie de etapas que consisten en la identificación del tipo de desgaste (abrasivo, adhesivo o mixto), del riesgo de que haya deformación plástica (relacionada con la dureza o con la complejidad en la forma de las piezas a producir), del riesgo de que aparezcan grietas y del número de dispositivos totales que forman la configuración de la máquina de procesado. Otros autores, como S. Kumar [41], también han propuesto el diseño de otros sistemas inteligentes para seleccionar el material adecuado para moldes o herramientas.

En todos los casos descritos, la característica general es la utilización de sistemas que ahorren tiempo y recursos a la hora de seleccionar un material adecuado. Es necesario

especificar cada una de las interacciones que tienen lugar durante el proceso de forjado-estampación de una lámina de un determinado material. Sin embargo, un mejor diseño de estos algoritmos estará siempre vinculado a un conocimiento más profundo de los procesos de interacción macro y microestructurales de la herramienta con el material de trabajo. Uno de estos procesos más importantes son los relacionados con la tribología del sistema herramienta-pieza de trabajo.

3. Influencia de los elementos de aleación en la microestructura de los aceros.

Los materiales para herramientas utilizados en procesos de forja-estampación tienen unas características especiales. Las herramientas soportan el doble de carga que las herramientas utilizadas para estampación a alta-media temperatura y tienen que aguantar una temperatura mayor que las herramientas utilizadas en los procesos de estampación en frío, teniendo que soportar tensiones térmicas mayores. En los procesos de estampación a temperaturas medias se suelen seleccionar aceros específicos [25,31] pero muchas veces el uso de estas herramientas sin ningún tipo de tratamiento térmico previo produce una pérdida de propiedades por el desgaste al que se ven sometidas durante su vida en servicio. Por eso se necesitan aceros con una alta resistencia mecánica, resistencia al desgaste y deformación, una tenacidad a la fractura considerable, además de que mantengan todas estas propiedades a las temperaturas (600 - 900 ºC) de servicio.

La mejora de las propiedades mecánicas, como la dureza o la resistencia al desgaste de una herramienta, está relacionada con la capacidad del material de ser mejorado por la aplicación de tratamientos térmicos que transformen sus propiedades superficiales (formación de carburos o nitro-carburos) o sus propiedades volumétricas. Por lo tanto, la influencia en el rendimiento de una herramienta va a estar relacionada directamente con su composición química. Se hace necesario tener una idea general de la influencia de los distintos elementos de aleación en la microestructura de los aceros utilizados para la elaboración de herramientas, sobre todo en su capacidad para inducir transformaciones microestructurales cuando los aceros son sometidos a diversos tratamientos térmicos.

3.1. Características generales de la transformación austenita-bainita y austenita-martensita.

La transformación de la austenita durante el enfriamiento fuera del equilibrio se produce mediante dos tipos de mecanismos. El primero consiste en una reordenación total de la estructura mediante rotura y formación de enlaces atómicos. Este mecanismo requiere una movilidad alta de los átomos por lo que la temperatura del proceso debe ser elevada para que

pueda haber un reagrupamiento atómico nuevo. El mecanismo se denomina difusivo y origina fase ferrítica de no equilibrio [42]. El segundo mecanismo se activa cuando hay un enfriamiento brusco y la movilidad de los átomos es baja. En este caso, la transformación de austenita se produce mediante un movimiento coordinado de átomos, produciéndose una deformación homogénea de la estructura cristalina inicial (estructura cúbica centrada en las caras o FCC). Este mecanismo se denomina displacivo y se originan fases de no equilibrio, o metaestables, como martensita, bainita o ferrita de Widmanstäten, según los trabajos realizados por H. Matsuda y H. K. D. H Bhadeshia [16,43]. La mejora de propiedades mecánicas como dureza o estabilidad dimensional obtenidas en determinados aceros, por medio de tratamientos térmicos, está relacionada con la presencia en la microestructura final del acero de fase bainítica y, sobre todo, martensítica [44]. Ambas fases aumentan considerablemente la dureza de la pieza, mejorando y aumentando su posterior rendimiento y vida en servicio, respectivamente. Por ello, resulta útil conocer las características y los mecanismos fundamentales de la transformación austenita-ferrita, austenita-bainita y austenita-martensita, como se ve a continuación.

El mecanismo de transformación de la austenita en ferrita durante un enfriamiento en situación de no equilibrio se caracteriza por la rotura, difusión y reagrupamiento de átomos en nuevas estructuras cristalográficas. La rotura de enlaces está asociada con la frecuencia de vibración de los átomos en torno a sus posiciones de equilibrio y, por tanto, se trata de un proceso activo desde el punto de vista térmico. Es un proceso difusional, en el que hay un transporte o difusión de materia a nuevas posiciones de equilibrio para configurar la nueva fase.

La transformación bainítica en aleaciones Fe-C se caracteriza por ser un proceso parcialmente difusivo a una temperatura media en el cual se forman placas de ferrita supersaturada con carbono. Dependiendo de la temperatura de transformación, hay precipitación de carburos en el borde de grano de la ferrita (bainita superior) o bien en su interior (bainita inferior). En la bainita superior el carburo formado es la cementita, y en la bainita inferior, antes de que se forme, precipita el carburo ε, similar al que se origina en el proceso de revenido de la martensita.

Por otra parte, la transformación austenita-martensita es un cambio de fase de primer orden sin difusión. Como se ha mencionado anteriormente, esta transformación se origina mediante un movimiento coordinado de corto alcance de los átomos durante la transformación. Como consecuencia del proceso, se produce una transformación de fase austenítica (estructura FCC) a la estructura metaestable tetragonal centrada en el cuerpo (BCT). La transformación tiene como característica movimientos atómicos menores que un espaciado atómico realizados de manera ordenada y cooperativa a velocidades próximas a la del sonido en un cristal.

3.2. Influencia de los elementos de aleación en el campo de estabilidad del acero.

Los diferentes elementos de aleación pueden influenciar de una forma u otra en la estabilidad o transformación de la austenita en ferrita. Los elementos gammágenos ralentizan la transformación de la austenita a ferrita y favorecen la formación de fases metaestables como la martensita o la bainita con mejores propiedades de resistencia mecánica, según el trabajo de M. Maalekian [45]. Dentro de los elementos gammágenos hay que distinguir entre los que abren, Figura 8.A, y los que ensanchan el campo austenítico, Figura 8.B. La abertura del campo austenítico significa la disminución de la temperatura de estabilidad inferior de la austenita (A_3) a medida que aumenta la concentración de carbono en el acero. Entre estos elementos se encuentran el níquel (Ni), el cobre (Cu) y el manganeso (Mn). El ensachamiento del campo austenítico hace referencia al aumento del rango de temperatura para el cual es estable la fase austenítica con fases estables de carburos. Entre los elementos que ensanchan el campo austenítico está, obviamente, el carbono (C). Por el contrario, los elementos alfágenos estabilizan el campo de fases ferrítico cerrando, Figura 8.C, o estrechando el campo austenítico, mostrado en la Figura 8.D. El cromo (Cr), el silicio (Si) y el vanadio (V) cierran el campo de fases austenítico aumentando la temperaturas A_3 a medida que aumenta la composición de carbón en el acero, mientras que el niobio (Nb) estrecha el campo austenítico, reduciendo el rango de temperaturas para el cual los carburos coexisten con la austenita de manera estable y ensanchando el campo de estabilidad ferrita con carburos.

Por lo tanto, los elementos de aleación pueden influir en el diagrama de equilibrio aumentando los límites de estabilidad de la fase austenítica (elementos gammágenos) o bien aumentando los límites de estabilidad de la fase ferrítica (elementos alfágenos). Por otra parte, los elementos de aleación también tienen influencia sobre la cinética de transformación de la austenita en perlita, bainita o martensita [46]. La mayor parte de los elementos de aleación tienen un efecto ralentizador en la transformación de la austenita a la ferrita, induciendo a la formación de fases metaestables como la martensita o la bainita con mejores propiedades de resistencia mecánica [47,48]. La influencia de los elementos de aleación con la transformación austenita-martensita está relacionado con el porcentaje de carbono en disolución. A mayor concentración de carbono, baja la temperatura de inicio de la transformación martensítica (M_S) [3], pero también baja la temperatura final de la transformación (M_F) por lo que a mayor concentración de carbono más alta es la fracción de austenita retenida a temperatura ambiente, siendo ello perjudicial en aceros con usos a ciclos de temperaturas elevados debido a la baja estabilidad dimensional que produce una elevada concentración de austenita retenida.

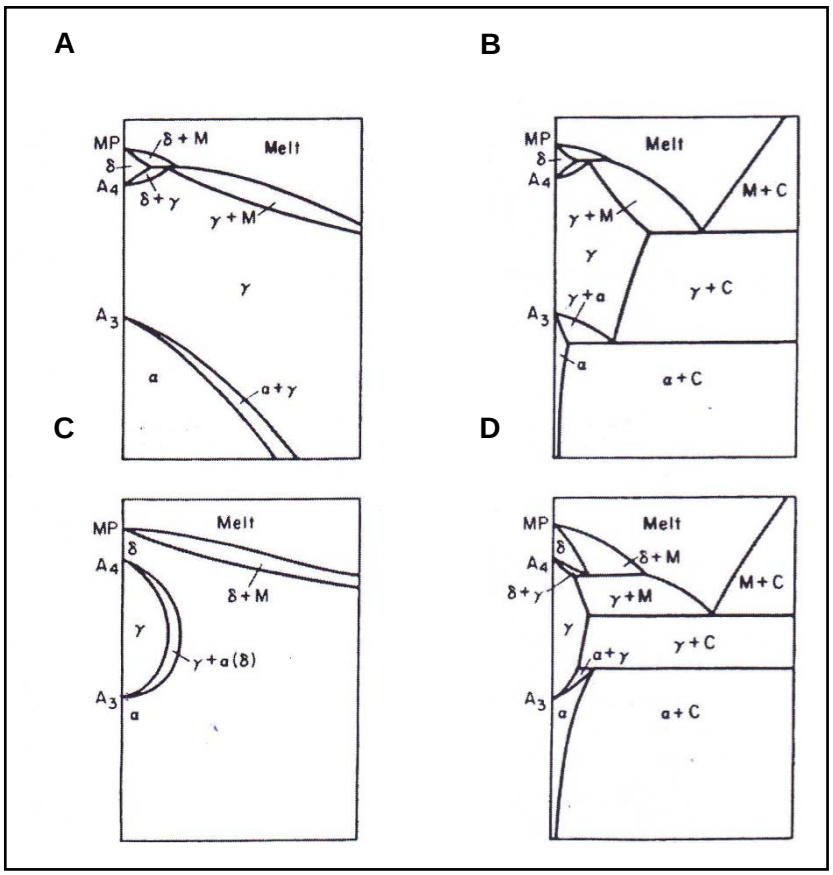

Figura 8. Influencia de los elementos de aleación sobre A) la abertura, B) el ensanche, C) el cierre y D) el estrechamiento del campo austenítico *(M .Maalekian* [45]).

3.3. Efecto de los elementos de aleación sobre la formación de carburos y mejora de las propiedades de las fases obtenidas.

Otra clasificación utilizada para estudiar la influencia de los elementos de aleación está relacionada con su afinidad a formar carburos [45,49]. Entre los elementos afines a formar carburos se encuentran el cromo manganeso, molibdeno, volframio, vanadio, titanio, circonio y niobio. La cantidad de carburo precipitado o disuelto en la matriz como solución sólida viene expresada por la el producto de solubilidad del compuesto en el acero, definida a su vez por una Ley de Arrhenius de solubilidad (Ecs.20-22).

$$x\cdot[M]_d + y\cdot[C]_d \leftrightarrow [M_xC_y] \quad (x \text{ e } y \text{ son números naturales}) \qquad \text{(Ec. 20)}$$

$$k_s = [M]\cdot[C]^{y/x} \qquad \text{(Ec. 21)}$$

$$\log(k_s) = (y/x)\cdot(\log([M] + \log([C])) = A - (B/T) \qquad \text{(Ec. 22)}$$

El factor $[M_xC_y]$ es la concentración del carburo metálico, $[M_x]_d$ y $[C_y]_d$ son las concentraciones en disolución del elemento metálico y del carbono respectivamente, k_s es el

producto de solubilidad del carburo, mientras A y B son constantes propias del compuesto. En la Figura 13 se muestra un gráfico tomado del trabajo de M. Maalekian [45] donde se representa la variación de soluto contenido en la matriz (en % atómico), mostrada en el eje vertical, en función de la variación de la temperatura, mostrada en el eje superior horizontal. En concreto, para los carburos y nitruros de niobio y de vanadio, se observan disminuciones de sus solubilidades al decrecer la temperatura. Esta tendencia siempre se va a tener en cuenta a lo largo del desarrollo de esta tesis doctoral. En el gráfico también se observa la mayor solubilidad de los carbonitruros de vanadio respecto de los carbonitruros de niobio. Esto significa que a medida que aumente la temperatura, los compuestos de vanadio se disolverán más fácilmente en la matriz austenítica que los compuestos de niobio. Por lo tanto, los carbonitruros de niobio tendrán un papel más activo en el control y afino del tamaño de grano que los de vanadio a temperaturas elevadas.

La efectividad de los carburos para endurecer el material depende de la cantidad y del grosor del carburo precipitado, ya que la dispersión fina de los precipitados implica un mayor número de elementos que obstaculizan el avance o crecimiento de grano. Los carburos con estequiometrias y estructuras cristalinas simples forman precipitados finos y dispersos mientras que los carburos con estructuras complejas forman precipitados más gruesos. El grosor del precipitado está directamente relacionado con la energía libre de formación del precipitado, la energía interfacial y la diferencia de tamaños de átomos, según muestra el trabajo de P. Gladman [50] y de H. K. D. H Bhadesia [51].

Por otra parte, los elementos de aleación también influyen en la rapidez de transformación de la austenita, dependiendo incluso si el elemento está disuelto en la matriz o precipitado en forma de carburo. En concreto, se han encontrado trabajos que se refieren al papel del niobio como elemento que afecta a la transformación austenita-martensita. Hay que destacar el trabajo de G. I. Rees et al. [47], donde muestra el efecto que tiene el niobio y sus carburos sobre la cinética de transformación austenita-martensita. Aunque la presencia de mayor cantidad de niobio disuelto en la matriz de austenita tiende a retardar la transformación austenita-ferrita o austenita-bainita, haciendo bajar la velocidad crítica de enfriamiento (V_c) (definida como la velocidad mínima de enfriamiento con la que se obtiene únicamente martensita como fase transformada). Los carburos de niobio formados durante enfriamientos intermedios aceleran de manera considerable la transformación austenita-bainita ya que actúan como zonas de alta nucleación. En este mismo trabajo, además, se observó que, para un largo rango de tamaños de grano, la velocidad crítica de enfriamiento no varía considerablemente, por lo que no se considera un factor dominante influyente en el aumento de la cantidad de austenita transformada. En el trabajo simultáneo realizado por G. Fossaert et al. [48] refuerza la idea de que un aumento de la cantidad de niobio disuelto en la matriz austenítica, antes de enfriarse, aumenta la templabilidad del acero disminuyendo la velocidad

crítica (V_c). Por último, también hay que reseñar que la utilización de vanadio como elemento microaleante en determinados aceros se ha aplicado desde 1950. En base a la estequiometria del carburo que precipita en fases austeníticas o ferritas, puede ser del tipo VC o V_4C_3. Según se muestra en el trabajo de T. N. Baker [52], autores como K. Narita [53] han estudiado la solubilidad del carburo VN, mientras que otros autores como E. T. Turkdogan [54] utilizaron los datos proporcionados de otras investigaciones de la precipitación de carburos de vanadio V_4C_3. Por último, autores como M. Carsí et al. [55] estudiaron la formación de precipitados de carbonitruros de vanadio y titanio durante enfriamientos fuera del equilibrio y su influencia en las propiedades del acero.

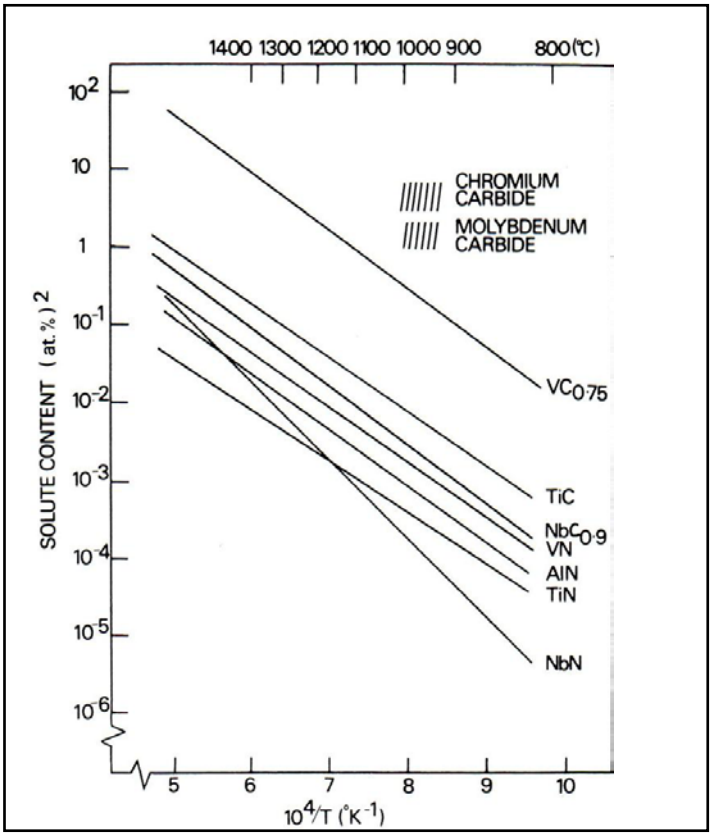

Figura 9. Variación del producto de solubilidad de distintos carburos y nitruros con la temperatura (*M. Maalekian* [45]).

En todos estos trabajos se llega, de manera general, a la conclusión principal de que una precipitación controlada de precipitados de tamaño pequeños de carburonitruros de niobio y vanadio son los causantes de las mejoras de las propiedades mecánicas de los aceros tratados. Por lo tanto, estos estudios han servido como base para inducir mejoras de las propiedades en los aceros utilizados como herramientas a partir de las propiedades de los carburos y fases precipitadas. En particular, resulta interesante observar la mejora de los dispositivos y maquinaria diseñada para procesos de estampación a temperaturas medias y altas durante los últimos años.

Sin embargo, durante los últimos años también han aumentado las necesidades y exigencias de las herramientas limitadas por las propiedades intrínsecas de los materiales con las que están elaboradas. Esto implica la necesidad de desarrollar ingeniería de superficies y tratamientos térmicos con el fin de obtener microestructuras que mejoren las propiedades mecánicas de la herramienta [56]. Se han realizado numerosos estudios que han abarcado comportamientos de recubrimientos y capas depositadas sobre substratos de aceros utilizados como herramientas en procesos de estampación a alta-media temperatura. Uno de los estudios más completos realizados durante los últimos años ha sido el de A. Persson et al. [57], donde se hace una comparación de la deformación y la probabilidad de aparición de grietas en tres tipos de aceros martensíticos para herramientas sometidos a distintos tipos de tratamientos térmicos (nitruración en gas, tratamientos dúplex con nitruración en plasma más recubrimientos por deposición en fase vapor, PVD, o deposición simples de capas simples de CrC y CrN o multicapas de TiAlN). En las muestras analizadas se midieron la temperatura superficial y la deformación que experimentan cuando son sometidas a distintos ciclos térmicos. El estudio demostró que las superficies de los aceros sometidos a tratamientos dúplex (nitruración en plasma y recubrimiento por PVD) para formar una capa de CrN tenían menor propensión a la formación de grietas, pero mayor tendencia a la propagación, que las superficies sometidas a un tratamiento PVD simple. Además, en todos los ensayos realizados, la resistencia a la fatiga térmica, representadas por el tamaño medio y máximo de grieta aparecido y por la densidad de grietas en la superficie, era mayor en los aceros sin tratar que en los tratados superficialmente.

También hay que destacar el estudio realizado por A. E. Özgür et al. [58], donde descubrió una relación directa entre la microdureza de los recubrimientos, realizados por técnica de arco catódico-PVD (deposición física en fase vapor) y su resistencia al desgaste. En concreto, la capa de AlTiN, con una microdureza de 3800 HV tenía mayor resistencia al desgaste (0,075 % de masa perdida) que el recubrimiento realizado con nitruro de cromo (CrN), con una microdureza de 2400 HV y un desgaste de 0,20 % de masa perdida. Por otro lado, también se han realizado estudios de la mejora de la resistencia al desgaste en función de la técnica utilizada para realizar la deposición de la capa. En concreto, autores como T. Polcar et al. [59] demostraron que hay recubrimientos de CrN, también realizados por técnica de arco catódico-PVD a baja intensidad, muy eficientes contra el desgaste y con alta estabilidad a temperaturas altas.

En resumen, decir que en la mayoría de estos trabajos se llega a la conclusión de que todos los aceros tratados mejoran sus propiedades mecánicas con un correcto tratamiento térmico superficial. Sin embargo, las características de los tratamientos térmicos están muy influenciadas por las propiedades mecánicas del material base. Por ello, cuando se desarrolla un nuevo acero es de vital importancia conocer las propiedades mecánicas del mismo, para

posteriormente poder desarrollar tratamientos superficiales que lo mejoren y que no resulten fallidos. En esta tesis doctoral se investigan el comportamiento frente enfriamientos suaves, la estabilidad dimensional, el desgaste y la deformación a temperaturas elevadas de un nuevo acero aleado con niobio y vanadio para obtener información y desarrollar, en el futuro más inmediato, nuevos tratamientos superficiales que mejoren las prestaciones del nuevo acero.

4. Bibliografía.

[1] M. P. Groover, ”Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas”, Ed. Prentice-Hall, Naulpacán de Juárez, Méjico, pp. 447-499, 1997.

[2] H. Karbasian, A. K. Tekkaya, “A review on hot stamping”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, pp. 2103–2118, 2010.

[3] A. K. Nallathambi, Y. Kaymak, E. Specht y A. Bertram, “Sensitivity of material properties on distortion and residual stresses during metal quenching processes”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, Nº. 2, pp. 204-211, 2010.

[4] C. L. Magee, H. W. Paxton, “Transformation kinetics, microplasicity and aging of martensite in Fe-31 Ni”, Tesis Doctoral, Department of Metallurgy and Materials, Carnegie Institute of Technology, pp. 1-227, 1966.

[5] J. C. Videau, G. Cailletaud, A. Pineau, “Experimental study of the transformation-induced plasticity in a Cr-Ni-Mo-Al-Ti steel”, Journal de physique IV, Vol.6, pp. 465-474, 1996.

[6] G. W. Greenwood, R. H. Johnson, “The deformation of metals under small stresses during phase transformations”, Proceedings of the Royal Society A, Vol. 283, Nº. 1394, pp. 403-422, 1965.

[7] M. R. Berrahmoune, “Transformation martensitique et Rupture differee dans l’acier austenitique instable 301LN”, Tesis Doctoral, Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM), pp. 41-45, 2006.

[8] E. Wahabi, “Caracterización Termomecánica de Aceros Inoxidables AusteníticosAISI-304”, Tesis Doctoral, Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politécnica de Catalunya, pp. 15-26, 2002.

[9] A. Fernández, “Caracterización y optimización tecnológica de un acero hipereutectoide, Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, pp. 4.1-4.13, 2001.

[10] I. Rieiro, “Estudio y resolución de la ecuación fenomenológica de Garofalo para la fluencia plástica en estado estacionario de materiales metálicos policristalinos. Determinación de su capacidad de aplicación y base física”, Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, pp. 232-285, 1997.

[11] F. Garofalo, “An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metal”, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 227, Nº 2, pp. 351-355, 1963.

[12] P. Akerström, “Modelling and simulation of hot stamping”, Tesis Doctoral, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Luleå University of Technology, 2006.

[13] M. Avrami, “Kinetics of phase change. I General Theory”, Journal of Chemical Physics, Vol. 7, Nº. 12, pp. 1103-1112, 1939.

[14] M. Avrami, “Kinetics of Phase Change. II Transformation-time relations for random distribution of nuclei”, Journal of Chemical Physics, Vol. 8, Nº. 2, pp. 212-224, 1940.

[15] M. Avrami, “Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III”, Journal of Chemical Physics, Vol. 9, Nº. 2, pp. 177-184, 1941.

[16] H. K. D. H. Bhadesia, “Bainite in steel: transformations, microstructure and properties”, Ed. IOM Communications, Londres, Reino Unido, pp. 163-166, 2001.

[17] J. S. Kirkaldy, D. Venugopalan, “Prediction of microstructure and hardenability in low alloy steels. Phase transformations in ferrous alloys”, Eds. A. R. Marder, J. I. Goldstein, TMS-AIME, Warrendale, Estados Unidos, pp. 125-148, 1984.

[18] S. J. Lee, Y. K. Lee, “Finite element simulation of quench distortion in a low-alloy steel incorporating transformation kinetics”, Acta Materialia, Vol. 56, pp. 1482-1490, 2008.

[19] M. V. Li, D.V. Niebuhr, L. L. Meekisho, D. G. Atteridge, “A computational model for the prediction of steel hardenability”, Metallurgical and Materials Transactions B, Vol. 29, Nº. 3, pp. 661-672, 1998.

[20] J. Chipalkatti, ”Modeling of austenite descomposition in an AISI 4140 steel”, Tesis Doctoral, Department of Metals and Materials Engineering, The University of British Columbia, pp.29-36, 1999.

[21] D. P. Koistinen, R. E. Marburger, “A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformations in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels”, Acta Metallurgica, Vol. 7, Nº. 1, pp. 59-60, 1959.

[22] S. Toros, F. Ozturk, I. Kacar, “Review of warm forming of aluminum–magnesium alloys”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 207, pp. 1-12, 2008.

[23] K. Martchek, “Modelling more sustainable aluminium: case study”, The International Journal of Life Cycle Assessment, Vol. 11, Nº. 1, pp. 34-37, 2006.

[24] H. Öztürk, “Analysis and design for aluminum forging process”, Tesis Doctoral, The Graduate School of Natural and Applied Sciences, Middle East Technical University (METU), Ankara, 2008.

[25] P. L. Mangonon, “Ciencia de materiales: selección y diseño”, 1ª Ed., Editorial Pearson Educación, Naucalpán de Juárez, Méjico, pp. 539-563, 2001.

[26] O. C. Zienkiewicz, R. L. Taylor, “El Método de los Elementos Finitos” Vol. 1, 5ª Ed., Editorial Centro Internacional de Métodos Numéricos, Barcelona,pp. 1-2, 2004.

[27] N. Abedrabbo, F. Pourboghrat, J. Carsley, “Forming of AA5182-O and AA5754-O at elevated temperatures using coupled thermo-mechanical finite element models”, International Journal of Plasticity, Vol.23, pp. 841-875, 2007.

[28] E. Billur, “Warm hydroforming characteristics of stainless steel sheet metals”, Tesis Doctoral, School of Engineering, Virginia Commonwealth University, pp. 30-33, 2007.

[29] H. Choi, M. Koç, J. Ni, “Determination of optimal loading profiles in warm hydroforming of lightweight materials”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 190, Nº 1-3, pp. 230-242, 2007.

[30] H. Choi, M. Koç, J. Ni, “A study on warn hydroforming of Al and Mg sheet materials: mechanism and proper temperature conditions”, Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol. 130, nº 4, pp. 041007_1-041007_14, 2008.

[31] T. Altan. “Factors in the selection of die Materials. Dies and die materials for hot forging. Forging equipment and dies”, ASM Handbook of Forging and Forming, Vol. 14, 4ª Ed., S.L. Semiatin (Ed.), Editorial ASM Metals Handbook, Materials Park, Estados Unidos, 1996.

[32] C. Vergne, C. Boher, C. Levaillant , R. Gras, “Analysis of the friction and wear behavior of hot work tool scale: application to the hot rolling process”, Wear, Vol. 250, pp. 322-333, 2001.

[33] J. Jiang, F. H. Stott, M. M. Stack, “A generic model for dry sliding wear of metals at elevated temperatures”. Wear, Vol. 256, Nº. 9-10, pp. 973-985, 2004.

[34] F. H. Stott, M. P. Jordan, “The effects of load and substrate hardness on the development and maintenance of wear-protective layers during sliding at elevated temperatures”, Wear, Vol. 250, pp. 391-400, 2001.

[35] V. Naranje, S. Kumar , “AI Applications to metal stamping die design: A review”, World Academy of Science, Engineering and Technology, Vol. 44 pp. 1526-1532, 2010.

[36] M. Shpitalni, D. Saddan, “Automatic determination of bending sequence in sheet metal products”, CIRP Annals - Manufacturing Technology, Vol. 43, Nº. 1, pp. 23-26, 1994.

[37] M. Tisza, “Expert systems for metal forming”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 53, Nº 1-2, pp. 423-432, 1995.

[38] S. Q. Xie, Y. L. Tu, J. Q. Liu, Z. D. Zhou, “Integrated and concurrent approach for compound sheet metal cutting and punching”, International Journal of Production Research, Vol. 39, Nº. 6, pp. 1095-1112, 2001.

[39] T. Giannakakis, G. C. Vosniakos, “Sheet metal cutting and piercing operations planning and tools configuration by an expert system”, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 36, Nº 7-8, pp. 658-670, 2008.

[40] K. Shailendra, “An intelligent system for selection of materials for press tool components”, Journal of Engineering Research and Studies, Vol. II, Nº. II, pp. 119-130, 2011.

[41] S. Kumar, R. Singh, “A short note on an intelligent system for selection of materials for progressive die components”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 182, Nº. 1-3, pp. 456-461, 2007.

[42] M. J. Santofimia, “La transformación bainítica sin formación de carburos en aceros”, Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, pp. 11-21, 2006.

[43] H. Matsuda, H. K. D. H. Bhadeshia, “Kinetics of the bainite transformation”, Proceedings of the Royal Society A, Vol. 460, pp. 1707-1722, 2004.

[44] P. L. Mangonon, “Ciencia de materiales: selección y diseño”, 1ª Ed., Editorial Pearson Educación, Naucalpán de Juárez, pp. 316-388, 2001.

[45] M. Maalekian, “The effects of alloying elements on steels (I)”, Ed. Christian Doppler Laboratory for Early Stages of Precipitation, Institut für Werkstoffkunde, Schweibtechnik und Spanlose Formgebungsverfahren, Technische Universität Graz, Austria, pp. 1-36, 2007, https://online.tugraz.at/, (Noviembre de 2013).

[46] C. Viáfara, J. M Vélez. “Transformación bainítica en aleaciones Fe-C”, Ingeniería y Ciencia, Vol. 1, pp.83-96, 1995.

[47] G. I. Rees, J. Perdrix, T. Maurickx, H. K. D. H. Bhadeshia, “The effect of niobium in solid solution on the transformation kinetics of bainite”, Materials Science and Engineering: A, Vol. 194, Nº. 2, pp. 179-186, 1995.

[48] C. Fossaert, G. Rees, T. Maurickx, H. K. D. H. Bhadeshia, “The effect of niobium on the hardenability of microalloyed austenite”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26, Nº 1, pp. 21-30, 1995.

[49] H. Xie , X. Wu, Y. Min, “Influence of chemical composition on phase transformation temperature and thermal expansion coefficient of hot work die steel”, Journal of iron and steel research, International, Vol. 15, Nº 6, pp. 56-61, 2008.

[50] T. Gladman, “On the Theory of the Effect of Precipitate Particles on Grain Growth in Metals”, Proceedings of the Royal Society A, Vol. 294, Nº. 1438, pp. 298-309, 1966.

[51] H. K. D. H. Bhadeshia, “Advances in the Kinetic Theory of Carbide Precipitation”, Materials Science Forum, Vols. 426-432, pp. 35-42, 2003.

[52] T. N. Baker, “Processes, microstructure and properties of vanadium microalloyed steels”, Materials Science and Technology, Vol. 25, Nº. 9, pp. 1083-1117, 2009.

[53] K. Narita, “Physical chemistry of the groups IVa (Ti, Zr), Va (V, Nb, Ta) and the rare earth elements in steel”, Transactions of the. Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 15, Nº. 2, pp.145-152, 1975.

[54] E. T. Turkdogan, “Causes and effects of nitride and carbonitride precipitation during continuous casting”, Transactions of the ISS, Iron & Steelmaker, mayo 1989, pp. 61-75.

[55] M. Carsí, F. Peñalba, I.Gutiérrez, “Resolution of the Hall-Petch equation and comparison with the experimental results of three vanadium-titanium microalloyed steels”, Journal of Materials Science, Vol. 28, Nº. 23, pp.6450-6456, 1993.

[56] P. H. Mayrhofer, C. Mitterer, L. Hultman, H. Clemens, “Microstructural design of hard coatings”, Progress in Materials Science, Vol. 51, Nº 8, pp. 1032-1114, 2006.

[57] A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström, “Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels”, Surface & Coatings Technology, Vol. 191, pp. 216-227, 2005.

[58] A. E. Özgür, B. Yalçın, M. Koru, “Investigation of the wear performance and thermal diffusivity properties of M41 tools steel coated with various film coatings”, Materials & Design, Vol.30, Nº. 2, pp. 414-417, 2009.

[59] T. Polcar, R. Martínez, T. Vítů, L. Kopecký, R. Rodríguez, A. Cavaleiro, “High temperature tribology of CrN and multilayered Cr/CrN coatings”, Surface and Coatings Technology, Vol. 203, Nº 23-21, pp. 3254-3259, 2009.

II. MÉTODO EXPERIMENTAL

1. Recepción de los aceros a estudio.

El acero experimental utilizado en esta tesis fue obtenido a partir de una colada realizada en un horno de atmósfera controlada de 70 kilos de capacidad. Posteriormente, se forjaron dos lingotes cilíndricos de una longitud de 200 mm y diámetro de 65 mm cada uno. De estos lingotes se obtuvo el material para mecanizar las probetas de los ensayos de estabilidad dimensional, dilatometría, compresión y tensión a alta temperatura y desgaste, respectivamente. En el caso de los ensayos de compresión, las probetas se obtuvieron mediante un proceso de electro-erosión para reducir heterogeneidades dimensionales en sus superficies.

2. Análisis de composición.

El análisis de la composición del acero experimental se realizó por medio de espectrometría de emisión óptica por descarga luminiscente, técnica cuyas siglas son GD-OES ("Glow Discharge Optical Emission Spectrometry") [1]. La técnica se basa en la medida de la radiación policromática producida por los átomos excitados o ionizados) generados por el impacto en la superficie de la muestra ("sputtering") de un bombardeo de iones argón de baja energía procedentes de un plasma formado por la descarga luminiscente. La radiación policromática se separa en radiación monocromática mediante una red de difracción montada sobre un círculo de Roland con 28 longitudes de onda prefijadas, características de los elementos químicos correspondientes, cuya detección se efectúa mediante tubos fotomultiplicadores. El modelo de dispositivo utilizado para el análisis fue LECO® Modelo SA-2000 Surface Analyzer, mostrado en la Figura 1.

3. Microscopía óptica de los aceros a estudio.

La preparación metalográfica de los aceros comercial y experimental se realizó para la posterior observación de sus respectivas microestructuras en el microscopio óptico. La preparación metalográfica consiste en realizar la secuencia formada por el corte, embutición, desbaste, pulido y ataque químico de las probetas para su estudio microestructural. La preparación metalográfica tiene como objetivo observar las fases y microestructuras y medir el tamaño medio de grano austenítico en las probetas.

Las probetas fueron cortadas en una cortadora Buehler® IsoMet 4000, embutidas en una embutidora Buehler® SimpliMet 1000 y desbastadas en una máquina desbastadora-pulidora Buehler® BeTa. Las probetas se desbastaron en una secuencia de lijas con un granaje de

600, 2000 y 4000 mm. Las probetas fueron pulidas en dos etapas seguidas con pasta de diamante de 3 µm y 1 µm, respectivamente.

Se empleó un reactivo químico Nital al 2 % para la observación de la microestructura. El reactivo Nital se prepara a partir de 98 ml de etanol y 2ml de ácido nítrico. Las probetas fueron atacadas por inmersión durante 10 s. Para la observación del tamaño de grano [2], las probetas fueron atacadas durante más de 5 minutos mediante un algodón impregnado con una disolución compuesta por 2 g de ácido pícrico húmedo, 50 ml de agente humectante y 4 gotas de ácido clorhídrico. El microscopio óptico utilizado fue modelo Olimpus® GX51, mostrado en la Figura 2.

Figura 1. Equipo LECO® Modelo SA-2000 Surface Analyzer para el análisis químico por medio de GD-OES.

Figura 2. Microscopio óptico Olimpus® GX-51 utilizado para los análisis metalográficos.

4. Ensayos de dureza.

En los ensayos de dureza se realizaron ensayos Rockwell C y Vickers. El ensayo de dureza Rockwell C se basa en el análisis de la huella producida durante el ensayo en el material por un cono de diamante con un ángulo de 120 º en su vértice, o por una esfera de carburo de wolframio con un diámetro de 1/16 pulgadas. El tipo de escala seleccionado está relacionado con la profundidad de la identación. Por otra parte, el ensayo de dureza Vickers se basa en la medición de la diagonal de la huella provocada por un indentador de diamante de forma piramidal y base cuadrangular cuyas caras opuestas forman un ángulo de 136º. Previamente, las probetas seleccionadas para este ensayo deben tener ambas caras plano-paralelas, para que la identación sea perpendicular a la superficie, y con un acabado superficial que permita la medición correcta de la longitud de la diagonal de la huella.

Los ensayos de dureza Rockwell C de los aceros comercial y experimental se realizaron se realizaron con un durómetro Wilson® Rockwell/Hardness Tester series 500, mostrado en la Figura 3.A, bajo norma UNE-EN-ISO-6508 [3]. Los ensayos de dureza Vickers se realizaron con un equipo Zwick®-3202, en la Figura 3.B, bajo norma UNE-EN ISO 6507 [4].

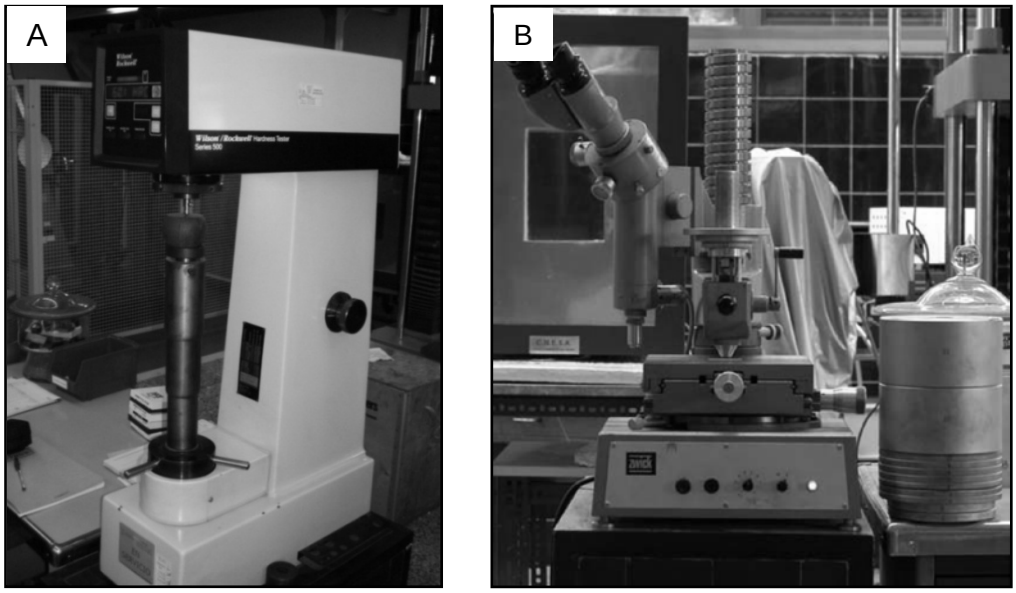

Figura 3. Equipos utilizados para los análisis de dureza. A) Durómetro Wilson® Rockwell/Hardness Tester Series 500. B) Durómetro equipo Zwick®-3202.

5. Ensayos de difracción por Rayos X (XRD).

El objetivo de estos análisis es analizar la estructura cristalográfica de las fases presentes en los aceros analizados. De esta forma, se podrá detectar por el tipo de estructura cristalográfica la presencia de fases originadas durante los tratamientos respectivos.

Los fenómenos de difracción se producen cuando el haz de ondas de rayos X incide sobre la superficie de un material con una estructura dimensional periódica como es un material policristalino. Los átomos o moléculas de una red cristalina forman un conjunto de centros de dispersión dispuestos periódicamente desde donde emiten ondas dispersas. Las ondas de rayos X dispersas interaccionan unas con otra de manera constructiva o destructiva. La difracción se produce cuando hay interferencia constructiva, su longitud de onda es de un orden de 10^{-10} m y es constante, con una dispersión casi nula.

Previamente a la realización de ensayos, las muestras analizadas fueron sometidas a un tratamiento metalográfico con el fin de obtener unas condiciones de superficie óptimas. El difractómetro utilizado fue modelo Siemens® modelo D5000 con anillo central abierto de Euler con barrido en X, como se observa en la Figura 4.

Figura 4. Difractómetro de rayos X Siemens® D5000.

El resultado obtenido con el ensayo de difracción es un perfil de picos correspondientes a una determinada estructura cristalográfica. En el perfil obtenido se detectan los picos correspondientes a planos cristalográficos de una estructura determinada, como muestra la Figura 5. Concretamente, en esta figura se muestran los picos correspondientes a los planos de las estructuras cristalinas de la α-ferrita y γ-austenita. Por medio de la técnica de H. M. Rietveld [5] es posible determinar el grado de transformación de la austenita en otras fases más estables.

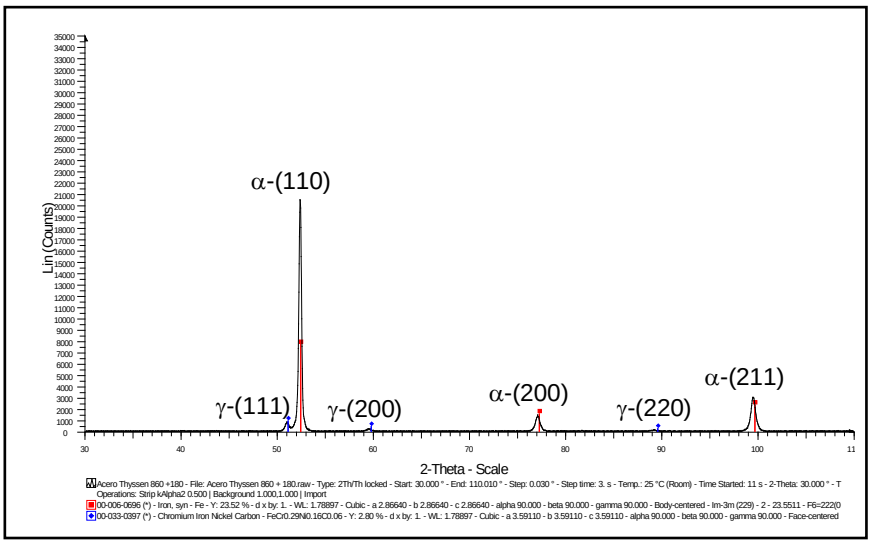

Figura 5. Patrón de difracción para la α-ferrita y γ-austenita obtenido del difráctometro.

6. Ensayos de dilatometría.

La dilatometría es una técnica usada para la determinación de puntos críticos en los aceros u otro tipo de material metálico por medio de la medición de la variación de la longitud de una muestra en función de la temperatura [6].

Las curvas dilatométricas obtenidas en los ensayos dan información sobre los puntos de transformación de la austenita en ferrita, cementita, bainita o martensita. La curva representa la variación longitudinal relativa de la probeta en función de la temperatura siendo positiva (dilatación) o negativa (contracción) durante el calentamiento y enfriamiento, respectivamente. Cuando se produce una transformación, la curva dilatométrica muestra un cambio de pendiente suave. Este cambio indica el inicio de una transformación de fase. En el caso de los aceros y durante el enfriamiento, la transformación viene dada por la inestabilidad de la austenita a medida que disminuye la temperatura. La transformación finaliza cuando la pendiente de la curva se estabiliza en un valor determinado, como se muestra en la Figura 6.

Otra manera de analizar las transformaciones es por medio del análisis de la curva derivada, mostrada en la Figura 7. Esta curva se obtiene por la diferenciación en función de la temperatura de los datos obtenidos en la curva inicial. Se obtiene una curva donde se observa de forma más clara temperaturas de inicio y final de transformación.

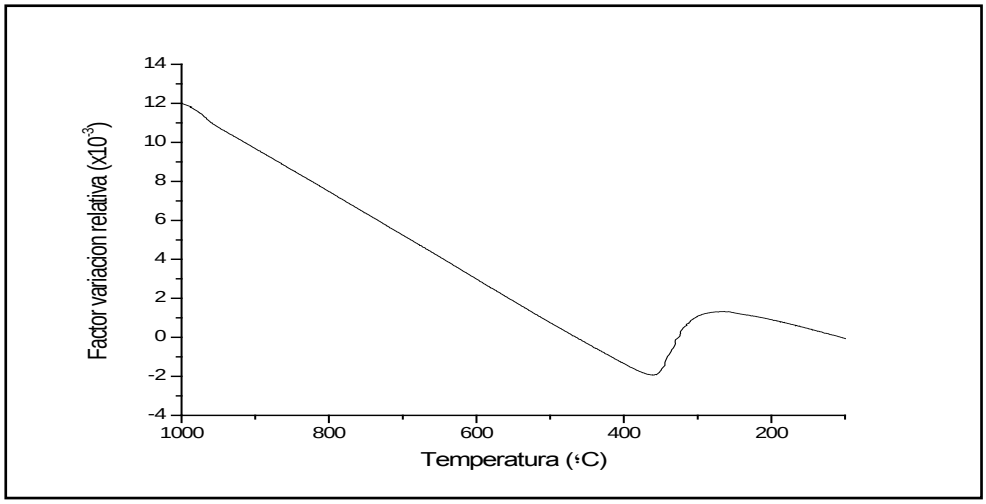

Figura 6. Curva característica de un ensayo de dilatometría.

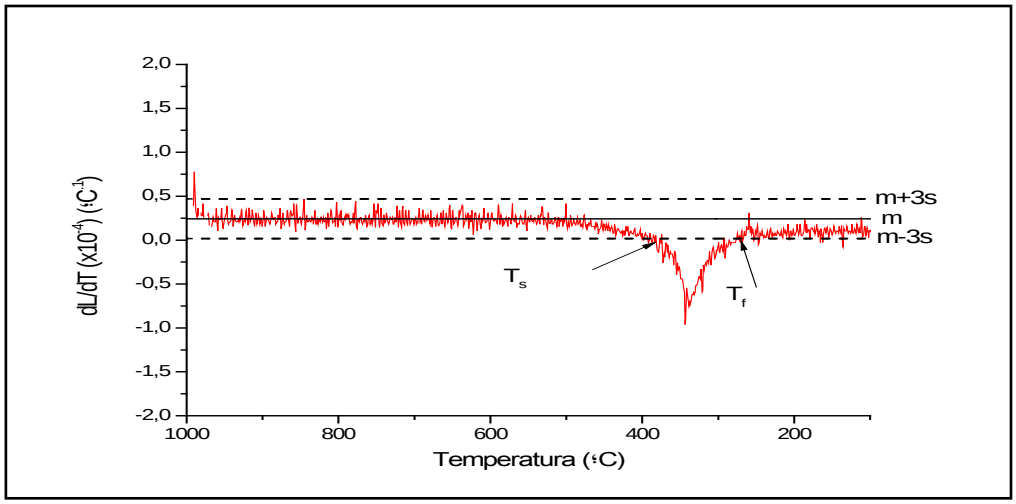

Figura 7. Curva derivada característica de un ensayo de dilatometría.

La detección de estas temperaturas se realiza por medio de un tratamiento estadístico [7,8]. El método consiste en trazar tres líneas horizontales en la curva derivada. La línea central estima el valor medio m del proceso. Las dos líneas que están arriba y debajo de la línea central (m-3s y m+3s) hallados a partir de los valores de la dispersión de datos, establecen los límites superior e inferior para el cual la desviación de los valores respecto del valor central está dentro del error estadístico permitido. Si la curva de ensayo cruza estas líneas, se considera que su variación se debe a alguna causa más que la propia dispersión estadística del valor medio.

El objetivo de los ensayos de dilatometría es detectar las transformaciones de la austenita en ferrita, bainita o martensita. Los ciclos empleados en los ensayos de dilatometría consistieron en un calentamiento desde la temperatura ambiente hasta 1000 ºC, mantenimiento a esta temperatura durante 2 minutos y un enfriamiento posterior a distintas velocidades. En cada ensayo se obtuvo la curva dilatométrica que representa la variación relativa de longitud de la probeta frente a la temperatura. En los puntos de la curva donde

aparecen picos o cambios bruscos de pendiente se determinan las temperaturas que corresponden al inicio y final de cada transformación. Una vez detectados estos puntos, se tratan estos datos con una aplicación informática para determinar los campos de fases asociados a esas transformaciones.

Los ensayos dilatométricos se realizaron en un dilatómetro universal de alta resolución Adamel Lhomargy® DT1000, mostrado en la Figura 8, que permite la programación computerizada de ciclos térmicos en condiciones isotérmicas y anisotérmicas. Las probetas utilizadas fueron cilindros de 12 mm de longitud y 2 mm de diámetro.

Figura 8. Dilatómetro Adamel Lhomargy® DT1000.

7. Estudio de la estabilidad dimensional.

El estudio de estabilidad dimensional tiene como objetivo estudiar el grado de distorsión de los aceros cuando estos son sometidos a tratamientos térmicos. La estabilidad dimensional de un material se define como la capacidad para mantener constantes sus dimensiones originales tras ser sometido a procesos termomecánicos o fuerzas externas durante los procesos de elaboración y vida en servicio. La distorsión producida en un acero cuando es sometido a un proceso termomecánico se origina por la combinación de varios factores. Estos factores tienen naturaleza térmica, mecánica y microestructural y actúan de manera simultánea y acoplada [9,10,11].

Los tratamientos térmicos se realizaron en un horno de enfriamiento forzado de atmosfera controlada de N_2 en pared fría. En la Figura 9 se muestra un gráfico con los tratamientos térmicos realizados, donde en el eje de ordenadas se representa la temperatura del proceso y en el eje de abscisas el tiempo de proceso.

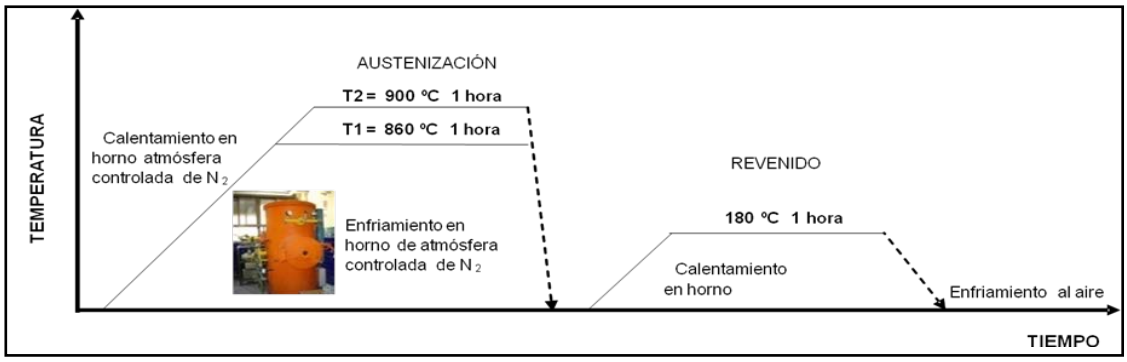

Figura 9. Ciclos térmicos realizados en el horno para los ensayos de estabilidad dimensional.

Los tratamientos siguen un ciclo de calentamiento hasta temperaturas de 860 ºC (tratamiento T1) y 900 ºC (tratamiento T2) manteniendo ambas temperaturas durante 1 hora. El enfriamiento se realizó con gas nitrógeno a una atmósfera de presión hasta temperatura ambiente. El motivo fue debido a que los enfriamientos de aceros en atmósferas de gases son más suaves que en otros medios como agua o aceite, ya que no generan gradientes térmicos elevados entre la superficie y la zona interior de la probeta, reduciéndose el riesgo de agrietamiento de las piezas durante el enfriamiento. Por último, se realizó un tratamiento de revenido a 180 ºC durante una hora en un horno convencional, con el objetivo de aliviar tensiones en las muestras después del enfriamiento. En la Figura 10.A se muestra una vista general del horno utilizado, que consta de una zona central y un sistema para introducir la carga, Figura 10.B, y una cámara de enfriamiento en el interior del horno, mostrada en la Figura 10.C.

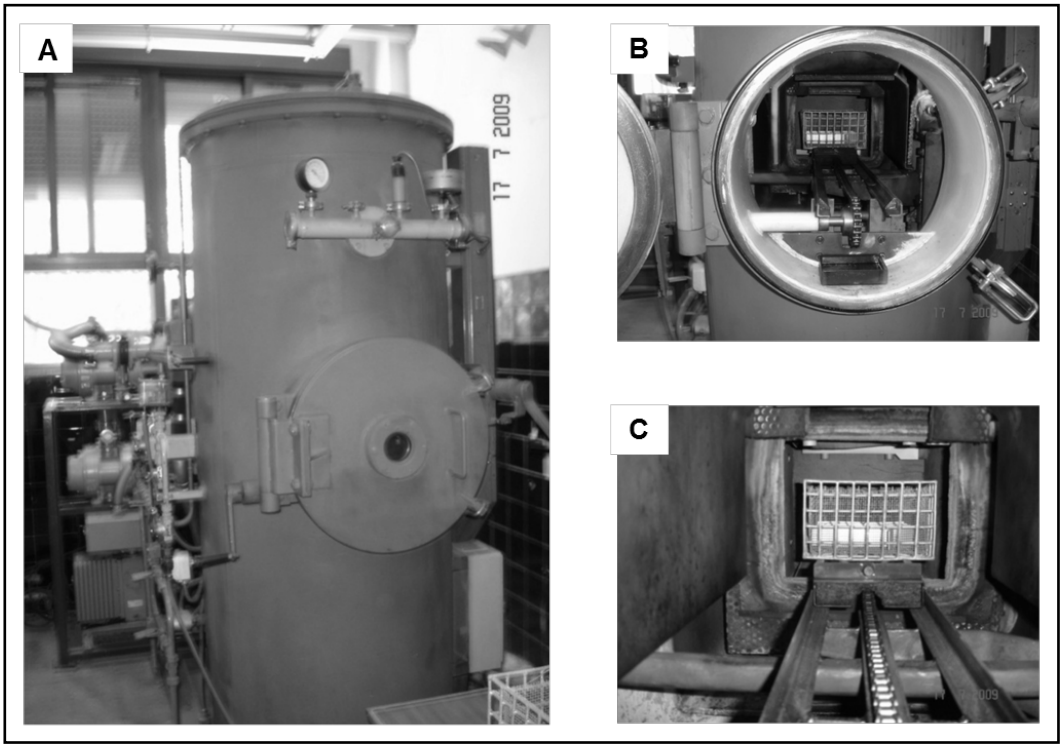

Figura 10. Horno de atmosfera controlada y pared fría utilizado para realizar los tratamientos térmicos. A) Vista general B) Zona central C) Cámara de enfriamiento del interior.

El estudio de la estabilidad dimensional se llevó a cabo con probetas circulares del mismo tipo que las que se observan en la Figura 11. En cada agujero se tomaron medidas de las coordenadas de cuatro puntos equidistantes, antes y después de los tratamientos térmicos.

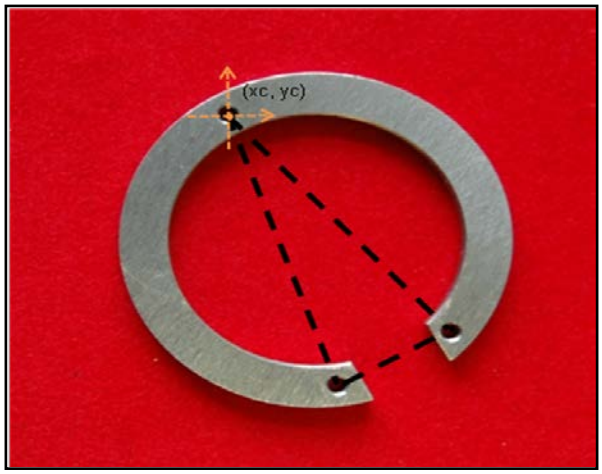

Figura 11. Probeta utilizada en estudio de estabilidad dimensional.

Se realizaron 16 mediciones para determinar el centro de cada uno de los agujeros, para un total de 16 probetas, 4 por cada tratamiento térmico y acero analizado. Las medidas registradas fueron analizadas con un dispositivo formado por un microscopio Nikon® MM-1 acoplado a una CPU, mostrado en la Figura 12, mediante una aplicación informática desarrollada específicamente para tal fin. [12]. La aplicación informática calculó las coordenadas del centro de cada agujero (x_c, y_c) y a partir de estos valores, y por medio de una subrutina de la aplicación informática, se midieron la longitud de los lados y el valor de los ángulos del triángulo formado al unir los centros de cada agujero. Una vez realizado el correspondiente análisis estadístico, se calculó la distorsión relativa longitudinal y angular provocada en la probeta por los tratamientos térmicos.

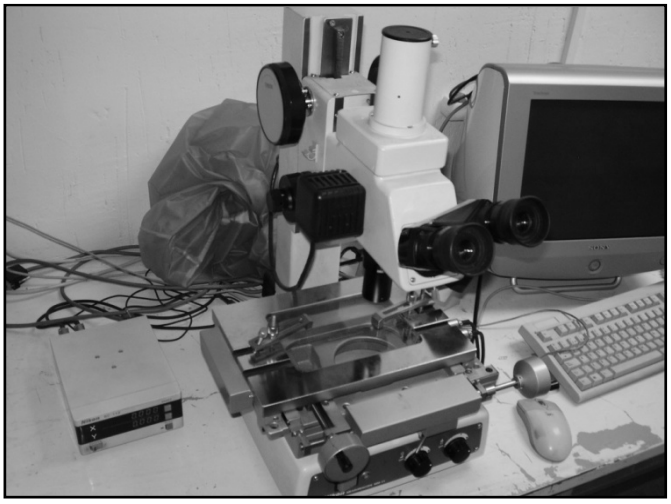

Figura 12. Microscopio Nikon® MM-1 utilizado para la medición de la estabilidad dimensional.

8. Ensayos de desgaste.

El ensayo de desgaste “pin-on-disc” consiste en la acción de desgaste de una bola o *pin* sobre la superficie de la probeta donde el disco del brazo ejerce una fuerza normal sobre la superficie de la muestra, ubicada en el disco rotatorio y provoca una eliminación de material que se relaciona con el desgaste. El objetivo de estos ensayos es calcular el coeficiente de fricción y el coeficiente de desgaste de los aceros comercial y experimental antes y después de ser tratados térmicamente.

En los ensayos de desgaste “pin-on-disc” se obtienen parámetros característicos del material como el coeficiente de fricción y de desgaste de un material determinado bajo la acción de una fuerza, a una temperatura determinada y en función del tiempo. La fuerza de fricción (Ec. 1) es la resistencia al movimiento de un objeto sobre otro cuando ambos están en contacto, y es proporcional a la fuerza normal que se aplica sobre la probeta donde μ es el coeficiente de fricción y N una fuerza normal al plano de contacto entre los dos objetos. La fuerza de fricción disminuye si la superficie de contacto está lubricada.

$$F = \mu N \qquad \text{(Ec. 1)}$$

De igual forma, el desgaste de la superficie queda determinado por un parámetro específico (k), denominado coeficiente de desgaste dimensional, calculado por medio de la ecuación de Archard (Ec. 2), donde V es la cantidad de volumen gastado en el material (Ec. 3) , N la fuerza normal aplicada y d la distancia recorrida durante el ensayo [13].

$$k = \frac{V}{Nd} \qquad \text{(Ec. 2)}$$

$$V = \frac{\pi R d}{6r} \qquad \text{(Ec. 3)}$$

El estudio consistió en analizar la influencia de la microestructura y la dureza en el comportamiento tribológico de las probetas de acero comercial y experimental. Los ensayos se realizaron sin la presencia de lubricantes, a temperatura ambiente de 20 ºC y humedad controlada por gel de sílice. Los ensayos realizados se clasificaron en series según el tipo de acero, tratamiento térmico aplicado y la distancia fijada de deslizamiento. El tratamiento térmico aplicado al acero experimental fue un enfriamiento en horno de atmósfera controlada desde una temperatura de 860 ºC. Las probetas de acero comercial fueron sometidas al mismo tratamiento térmico más un revenido posterior de 180 ºC durante una hora en un horno convencional. Las distancias de deslizamiento seleccionadas para los ensayos del acero experimental sin tratamiento térmico fueron de 500 y 1000 m.

Antes de iniciar los ensayos se obtuvieron las medidas de la dureza de los diferentes tipos de acero utilizados en los ensayos de desgaste mediante ensayos realizados bajo norma UNE-EN-ISO-6508 [3] en un durómetro Wilson Rockwell/Hardness Tester 500® y, posteriormente, se realizaron los correspondientes ensayos experimentales formados, cada uno, por una secuencia de tres etapas.

En la primera etapa se realizó la preparación de las probetas para reducir la rugosidad superficial a menos de 0,8 µm, como indica la norma ASTM G99-05-2010 [14], mediante el desbaste y pulido de su superficie. Para el desbaste se utilizaron lijas con granos de medida 600, 2500 y 4000 y para el pulido pasta de diamante de 3 y 1 µm. Una vez realizada la preparación superficial, las probetas se limpiaron con etanol, se pesaron en una balanza de una precisión digital de $\pm 5 \cdot 10^{-4}$ gramos y se fijaron en la máquina de desgaste.

En la segunda etapa se realizaron los ensayos en la máquina MicroTest® mostrada en la Figura 20. A. La máquina consta de un plato giratorio donde se fija la probeta, un brazo donde está colocado el pin y el sistema de peso. La selección de parámetros de ensayo y el registro de los datos obtenidos se lleva a cabo con un sistema informático. El acero de la bola o "pin" fue de alúmina con una dureza de 2400 HV. El número mínimo de ensayos realizados para cada serie se correspondió con el descrito en la norma ASTM G99-05-2010.

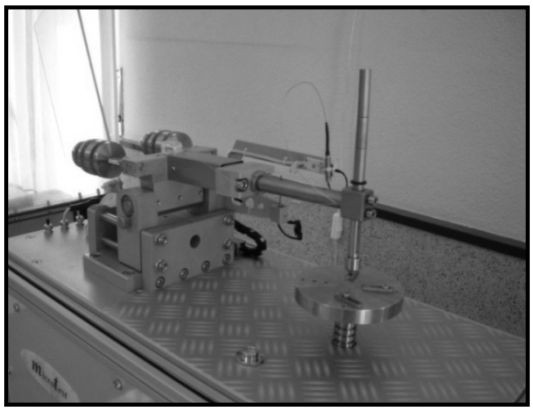

Figura 13. Máquina para ensayos de desgaste MicroTest®.

Los datos obtenidos fueron analizados mediante el software informático de la máquina de desgaste MicroTest®. El coeficiente de fricción de cada serie se obtuvo al realizar el promedio de los coeficientes de fricción obtenidos en cada ensayo durante los últimos 250 m de distancia de deslizamiento.

En la tercera y última etapa la probeta se pesaba y se medía su huella de desgaste, una vez acabado cada ensayo. Las probetas se pesaron para comprobar la pérdida de masa, siguiendo el mismo protocolo realizado antes del ensayo. Por último, con un microscopio óptico Olimpus® GX51 se realizaron mediciones de la anchura de la huella, determinada por la línea discontinua de la Figura 14, en cinco zonas seleccionadas de manera arbitraria con el fin

de obtener el volumen de desgaste de cada probeta. De cada zona se obtuvo un valor medio de anchura de huella con su correspondiente desviación estándar. Con este valor promedio se calculó el volumen de desgaste (Ec. 3) y el coeficiente de desgaste dimensional a partir de la ecuación de Archard (Ec. 2) para cada zona. El valor final del coeficiente de desgaste en cada ensayo se obtuvo promediando los valores obtenidos para cada zona junto con el correspondiente error de la desviación estándar.

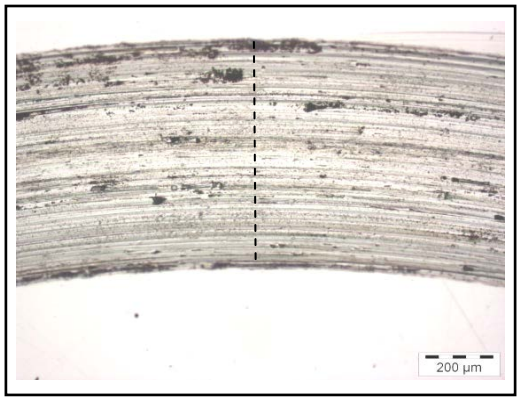

Figura 14. Imagen parcial de una huella obtenida en un ensayo de desgaste. La línea discontinua indica la distancia de la anchura de la huella.

9. Estudio de la deformación a alta temperatura.

Existen diferentes tipos de ensayos que caracterizan la deformación de un acero cuando es sometido a condiciones de alta tensión y temperatura. Entre ellos hay que destacar los ensayos de fluencia o “creep” y los ensayos de compresión y tracción. El primer tipo de ensayo se caracteriza por determinar la variación temporal de la deformación cuando el material es sometido a una temperatura y tensión fijas. En el segundo tipo de ensayo se muestra la relación de la tensión con la deformación del acero cuando se mantienen fijas la temperatura y la velocidad de deformación. En estos dos tipos de ensayos se obtiene información sobre cada una de las etapas descritas como la fase de endurecimiento, la recristalización o el estado estacionario.

El material utilizado en los ensayos de compresión y tracción es el acero experimental objeto de estudio en esta tesis. En primer lugar hubo que verificar que el rango de temperaturas utilizado en la realización de los ensayos cumple la relación $(T/T_f) > 0,5$, donde T_f es la temperatura de fusión del acero experimental. Para determinar la temperatura de fusión del acero experimental se utilizó la ecuación de Van Laar-Bowen [15]. Esta ecuación calcula la temperatura de fusión de un acero a partir de la composición. Para el acero experimental, la aplicación de la ecuación de Van Laar-Bowen determinó una temperatura de fusión de 1769 ºC. Para el rango de temperaturas entre 900 y 1200 ºC, la relación T/T_f está

comprendida entre 0,5 y 0,7 respectivamente. Esta relación asegura que los ensayos de tensión y tensión se realizaron, según este criterio, a temperaturas altas.

Los ensayos son muy útiles para la obtención de valores de tensión cuando están sometidos a velocidades de deformación y temperaturas elevadas. Los ensayos de tensión cubren velocidades de deformación más bajas, por debajo de 0,1 s^{-1} [16]. Ambos tipos de ensayos, analizados conjuntamente, dan mucha información del comportamiento del acero en un rango muy amplio de velocidades de deformación.

9.1. Ensayos de compresión a altas temperaturas.

Los ensayos de compresión a alta temperatura se realizan para grandes deformaciones. Los ensayos simulan condiciones de deformación y temperatura característica de procesos de deformación como forja, extrusión o laminación en caliente. Por otra parte, los resultados obtenidos en estos ensayos están influenciados por variaciones de temperatura que afectan al carácter isotérmico de la deformación, por lo que hay que realizar determinadas correcciones de los datos obtenidos [16].

Un factor importante en el ensayo de compresión es el control de la velocidad de deformación. El dispositivo interno de compresión avanza una distancia $\Delta h = h_0 - h$, donde h_0 y h son las longitudes inicial e instantánea de la probeta respectivamente (Ec.4).

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h}{h_0}\right) = \ln\left(\frac{h_0-\Delta h}{h_0}\right) \qquad \text{(Ec. 4)}$$

Por otro lado, la deformación verdadera se relaciona con la velocidad de deformación (Ec. 5), obteniéndose la expresión final que relaciona el movimiento del pistón de compresión con la velocidad de deformación (Ec. 6).

$$\varepsilon = \dot{\varepsilon}\, t \qquad \text{(Ec. 5)}$$

$$\Delta h = h_0 \left[1-e^{\dot{\varepsilon} t}\right] \qquad \text{(Ec. 6)}$$

En los ensayos de compresión a alta temperatura y alta velocidad de deformación, la estabilidad de la temperatura programada se ve afectada por variaciones de temperatura, Figura 15, ocasionadas por el calor adiabático, producido por la deformación, y por el aumento de la disipación del calor a través de las áreas deformadas de la probeta que están unidas a las mordazas de sujeción de la máquina de ensayos. En el eje de ordenadas se representa la temperatura de la probeta durante el ensayo donde T_0 es la temperatura inicial prefijada. En el eje de abscisas se muestra el tiempo de duración del ensayo. Al principio, se produce un

aumento de la temperatura en la probeta por efecto del calor adiabático generado durante la deformación. Sin embargo, la pérdida de calor aumenta a través de las superficies de contacto, por el aumento de su área, a medida que transcurre el ensayo. En definitiva, el calor adiabático aumenta la temperatura de la probeta y la disipación de calor, por el contrario, la disminuye.

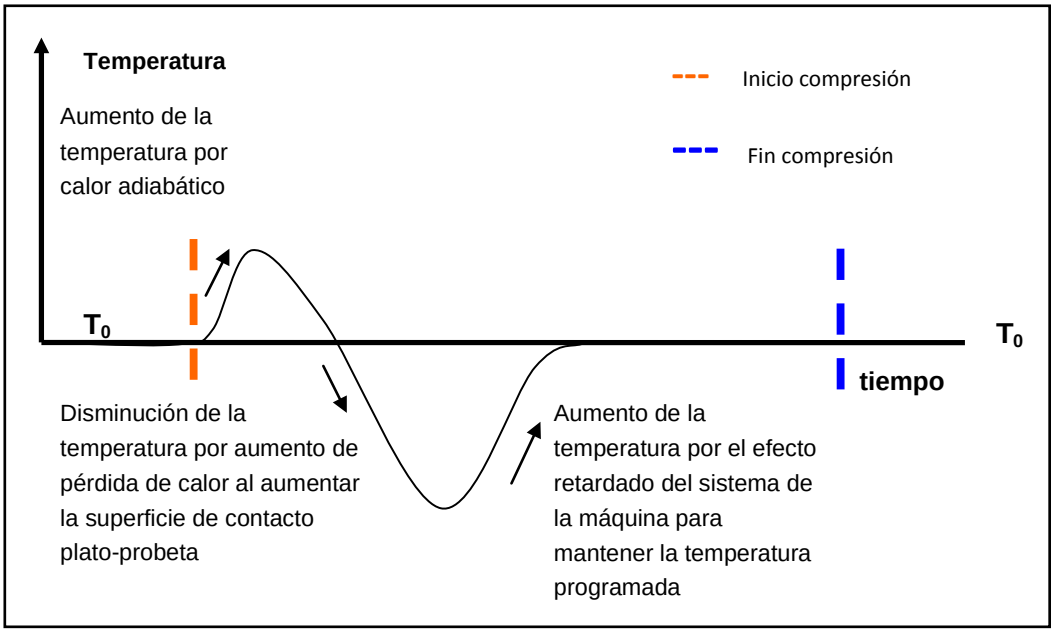

Figura 15. Esquema de la variación de temperatura programada durante un ensayo de compresión en un sistema Geeble® (*Gráfico proporcionado por cortesía del Centro Materialia-INASMET, San Sebastián*).

Los dispositivos Geeble® tienen un sistema activado que intenta mantener la temperatura de la probeta a la temperatura fijada inicialmente pero que sus efectos sólo se empiezan a notar transcurrido cierto tiempo. Como consecuencia de ello, sólo un tiempo después de haberse iniciado el ensayo se consiguen unas condiciones isotérmicas. Esta variación de la temperatura de la probeta durante el ensayo justifica la necesidad de realizar correcciones en las temperaturas registradas. Por otra parte, esta variación también afecta a los valores medidos de tensión [16], ya que sus desviaciones aumentan a medida que lo hacen las deformaciones del material, por lo que los valores de las tensiones también deben ser corregidos (Ec. 7). Las temperaturas experimentales T_{exp}, con unas variaciones ΔT respecto de las temperaturas inicialmente prefijadas T_0 y a unos valores de deformación y velocidad de deformación constantes, originan correcciones de los valores de tensión experimental $\sigma_{exp.}$ iguales a $\Delta\sigma$, donde σ' son los valores corregidos de tensión.

$$\sigma_{exp.} - \sigma' = \Delta\sigma = \left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{\varepsilon,\dot{\varepsilon}} (T_0 - T_{exp}) = \left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{\varepsilon,\dot{\varepsilon}} \Delta T \qquad \text{(Ec. 7)}$$

Los ensayos de compresión se realizaron en una máquina Geeble® 3800, mostrada en la Figura 16. La capacidad máxima es de de $1{,}96 \cdot 10^5$ N de fuerza en compresión y 2.000 mm/s de velocidad de desplazamiento. Se realizaron ensayos de compresión a alta temperatura introduciendo las probetas en la cámara central, mostrada en la Figura 17. Se realizaron un total de 20 condiciones de compresión para una serie de temperaturas de 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC y velocidades de deformación de 2, 5, 10 y 20 s^{-1}.

Figura 16. Máquinas de ensayos termo-mecánicos Geeble® 3800. (*Imagen proporcionada por cortesía del Centro Tecnalia-INASMET, San Sebastián*).

Figura 17. Máquinas de ensayos termomecánicos Geeble® cámara central *(Cortesía de Tecnalia-INASMET).*

Las probetas utilizadas en los ensayos fueron cilindros de acero experimental, Figura 18, cuyas dimensiones estaban comprendidas entre 3,5 y 5 mm de longitud, y 2,6 mm de diámetro.

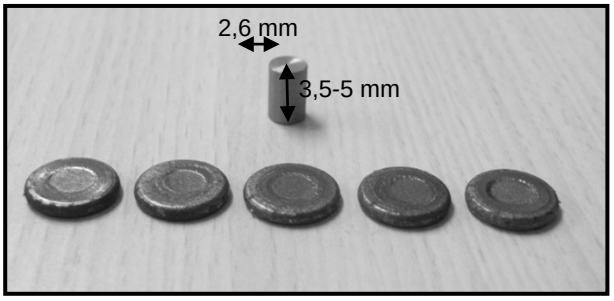

Figura 18. Probetas utilizadas en los ensayos de compresión a alta temperatura. (*Imagen proporcionada por cortesía del Centro Tecnalia-INASMET, San Sebastián*).

9.2. Ensayos de tracción a altas temperaturas.

Los ensayos de tensión o tracción a alta temperatura, a diferencia de los de compresión, son realizados a velocidades de deformación más bajas. Estos ensayos son isotérmicos y la velocidad de control ($V_{control}$) está relacionada con la velocidad de deformación y la longitud inicial de la probeta l_0 (Ec. 8).

$$V_{control} = \dot{\varepsilon}\, l_0\, e^{-\dot{\varepsilon}t} \qquad \text{(Ec. 8)}$$

En estos ensayos el calor disipado es despreciable ya que el rango de velocidades de deformación es muy bajo. Los valores más bajos de la velocidad de deformación utilizados en los ensayos a tracción implican que no se tenga en cuenta el efecto del enfriamiento por deformación (al contrario de lo que sucedía en los ensayos de compresión) y, por tanto, no hubiera que realizar ninguna corrección de los datos obtenidos. Por otra parte, el estudio del comportamiento del acero experimental bajo otro modo de carga y con unas deformaciones de más baja intensidad añadió nuevos datos a los ya obtenidos, pudiéndose ampliar el rango de velocidades de deformación y mejorando la bondad del ajuste de los datos a una ley matemática concreta [17].

Los ensayos se realizaron para unas temperaturas de 900, 950, 1000 y 1050 ºC, y para unas velocidades de deformación de 10^{-3}, $5{\cdot}10^{-3}$, 10^{-2} y $5{\cdot}10^{-2}$ s^{-1}. Las probetas de acero experimental tenían una forma plana y unas dimensiones de 5 mm de ancho y 20 mm de largo. Los ensayos se realizaron en una máquina Zwick® modelo Allround-Line Z050 SN con una celda de carga de 50 KN, como la que se observa en la Figura 19.

Figura 19. Máquina universal de ensayos de tracción a alta temperatura Zwick® modelo Allround-Line Z050 SN.

10. Centros de realización de los ensayos experimentales.

- El análisis de la composición se realizó en el Laboratorio de Análisis Químico del Departamento de Metalurgia Primaria y Reciclado del Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM) en Madrid, España.
- Los análisis metalográficos fueron realizados en el laboratorio de Ingeniería de Materiales de la Universidad Antonio de Nebrija y en el Laboratorio de Metalografía Óptica del Departamento de Metalurgia Física del CENIM.
- Los ensayos de microscopía electrónica de barrido (MEB) se realizaron en el Laboratorio de Microscopía Electrónica del Departamento de Metalurgia Física del CENIM.
- Los ensayos de dureza se realizaron en el Laboratorio de Ensayos Mecánicos del Departamento de Metalurgia Física del CENIM.
- Los análisis de difracción de rayos X se realizaron en el Laboratorio de Difracción de Rayos X del Departamento de Metalurgia del CENIM.
- Los tratamientos térmicos para el estudio de la estabilidad dimensional se realizaron en el Departamento de Metalurgia Física del CENIM.
- Los cálculos de la estabilidad dimensional se realizaron en el Departamento de Ingeniería Superficial, Corrosión y Durabilidad del CENIM.
- Los ensayos de dilatometría se llevaron a cabo en el Laboratorio de Transformaciones de Fase del CENIM.

- Los ensayos de compresión a altas temperaturas se realizaron en el Centro Tecnalia-INASMET de San Sebastián (España).
- Los ensayos de tracción a altas temperaturas se realizaron en el Instituto Max Planck de Franckfurt (Alemania).
- Los ensayos de desgaste se realizaron en el Laboratorio de Ingeniería de Materiales de la Universidad Antonio de Nebrija de Madrid (España).

11. Bibliografía.

[1] D. A. Skoog, S. R. Crouch, F. J. Holler, “Principles of Instrumental Analysis”. Ed. Thomson-Brooks/Cole, Belmont, Estados Unidos, pp. 281-301, 2007.

[2] Norma ASTM E112-10, “Standard test methods for determining average grain size”, Ed. ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.

[3] Norma UNE-EN-ISO-6508-1-3: “Materiales Metálicos: ensayos de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 3: Calibración de los bloques patrón (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)”, Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.

[4] UNE-EN-ISO 6507 -1-3: “Materiales Metálicos: ensayos de dureza Vickers. Parte 1: Método de ensayo, Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo, Parte 3: Calibración de los bloques patrón”, Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.

[5] H. M. Rietveld, “A profile refinement method for nuclear and magnetic structures”, Journal of Applied Crystallography, Vol. 2, Nº. 2, pp. 65-71, 1969.

[6] F. Peñalba, C. García de Andrés, M. Carsí, F. Zapirain,”Austenitic grain size evolution and continuous cooling transformation diagrams in vanadium and titanium microalloyed steels”, Journal of Materials Science, Vol. 31, Nº. 14, pp. 3847-3852, 1996.

[7] W. Mendenhall, T. Sincich, “Probabilidad y Estadística para Ingeniería y Ciencias”, 4ª Ed. Prentice Hall, Mexico D.F, Méjico, pp. 981-1033, 1997.

[8] D. C. Montgomery, “Applied Statistics and Probability for Engineers”, 3ª Ed., John Wiley and Sons. Nueva York, Estados Unidos, pp. 595-648, 2003.

[9] A. K. Nallathambi, Y. Kaymak, E. Specht, A. Bertram. “Sensitivity of material properties on distortion and residual stresses during metal quenching processes”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, Nº. 2, pp. 204-211, 2010.

[10] K. Arimoto, S. Yamanaka, M. Narazaki , K.Funatani, “Explanation of the origin of quench distortion and residual stress in specimens using computer simulation” International Journal of Microstructure and Materials Properties Vol.4, Nº.2, pp.168-186, 2009.

[11] L. C. Canale, G. E. Totten. “Overview of distortion and residual stress due to quench processing. Part I: factors affecting quench distortion”, International Journal of Materials and Product Technology, Vol.24 Nº.1-4, pp.4-52, 2005.

[12] B. J. Fernández, J. Damborenea, J. Ruiz, “Effect of high-temperature surface hardening of metallic materials on their dimensional stability”, Materials &. Design Vol. 23 Nº.4, pp. 377-383, 2002.

[13] A. García, Á. Varela, J. L. Mier, C. Camba, F. Barbadillo, “Estudio tribológico de aceros austeníticos tipo Hadfield: influencia del manganeso en su respuesta frente al desgaste” Revista de.Metalurgia, Vol. 46, Nº. Extra, pp. 47-52, 2010.

[14] Norma ASTM G99-2010: “Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on Disc Apparatus”, Ed. ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.

[15] J. Kavulicova, D. Ivanova, J. Durisin, G. Sucik, M.Skrobian, “Calculation of liquidus temperature for steel by Le Chatelier-Shreder and van Laar-Bowen equations”, Kovove Materialy Metallic Materials, Vol.44, Nº.3, pp.181-184, 2006.

[16] G. E. Dieter, “Hot Compression Testing. Handbook of Workability and Process Design”, ASTM International, Ed. G. E. Dieter, H. A. Kuhn, S. L. Semiatin, Ohio, Estados Unidos, 2003.

[17] J. A. Jiménez, M. Carsí, F. Peñalba, G. Frommeyer, O. A. Ruano, “Propiedades mecánicas a alta temperatura de nuevos aceros inoxidables austeníticos con bajo contenido de Ni”, Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol.S1, Nº.2, pp.793-798, 2009.

III. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CAPÍTULO 1

CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEROS A ESTUDIO EN EL ESTADO DE RECEPCIÓN

Una de las líneas de investigación más desarrollada durante los últimos años ha sido la influencia de los elementos de aleación sobre las propiedades de los aceros utilizados para elaborar piezas, componentes de matricería y herramientas. La primera clasificación genérica de los aceros se realiza en función de la composición total de elementos de aleación en el acero. Se denomina acero de alta aleación si la composición total de elementos es superior al 5 %. La caracterización de los dos aceros en el estado de recepción es importante para conocer sus microestructuras y composiciones iniciales con el fin de detectar defectos o heterogeneidades que puedan afectar a los resultados obtenidos tras los posteriores tratamientos térmicos y mecánicos.

El objetivo de este capítulo es la caracterización química, metalográfica y microestructural del acero experimental utilizado en esta tesis doctoral en el estado de recepción. De igual forma se ha caracterizado el acero comercial que se utilizará para comparar sus propiedades de estabilidad dimensional y desgaste con las del acero experimental, y cuya composición sirvió de base para el diseño previo del acero experimental.

1.1. Análisis químico.

Los materiales fueron sometidos a una técnica de análisis de espectroscopía por luminiscencia en lámpara de descarga denominada GDL (“Glowing Discharge Lump”). Los materiales utilizados en este estudio fueron un acero comercial para cementación con 0,12 % C y un acero experimental con una composición de 0,22 % C cuyas composiciones se muestran en la Tabla 1.1.

Tabla 1.1. Composición de los aceros comercial y experimental.

Acero	Elemento (% en peso)											
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb	Fe
Comercial	0,12	0,45	0,24	0,010	0,025	0,89	3,04	0,21	0,22	-	-	Resto
Experimental	0,22	0,19	0,33	0,014	0,010	1,24	3,85	-	0,15	0,12	0,08	Resto

Según la composición de la Tabla 1.1, el acero comercial es un acero de cementación tipo Ni-Cr-Mo (níquel-cromo-molibdeno) de alta aleación. Por su contenido alto de níquel (3,00-3,50 %) es usado para la fabricación de grandes piezas cementadas como bielas, cigüeñales y piezas de máquinas y motores. La composición media de este acero fue modificado aumentando la concentración de carbono y añadiendo nuevos elementos de aleación como niobio y vanadio para diseñar previamente la composición del acero nuevo experimental. El acero experimental contiene una composición en torno al 0,22 % de carbono, 3,85 % de níquel y 1,12 % de cromo. Estos elementos son formadores de carburos que inhiben el crecimiento de grano mejorando las propiedades mecánicas del acero.

1.2. Análisis metalográfico óptico.

La preparación metalográfica de los aceros comercial y experimental se realizó para la posterior observación de sus respectivas microestructuras en el microscopio óptico. Se empleó un ataque químico Nital al 2 % de volumen a partir de 98 ml de etanol y 2 ml de ácido nítrico. Las probetas fueron atacadas por inmersión durante 10 s [1].

Para el acero comercial, las micrografías obtenidas no muestran microestructura martensítica. Se muestran amplias zonas claras de ferrita en la Figura 1.A, indicadas por las flechas sólidas negras, y zonas oscuras de bainita indicadas por flechas discontinuas. En el acero experimental, Figura 1.B, se aprecian zonas claras de ferrita, indicadas por las flechas sólidas negras, más pequeñas y con menor presencia que en el acero comercial. Las regiones oscuras corresponden, principalmente, a fase bainítica originada durante el enfriamiento en la elaboración primaria del acero.

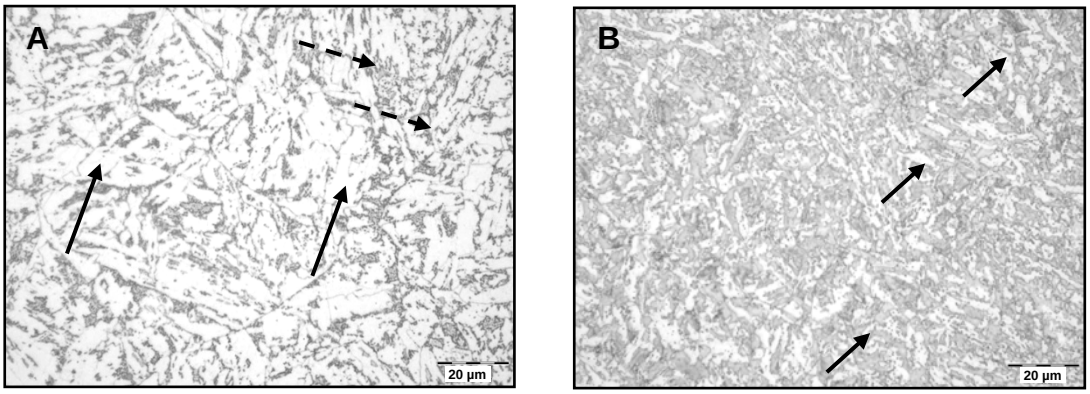

Figura 1.1. Micrografías obtenidas para A) el acero comercial y B) acero experimental en el estado de recepción.

1.3. Medida de la dureza de los aceros en estado de recepción.

Se realizaron medidas de dureza Rockwell C, a temperatura ambiente sobre el material en estado de recepción y después de ser tratado térmicamente, con un durómetro Wilson Rockwell/Hardness Tester series 500. Se realizaron, al menos diez medidas de dureza para cada muestra y se tomó el valor medio y su dispersión. En todas las medidas de dureza el valor de la dispersión no superó el 5 %. Los ensayos se realizaron bajo norma UNE-EN-ISO-6508 [2]. La dureza del acero comercial medida, Figura 1.2, fue menor que el límite inferior del campo de aplicación para la dureza Rockwell C según la norma, fijado en 20 HRC. En el gráfico también se observa, en el eje vertical derecho, las durezas equivalentes en escala Vickers (HV) [3]. La dureza del acero experimental medida antes de los tratamientos fue de 35 HRC, con una dispersión de $\pm$ 1 HRC.

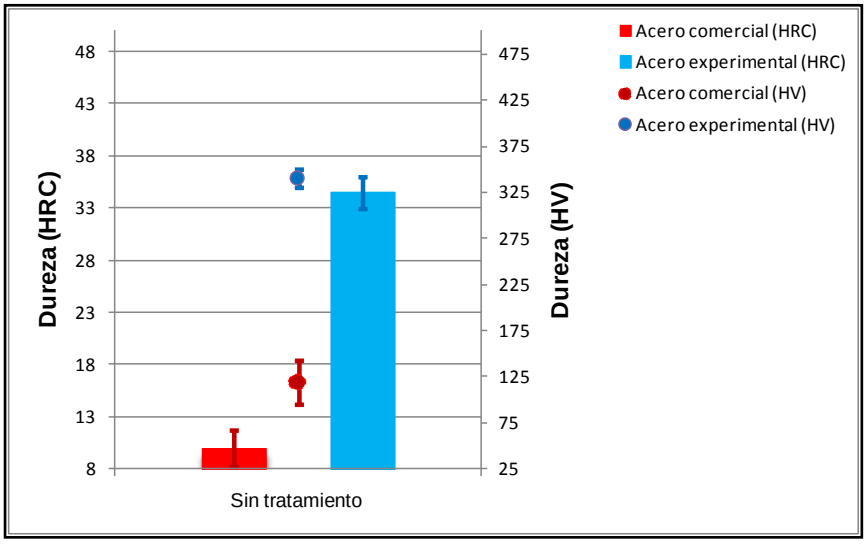

Figura 1.2. Medida de las durezas del acero comercial y el acero experimental en el estado de recepción.

1.4. Análisis de difracción.

La finalidad del ensayo de difracción es analizar la microestructura de las muestras de acero mediante los perfiles obtenidos. El difractómetro utilizado fue modelo Siemens D5000 del CENIM, mostrado en la Figura 4 del capítulo del Método Experimental de esta tesis doctoral. Por último, se utilizó un programa basado en fundamentos de las reglas de H. M. Rietveld [4] para el análisis cuantitativo de multifases a partir de los diagramas XRD.

El patrón de difracción obtenido del acero comercial se muestra en la Figura 1.3 donde se observan picos de intensidad máximos correspondientes al plano (110) de una estructura cristalina centrada en el cuerpo (BCC). En el patrón de difracción del acero experimental,

Figura 1.4, también aparecen picos correspondientes a una estructura centrada en las caras (FCC), característica de la γ-austenita retenida correspondiendo el pico de máxima intensidad al plano cristalográfico (111) [5]. Del análisis obtenido a partir de la de la técnica de Rietveld se calculó un porcentaje del 3,7 % de austenita retenida en la microestructura del acero experimental. El porcentaje de austenita retenida se considera un factor importante de control para los tratamientos térmicos posteriores a los que van a ser sometidos los aceros experimental y comercial. En el acero comercial, la ausencia de picos de estructura correspondientes a la presencia de fase austenita retenida indica que casi toda la fase austenizada formada durante el proceso de elaboración del acero se ha transformado en fase ferrítica, principalmente, y bainítica, como mostraba la micrografía correspondiente de la Figura 1.1.A.

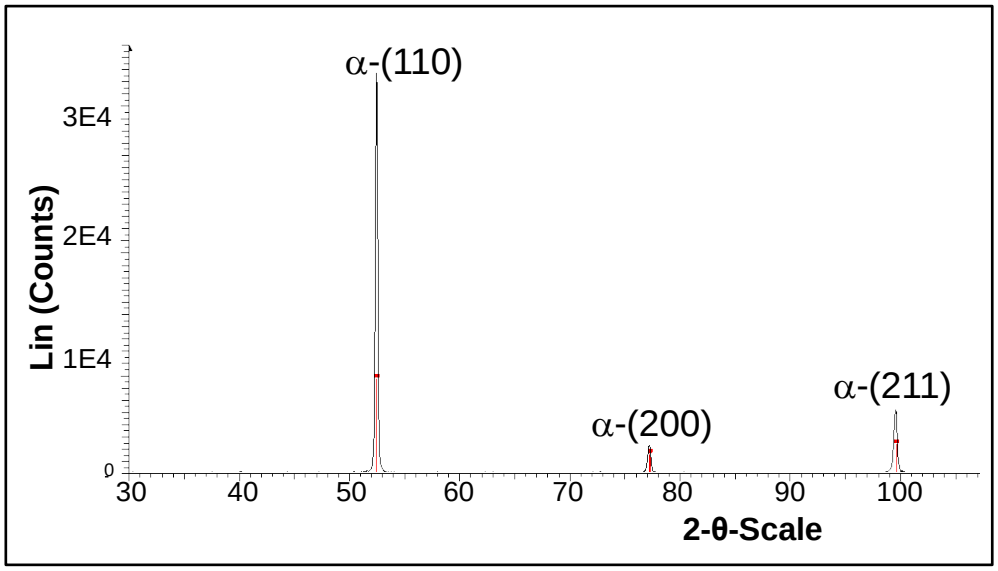

Figura 1.3 Diagramas XRD para el acero comercial en el estado de recepción.

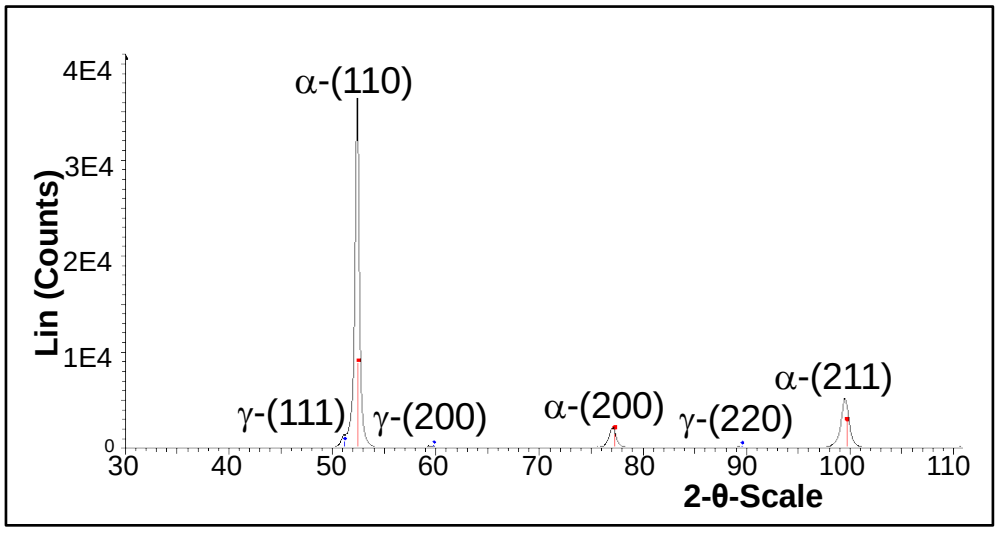

Figura 1.4. Diagramas XRD para el acero experimental en el estado de recepción.

1.5. Conclusiones.

- Se han realizado análisis químicos por GDL para determinar la composición en peso de los aceros comercial y experimental. El análisis químico del acero comercial mostró una concentración 0,12 % de carbono de 0,12 % en peso y un contenido 3,00-3,50 % de níquel, entre otros elementos. El análisis químico del acero experimental mostró, entre otros elementos, una composición en peso de carbono de 0,24 %, 3,85 % de níquel, 1,12 % de cromo, 0,08 % de niobio y 0,12 % de vanadio.

- El análisis metalográfico óptico mostro que la microestructura del acero comercial tiene contenida numerosa fase ferrítica, con pequeñas áreas de bainita. En el acero experimental, se observa una mayor cantidad de bainita que de ferrita.

- Las medidas de dureza Rockwell C mostraron que la dureza registrada para el acero comercial está por debajo del límite inferior del campo de aplicación de la dureza Rockwell C, fijado en 20 HRC según la norma UNE-EN-ISO-6508. El acero experimental se midió una dureza de 35 ± 1HRC.

- El análisis de difracción no mostró presencia de austenita retenida en el acero comercial. En el acero experimental se detectó una pequeña presencia de austenita retenida (3,7 %).

1.6. Bibliografía.

[1] B. L. Bramfitt, A. O. Benscoter, “Metallographer’s Guide: Practices and procedures for irons and steels”, Ed. ASM International, Materials Park, Estados Unidos, pp. 300-319, 2002.

[2] Norma UNE-EN-ISO-6508-1-3: “Aceros Metálicos: ensayos de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 3: Calibración de los bloques patrón (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)”, Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.

[3] Tabla de conversión de durezas, schomolz-bickenbach® http://www.schmolz-bickenbach.com.mx/fileadmin/user_upload/-public_images/Mexico/15PRESH5.pdf (10 de Abril de 2014).

[4] H. M. Rietveld, “A profile refinement method for nuclear and magnetic structures”, Journal of Applied Crystallography, Vol. 2, Nº. 2, pp. 65-71, 1969.

[5] M. J. Santofimia, “La transformación bainítica sin formación de carburos en aceros”, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, pp.1-30, 2006.

CAPÍTULO 2

ESTUDIO DILATOMÉTRICO DEL ACERO EXPERIMENTAL

La industria mecánica y la de automoción han experimentado un gran avance durante los últimos años en el desarrollo e innovación de procesos de conformado de piezas. La resistencia al desgaste y la duración de los componentes de matricería durante su vida en servicio son dos factores claves de estudio. La mejora de estos dos factores supone un ahorro en costes por roturas o desgaste de maquinaria y, por tanto, un aumento del rendimiento económico de la empresa. Por este motivo, una de las líneas de investigación más importantes surgidas en los últimos años ha sido el estudio de nuevos aceros que mejoren la resistencia mecánica, dureza, tenacidad y estabilidad dimensional del componente de matricería.

La dilatometría es una técnica usada para la determinación de puntos críticos en los aceros u otro tipo de material metálico por medio de la medición de la variación de la longitud de una muestra en función de la temperatura. Las curvas dilatométricas obtenidas en los ensayos dan información sobre las temperaturas de transformación de la austenita en ferrita, cementita bainita o martensita. Esta variación se detecta en una curva, que puede ser positiva, caso del proceso dilatación durante el calentamiento, o negativa, caso del proceso de contracción durante el enfriamiento, por medio de un cambio suave de pendiente asociado a la transformación. En el caso de los aceros, y durante el enfriamiento, la transformación viene dada por la inestabilidad de la austenita a medida que disminuye la temperatura. La transformación finaliza cuando la pendiente de la curva se estabiliza en un valor determinado. Se denomina temperatura de inicio de una transformación de una fase a aquella temperatura a la cual por encima de la cual no se puede formar dicha fase [1,2].

El objetivo de este capítulo es determinar el tipo de transformación detectada en los ensayos dilatométricos, con el fin de determinar la velocidad mínima [3] a la cual se produce la transformación austenita-martensita, ya que después del enfriamiento no es deseable la presencia de bainita y ferrita ya que afectan a la resistencia mecánica, dureza y estabilidad dimensional del acero. Las probabilidades de agrietamiento por tensiones o choques térmicos se reducirán cuanto más baja sea esta velocidad, pudiendo obtenerse fracciones considerables de fase martensítica a velocidades de enfriamiento suaves con baja distorsión dimensional.

2.1. Introducción Teórica.

El hierro puro presenta una estructura cubica centrada en las caras (estructura FCC) en un rango de temperaturas entre 1390 y 910 ºC. Esta estructura del hierro se denomina γ-Fe y es estable hasta una temperatura de 910 ºC. Por debajo de esta temperatura, esta estructura se transforma una estructura centrada en el cuerpo (estructura BCC) denominada α-Fe que se mantiene estable hasta temperatura ambiente. La estabilidad de un sistema Fe-C se representa mediante su correspondiente diagrama de fases mostrado en la Figura 2.1, donde se muestran las diferentes fases estables del sistema Fe-C en función de la temperatura (eje de ordenadas) y la composición de carbono (eje de abscisas) [4].

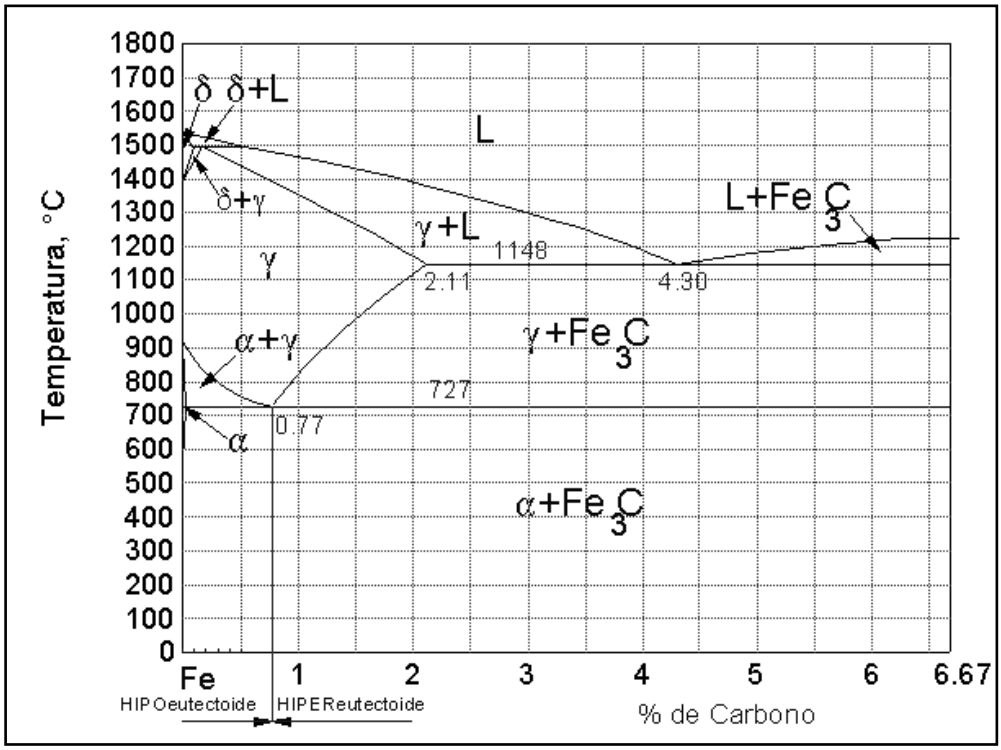

Figura 2.1. Diagrama de fases Fe-C (*Grupo Metalurgia Ingeniería Materiales, Escuela de Ingenieros Técnicos. Universidad de Sevilla* [4]).

La presencia de carbono como elemento de aleación en el hierro modifica la estructura y el rango de temperaturas de estabilidad del hierro puro. El γ-Fe con presencia de carbono en su composición se denomina austenita, en la cual los átomos de C ocupan las posiciones intersticiales de la estructura FCC. Su rango de estabilidad se encuentra comprendido entre 1375 ºC y 727 ºC cuando la composición de carbono en el hierro es de 0,77 % (composición eutectoide). La fase α-Fe con carbono se denomina ferrita y la solubilidad máxima del carbono es de 0,022 %. La austenita con una composición de C correspondiente al punto eutectoide y a una temperatura de 727 ºC se descompone en perlita, que consiste en una estructura

laminar de ferrita junto con un compuesto intermetálico, denominado cementita, que cristaliza en el sistema ortorrómbico.

El diagrama de la Figura 2.1 indica el rango de composición de carbono y las temperaturas de estas fases en situación de equilibrio termodinámico. Sin embargo, la ferrita originada en procesos de no equilibrio termodinámico tiene características distintas a la ferrita originada en procesos de equilibrio. Los enfriamientos en situación de no equilibrio termodinámico son descritos en los diagramas de enfriamiento continuo (diagramas CCT) [5]. En un enfriamiento continuo, fuera del equilibrio, la transformación de la austenita se produce mediante dos tipos de mecanismos. El primero consiste en una reordenación total de la estructura mediante rotura y formación de enlaces atómicos. Este mecanismo requiere una movilidad alta de los átomos, por lo que la temperatura del proceso debe ser elevada para que pueda haber un nuevo reagrupamiento atómico. El mecanismo se denomina difusivo y origina una fase ferrítica de no equilibrio. El segundo mecanismo se activa cuando hay un enfriamiento brusco y la movilidad de los átomos es baja. En este caso, la transformación de austenita se produce mediante un movimiento coordinado de átomos, produciéndose una deformación homogénea de la estructura cristalina inicial (estructura de tipo FCC). Este mecanismo se denomina displacivo y se originan fases de no equilibrio, o metaestables, como martensita, bainita o ferrita de Widmanstäten [2].

2.1.1. Modelo y mecanismo de la transformación austenita-ferrita.

El mecanismo de transformación de la austenita en ferrita durante un enfriamiento en situación de no equilibrio se caracteriza por la rotura, difusión y reagrupamiento de átomos en nuevas estructuras cristalográficas. La rotura de enlaces está asociada con la frecuencia de vibración de los átomos en torno a sus posiciones de equilibrio y, por tanto, se trata de un proceso activo desde el punto de vista térmico. El cambio de energía libre (ΔG) que tiene lugar en el sistema cuando se origina una partícula de radio r de ferrita con energía interfacial $\sigma_{\alpha\gamma}$ (Ec. 2.1), de acuerdo con la teoría clásica de la nucleación [2], donde $\Delta G_{quím}$ y ΔG_{def} son el cambio en la energía libre de Gibbs y la energía acumulada por la deformación por unidad de volumen de ferrita, respectivamente.

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi r^3\left(\Delta G_{quím} + \Delta G_{def}\right) + 4\pi r^2\sigma_{\alpha\gamma} \qquad \text{(Ec. 2.1)}$$

La Figura 2.2 muestra la variación de ΔG, representada en el eje de ordenadas, en función del radio de la partícula de ferrita, mostrado en el eje de abscisas. Se observa que la función tiene un punto máximo que determina la energía de activación del sistema G' y el tamaño

mínimo de radio r' de la partícula de ferrita. A partir de estos valores el crecimiento de ferrita es energéticamente favorable (Ecs. 2.2 y 2.3).

$$G' = \frac{(16\pi\sigma_{\alpha\gamma}^3)}{3(\Delta G_{quím} + \Delta G_{def})^2} \qquad \text{(Ec. 2.2)}$$

$$r' = \frac{2\sigma_{\alpha\gamma}^3}{(\Delta G_{quím} + \Delta G_{def})^2} \qquad \text{(Ec. 2.3)}$$

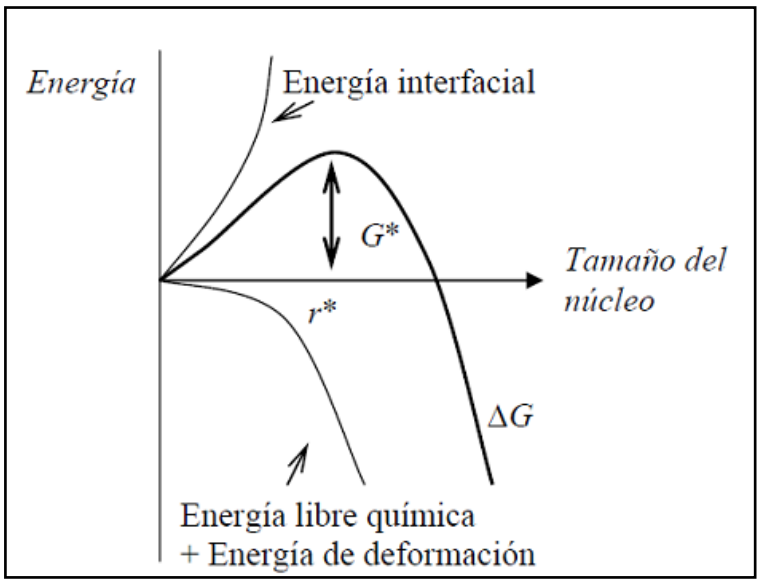

Figura 2.2. Variación de la energía libre en función del tamaño del precipitado (*M J. Santofimia,* [2]).

En cualquier instante del proceso de enfriamiento se cumple la ecuación de equilibrio termodinámico entre la α-ferrita formada y la γ-austenita de la fase matriz (Ec. 2.4), donde μ_C^{γ} y μ_C^{α} son los potenciales químicos del carbono en la fase austenítica y ferrítica, respectivamente.

$$\mu_C^{\gamma} = \mu_C^{\alpha} \qquad \text{(Ec. 2.4)}$$

La presencia de un alto contenido en níquel, así como de otros elementos de aleación como el cromo (Cr), ralentizan el inicio de la transformación austenita-ferrita [6]. La causa de esta ralentización es la disminución de energía libre para la transformación, debida al efecto de arrastre ("solute-drag") de varios elementos de aleación sustitucionales [7], producido por el aumento de la concentración de átomos en el borde de grano que origina una fuerza motriz (ΔG_{drag}) opuesta a la fuerza de avance de la frontera de grano, modificando la condición de equilibrio para el carbono (Ec. 2.5).

$$\mu_C^{\gamma} - \Delta G_{drag} = \mu_C^{\alpha} \qquad \text{(Ec. 2.5)}$$

Por lo tanto, una determinada composición puede llegar a inhibir la reacción de transformación en enfriamientos relativamente lentos, obteniéndose una microestructura sin presencia de ferrita.

2.1.2. Modelo de transformación austenita-bainita.

La nucleación de bainita comienza por la formación de un pequeño volumen de hierro con estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) rodeado de una agrupación de dislocaciones. Las dislocaciones superan la resistencia del resto de elementos de la red mediante la energía almacenada por la deformación, según se produzcan las condiciones para la nucleación (Ec. 2.6) y crecimiento de bainita a partir de austenita (Ec. 2.7) [8].

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \gamma' + \alpha} \leq G_N \text{ (nucleación)} \qquad \text{(Ec. 2.6)}$$

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \gamma' + \alpha} \leq 400 \text{ J (crecimiento)} \qquad \text{(Ec. 2.7)}$$

El término $\Delta G^{\gamma \rightarrow \gamma' + \alpha}$ es la energía de transformación para la nucleación de bainita a partir de austenita y G_N (Ec. 2.8) es el valor mínimo de energía libre necesaria para nuclear un volumen significativo de bainita.

$$G_N = C_1 B_s - C_2 \qquad \text{(Ec. 2.8)}$$

Los parámetros C_1 y C_2 toman valores de 3,54655 $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$ y 3499,4 $J \cdot mol^{-1}$, respectivamente. El núcleo originado evoluciona a bainita o a ferrita de Widmanstäten si el cambio de energía libre supera la energía de deformación de 400 $J \cdot mol^{-1}$ o 50 $J \cdot mol^{-1}$, respectivamente [2].

La austenita se va enriqueciendo con carbono proveniente de la ferrita formada durante la transformación. La energía libre de la austenita va disminuyendo su valor hasta que a una temperatura T_1, Figura 2.3, este valor se iguala al de la energía libre de la ferrita, finalizando la reacción. Se trata de una reacción incompleta ya que la concentración de carbono de la austenita enriquecida no es igual a la concentración de equilibrio correspondiente a la línea A_{e3} la temperatura T_1, como se observa en la Figura 2.3. La concentración final de carbono en la austenita remanente la determina la línea T_0.

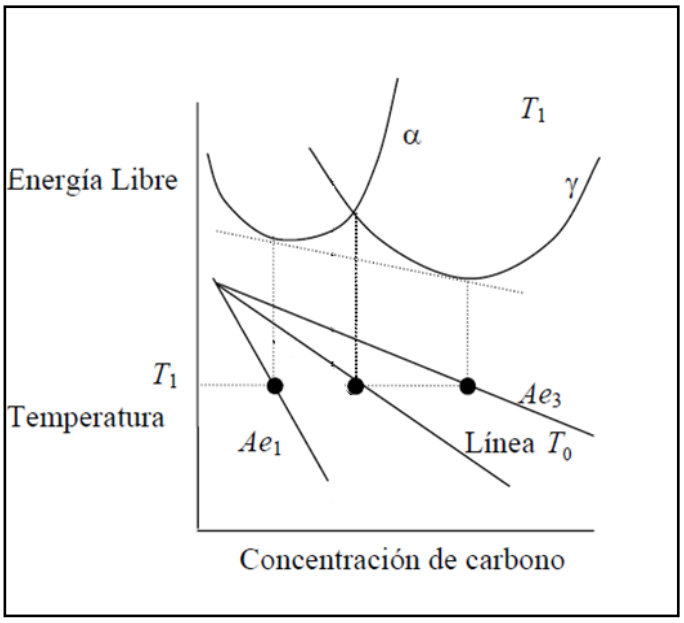

Figura 2.3. Esquema de las líneas de temperaturas para la concentración límite de carbono en austenita (*M. J. Santofimia,* [2]).

2.1.3. Modelo de transformación austenita-martensita.

La transformación martensítica es una transformación de fase de primer orden en estado sólido de la austenita al ser enfriada en condiciones de no-equilibrio. La transformación es no-difusional (displaciva) y se caracteriza por el desplazamiento homogéneo de una red de átomos respecto de su posición inicial de equilibrio hasta alcanzar una posición termodinámicamente estable.

La transformación empieza y termina a unas temperaturas denominadas M_S y M_F, respectivamente. La estructura FCC de la austenita se transforma en una estructura de no equilibrio tetragonal centrada en el interior denominada BTC ("Body Tetragonal Center"), mostrada en la Figura 2.4, donde la martensita se denomina con la letra griega α' para diferenciarla de la ferrita α. La estructura tetragonal tiene una relación de ejes cristalográficos de a = b ≠ c, siendo la relación c/a es una medida de la tetragonalidad de la martensita y cuyo valor depende del contenido de carbono [9]. En la imagen se observa la transformación de coordenadas del plano (1,1,1), con el sistema cristalográfico {x,y,z} de la γ-austenita, al plano (0,1,1), con el sistema {x',y',z'}, de la α'-martensita, después de la deformación. En esta transformación se observa un aumento en volumen provocado por una contracción del 20 % de la red FCC en el eje z y una dilatación del 12 % a lo largo de los ejes x e y, denominada "Deformación de Bain".

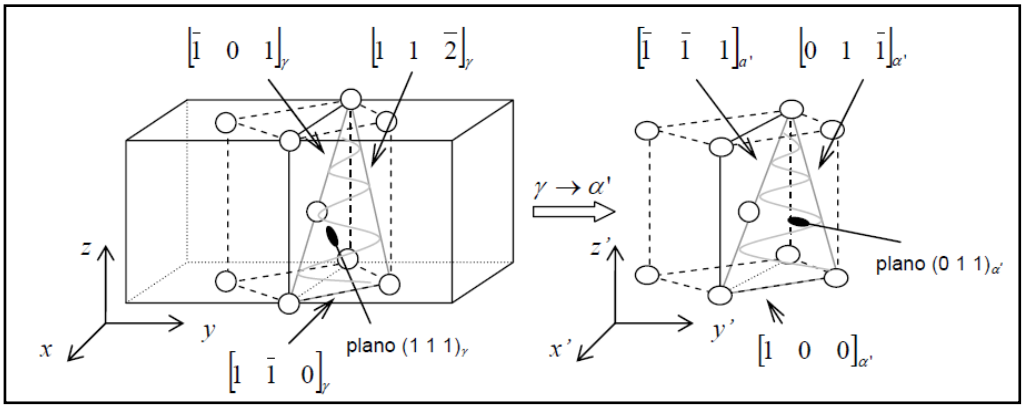

Figura 2.4. Variación de la celda unidad durante la transformación austenita-martensita (*M. J. Santofimia:* [2]).

La nucleación de martensita se origina por medio de la disociación espontánea de dislocaciones parciales predeterminadas en defectos que se encuentran, inicialmente, en la fase austenítica. Este tipo de nucleación se activa por debajo de una temperatura crítica M_S y comienza en defectos existentes en la fase original. El mecanismo no requiere difusión atómica y el único impedimento es la resistencia al deslizamiento o movimiento de las dislocaciones. La nucleación comienza cuando la energía debida al subenfriamiento G_F supera la energía provocada por los defectos y tensiones de las dislocaciones al disociarse (Ec. 2.9).

$$G_F = n_p \rho_A (\Delta G_{quím} + G_{def}) + 2\sigma_{\gamma'\alpha} n_p \qquad \text{(Ec. 2.9)}$$

Los términos ΔG_{quim} y ΔG_{def} son el cambio de energía libre de Gibbs y energía de deformación por unidad de volumen de ferrita generada, respectivamente. El término $\sigma_{\gamma'\alpha}$ es la energía interfacial austenita-martensita, n_p es el numero de planos de empaquetamiento compacto que participan en la falta de apilamiento, y ρ_A es el espaciado de los planos de empaquetamiento donde tiene lugar el defecto. La condición de nucleación se alcanza cuando el valor de la energía libre por unidad de efecto es lo suficientemente alto para vencer la resistencia provocada por el desplazamiento de las dislocaciones (Ec. 2.10), donde τ_0 es la resistencia de la red al movimiento de las dislocaciones y b la magnitud del vector de Burgers promedio de las dislocaciones.

$$G_F = -(n_p \tau_0 b) \qquad \text{(Ec. 2.10)}$$

2.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados.

La investigación consistió en analizar el comportamiento dilatométrico de series de probetas a diferentes velocidades de enfriamiento del acero experimental cuya composición fue analizada en el capítulo de Caracterización. Los ciclos empleados en los ensayos de dilatometría consistieron en un calentamiento de las probetas desde la temperatura ambiente hasta 1000 ºC, mantenimiento a esta temperatura durante 2 minutos y enfriamientos a velocidades que variaron desde 0,01 hasta 10 ºC·s^{-1}, como se observa en la Tabla 2.1 y en la Figura 2.5.

Tabla 2.1. Velocidades de enfriamiento (ºC·s^{-1}) en los diferentes ensayos de dilatometría.

Ensayo	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
Velocidad de enfriamiento (ºC·s^{-1})	0,01	0,03	0,2	0,5	1	1,5	3	5	10

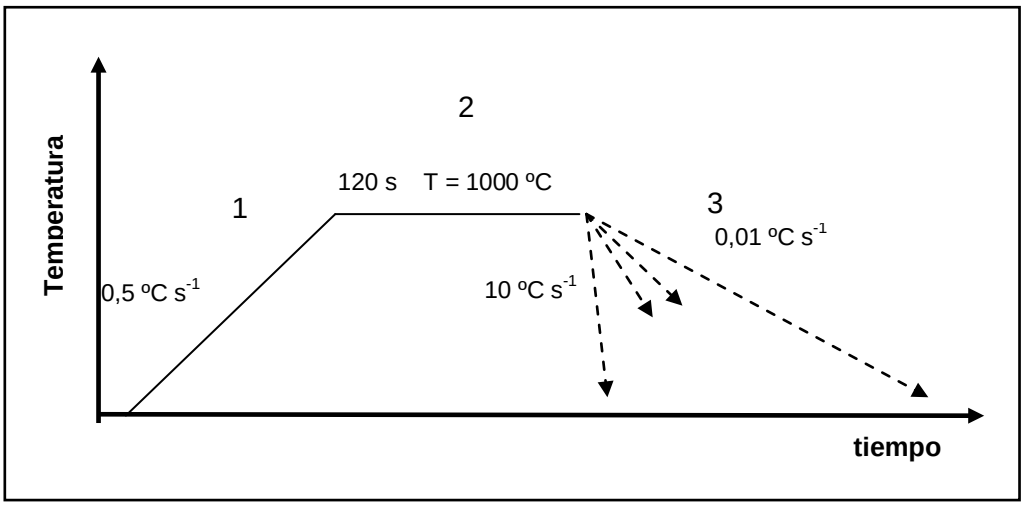

Figura 2.5. Ciclo térmico del ensayo dilatométrico 1) Etapa de calentamiento, 2) etapa de austenización, y 3) etapa de enfriamiento de los ensayos dilatométricos.

En cada ensayo se obtuvo la curva dilatométrica representativa de la variación relativa de longitud de la probeta frente a la temperatura (ver apartado 6 del Método Experimental). Las curvas dilatométricas ayudan a caracterizar fases originadas a partir de la austenita, ya que muestran variaciones de pendiente asociadas a transformaciones de fase durante el enfriamiento. Los puntos donde aparecen picos o cambios bruscos de pendiente corresponden a transformaciones de fase. La gráfica obtenida al diferenciar una curva dilatométrica en función de la temperatura, determina los puntos de inicio (T_i) y final (T_f) de las transformaciones mediante el análisis de los picos observados. Para detectar estas temperaturas de inicio de transformación se aplicó una técnica estadística que consiste en trazar tres líneas horizontales en la curva derivada a partir del valor promedio m y de su

dispersión s. Las dos líneas exteriores (m-3s y m+3s) establecen los límites superior e inferior para el cual la desviación de los valores respecto del valor promedio m está dentro del error estadístico permitido [10,11]. Las temperaturas asociadas a valores que sobrepasen estas líneas estarán relacionadas con un cambio de fase en el acero. Finalmente, los puntos experimentales obtenidos en los ensayos dilatométricos ayudan a delimitar las zonas o campos de fase del acero experimental en el correspondiente gráfico de enfriamiento contínuo CCT.

2.2.1. Determinación de las temperaturas Ac1 y Ac3.

A partir de la información obtenida de las correspondientes curvas dilatométricas y las curvas derivadas en los ensayos dilatométricos, se pueden calcular los valores de la temperatura Ac1 (inicio de la transformación ferrita-austenita durante el calentamiento) y Ac3 (temperatura final de la transformación) ya que, al tratarse de un nuevo acero, ambas temperaturas no están registradas en ningún artículo ni tratado de metalurgia. Para detectar las temperaturas críticas Ac1 y Ac3 se realizaron ensayos dilatométricos a una velocidad de calentamiento de 0,5 $ºC \cdot s^{-1}$ desde la temperatura ambiente hasta una temperatura de 1000 ºC y se aplicaron las técnicas estadísticas descritas en el apartado anterior. En la Figura 2.6 se muestran una curva dilatométrica y su correspondiente curva derivada características de este proceso de calentamiento. Se representan la variación longitudinal relativa (eje de ordenadas izquierdo) y su correspondiente valor derivado (eje de ordenadas derecho) en función de la temperatura (eje de abscisas). Los valores de inicio y final de transformación de la ferrita están relacionados con el pico observado en la curva derivada.

Una vez obtenidas estas temperaturas, se calculó el valor promedio de cada una de ellas obtenido en los nueve ensayos. Se obtuvieron unos valores promedio de 726 ºC y 775 ºC, con unos errores máximos de 0,5 ºC, como se observa en la Figura 2.7.A. Por otro lado, en la Figura 2.7.B se muestra una micrografía del acero experimental de un respectivo ensayo dilatométrico donde se observa el tamaño de grano austenítico formado a una temperatura de 1000 ºC. Para ello, se realizó un ataque con una disolución ácido pícrico y ácido clorhídrico [12,13], con el fin de revelar la formación de grano austenítico durante la etapa 2 de la Figura 2.5. La micrografía demuestra la formación de austenita a temperaturas superiores a 775 ºC.

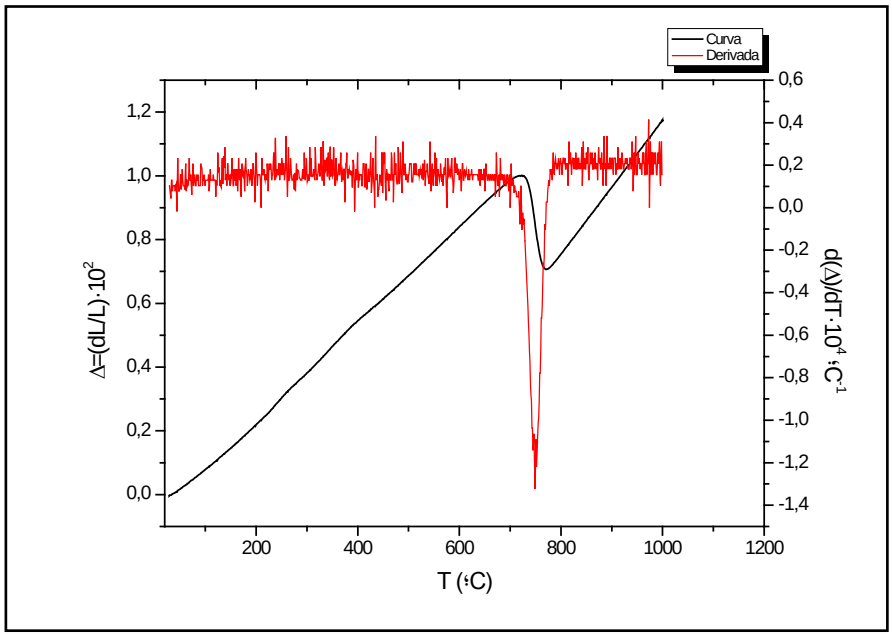

Figura 2.6. Curvas dilatométrica y derivada correspondientes al tramo de calentamiento de los ensayos dilatométricos.

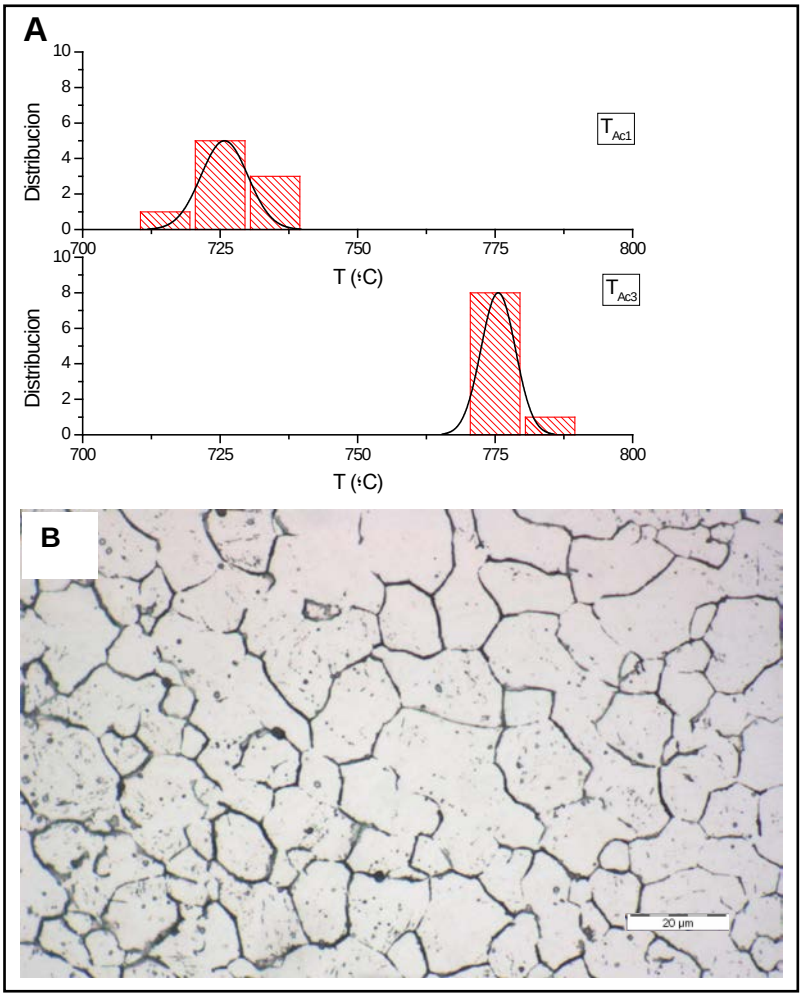

Figura 2.7. Transformación ferrita-austenita durante el calentamiento. A) Distribución de las temperaturas Ac1 y Ac3. B) Tamaño de grano austenítico.

2.2.2. Análisis de las curvas dilatométricas obtenidas a diferentes velocidades de enfriamiento.

Una vez analizados los tramos iniciales de las curvas, correspondientes al calentamiento, para determinar las temperaturas Ac1 y Ac3 del acero experimental, se analizaron los distintos enfriamientos realizados en los ensayos dilatométricos, correspondientes a la etapa 3 del ciclo térmico, Figura 2.5.

Para cada ensayo realizado se muestran dos gráficos diferentes. El primero corresponde al tramo de la curva dilatométrica obtenida durante el enfriamiento. De igual forma que en los gráficos correspondientes al tramo de calentamiento, en el eje de ordenadas se representa la variación longitudinal relativa de la probeta y en el eje de abscisas la temperatura. El segundo gráfico corresponde al obtenido al diferenciar la curva dilatométrica respecto a la temperatura, donde se determinan los picos característicos de las transformaciones, siempre que cumpla el criterio estadístico aplicado y descrito en el apartado anterior.

En la curva dilatométrica del enfriamiento realizado a 0,01 $ºC \cdot s^{-1}$, Figura 2.8.A, se detectan dos mínimos, lo que indican el inicio de una posible transformación de la austenita. De igual forma, en la correspondiente curva derivada, Figura 2.8.B, se detectan dos picos: el primero entre 674 ºC y 622 ºC y el segundo entre 452 ºC y 409 ºC. En la Figura 2.9.A, correspondiente a un enfriamiento realizado a una velocidad de 0,03 $ºC \cdot s^{-1}$, se detectan dos mínimos en la curva dilatométrica. Sin embargo, en el gráfico de la curva derivada de la Figura 2.9.B se observa que el pico correspondiente al mínimo detectado a mayor temperatura, alrededor de 700 ºC, no sobrepasa la línea m-3s del gráfico, por lo que esta variación no se considera una transformación de fase.

Los dos siguientes ensayos se realizaron a una velocidad un orden de magnitud mayor que las anteriores. En la curva dilatométrica correspondiente al enfriamiento llevado a 0,2 $ºC \cdot s^{-1}$, Figura 2.10.A, se observan dos variaciones de pendiente continuas en el mismo mínimo, lo que indica dos transformaciones de fase seguidas donde la segunda transformación comienza cuando la primera aún no ha terminado. Según la curva derivada de la Figura 2.10.B, las transformaciones se producen en un rango de temperaturas entre 485 ºC y 320 ºC.

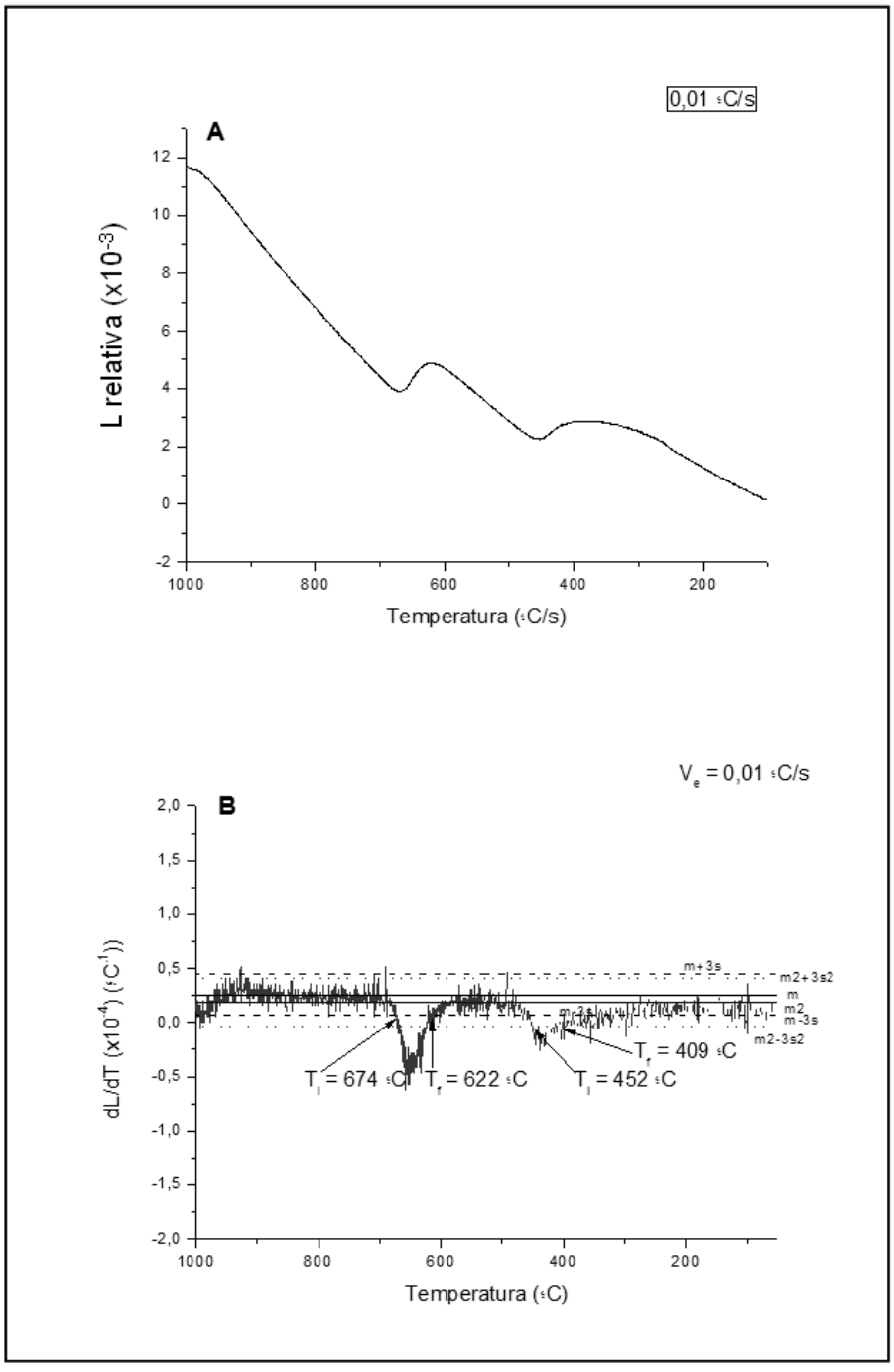

Figura 2.8. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental obtenidas a una velocidad de enfriamiento de 0,01 ºC·s^{-1}.

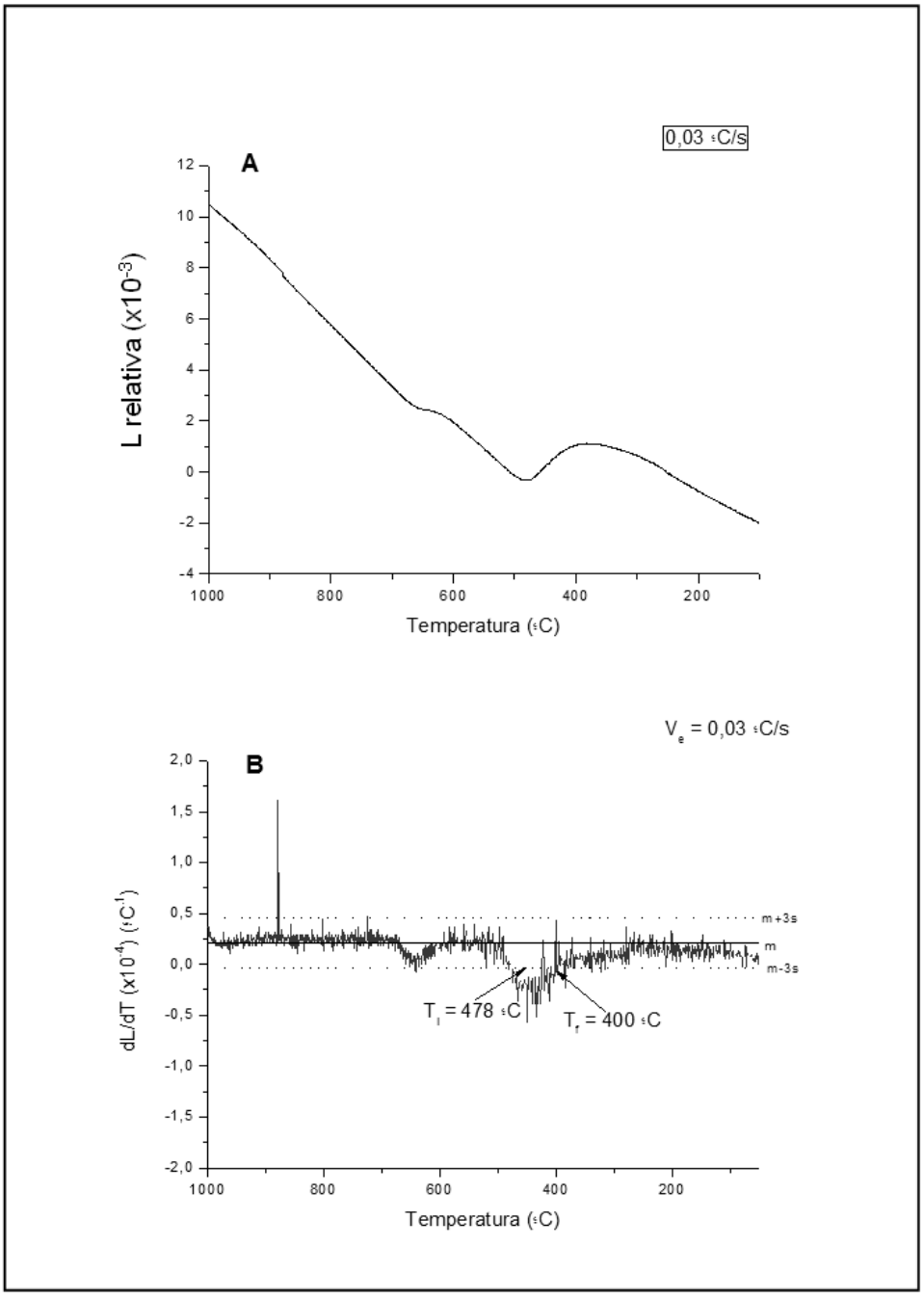

Figura 2.9. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) obtenidas a una velocidad de enfriamiento de 0,03 ºC·s^{-1}.

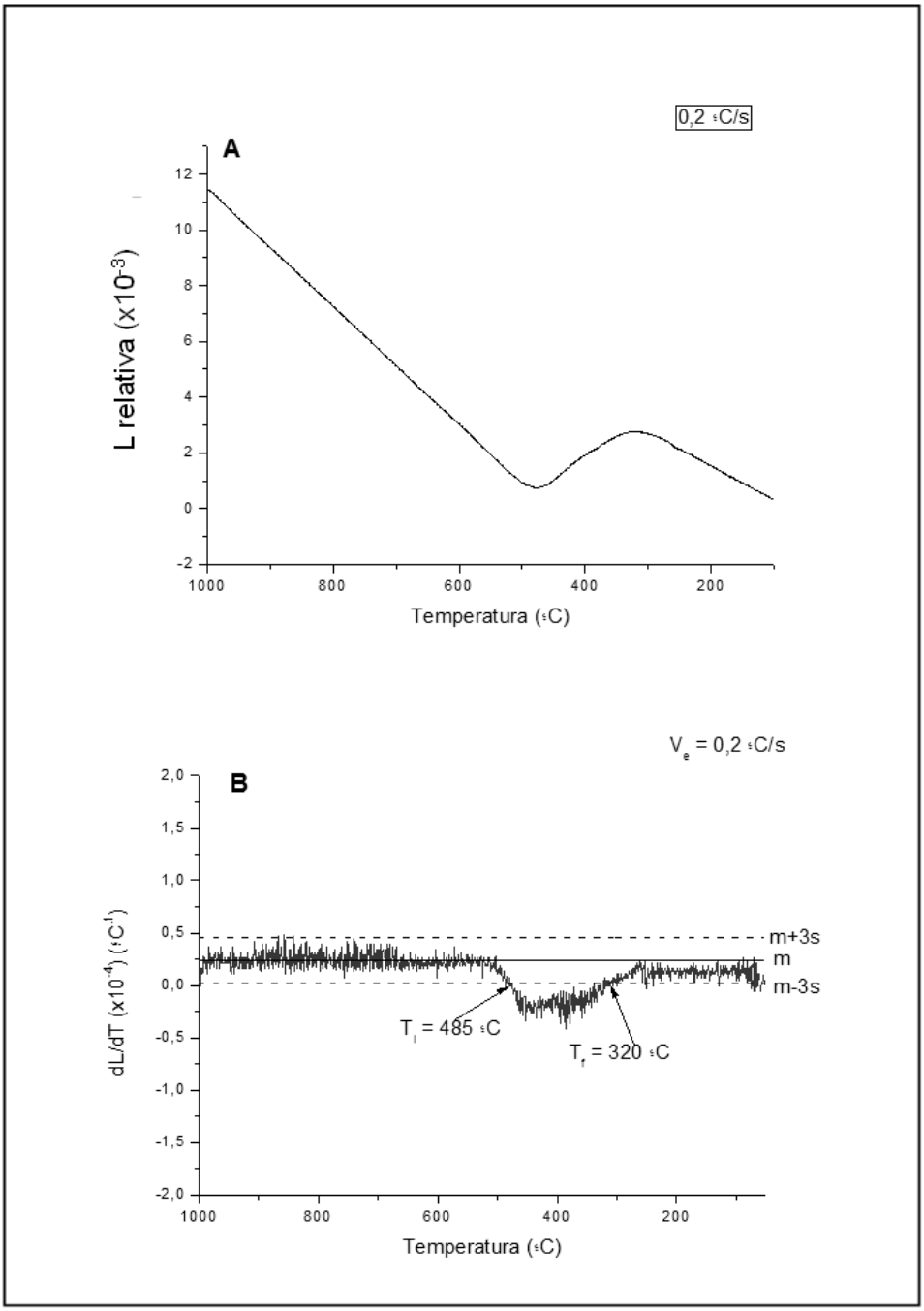

Figura 2.10. Curva dilatométrica (.A) y curva diferencial (B) del acero experimental, obtenidas a una velocidad de enfriamiento de 0,2 ºC·s^{-1}.

A un enfriamiento de 0,5 ºC·s^{-1}, Figura 2.11.A, se observa un mínimo asociado a una transformación que, según la Figura 2.11.B, comienza en torno a una temperatura de 461 ºC y finaliza a 267 ºC. En este enfriamiento y en el de 0,2 ºC·s^{-1} no se apreció ningún mínimo a temperaturas más elevadas, y las transformaciones se activan a temperaturas menores que las calculadas para enfriamientos a 0,01 y a 0,03 ºC·s^{-1}.

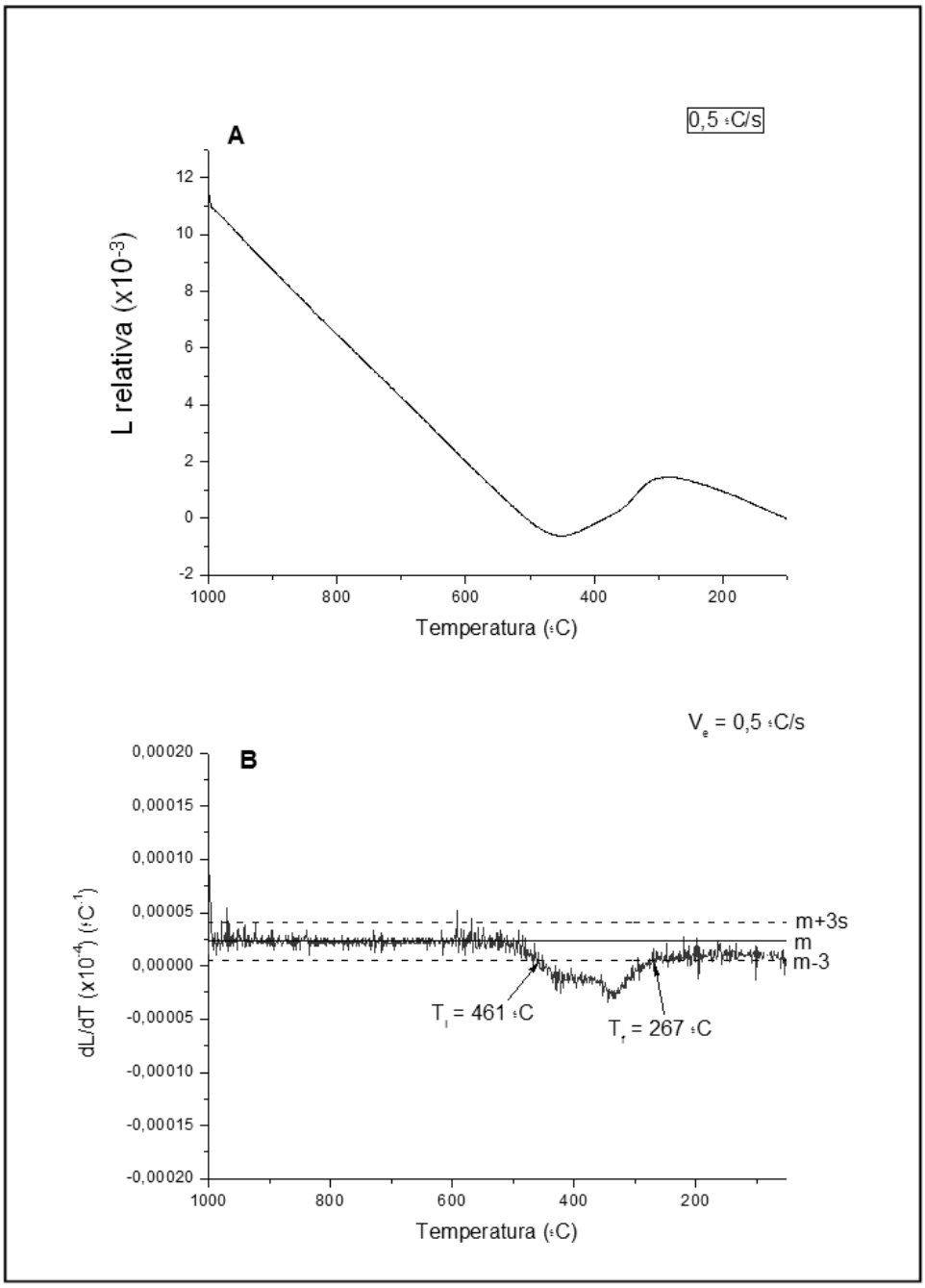

Figura 2.11. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental obtenido a una velocidad de enfriamiento de 0,5 ºC·s^{-1}.

Aumentando otro orden de magnitud más, a velocidades de enfriamiento de 1 y 1,5 ºC·s^{-1}, en las Figuras 2.12.A y 2.13.A, se observa que durante la transformación las correspondientes curvas dilatométricas adoptan una pendiente más pronunciada cuando superan el mínimo, como señala la flecha en la Figura 2.12.A. Las curvas derivadas obtenidas en estos ensayos y representadas en las Figuras 2.12.B y 2.13.B muestran los correspondientes picos de transformación en rangos de temperaturas de 385 a 267 ºC y de 363 a 263 ºC, respectivamente. La tendencia sigue siendo una disminución del valor de la temperatura a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento.

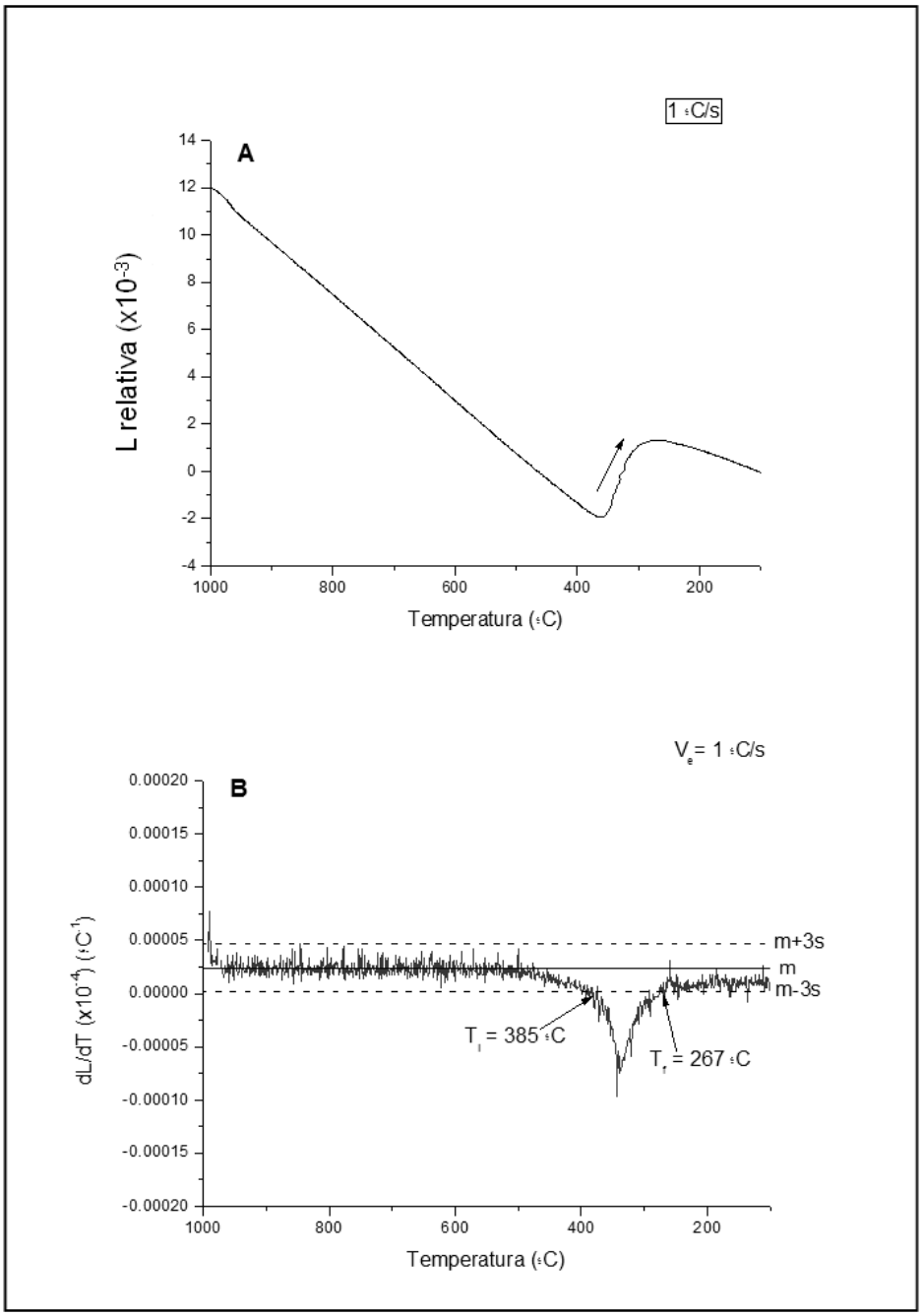

Figura 2.12. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) de acero experimental para un enfriamiento de 1 ºC·s^{-1}.

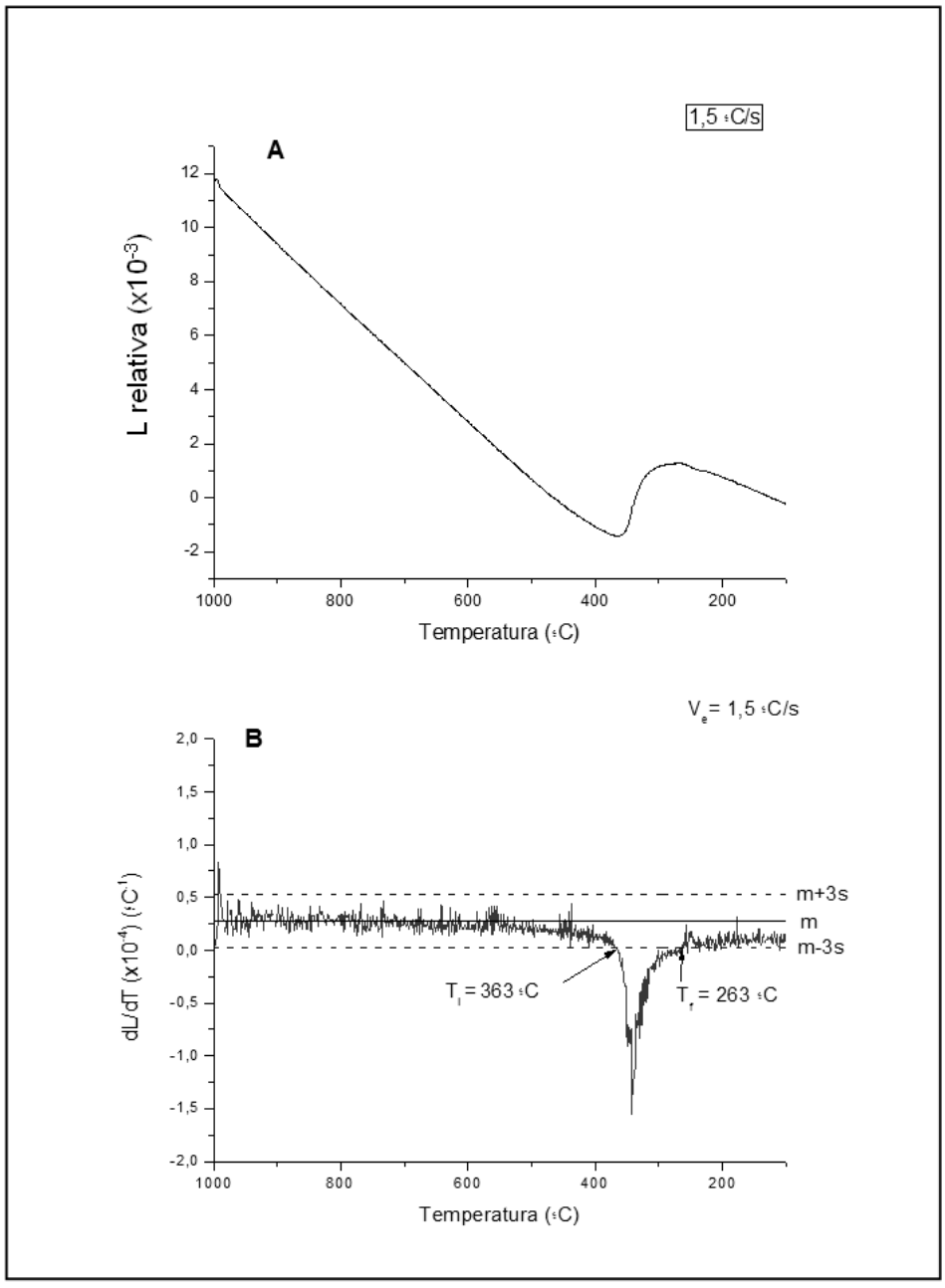

Figura 2.13. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental para una velocidad de enfriamiento de 1,5 $ºC \cdot s^{-1}$.

A continuación se muestran los gráficos correspondientes de los enfriamientos realizados a velocidades más altas (3, 5 y 10 ºC·s^{-1}), para las cuales se espera que se inhiba la transformación austenita-bainita a favor de la transformación austenita-martensita.

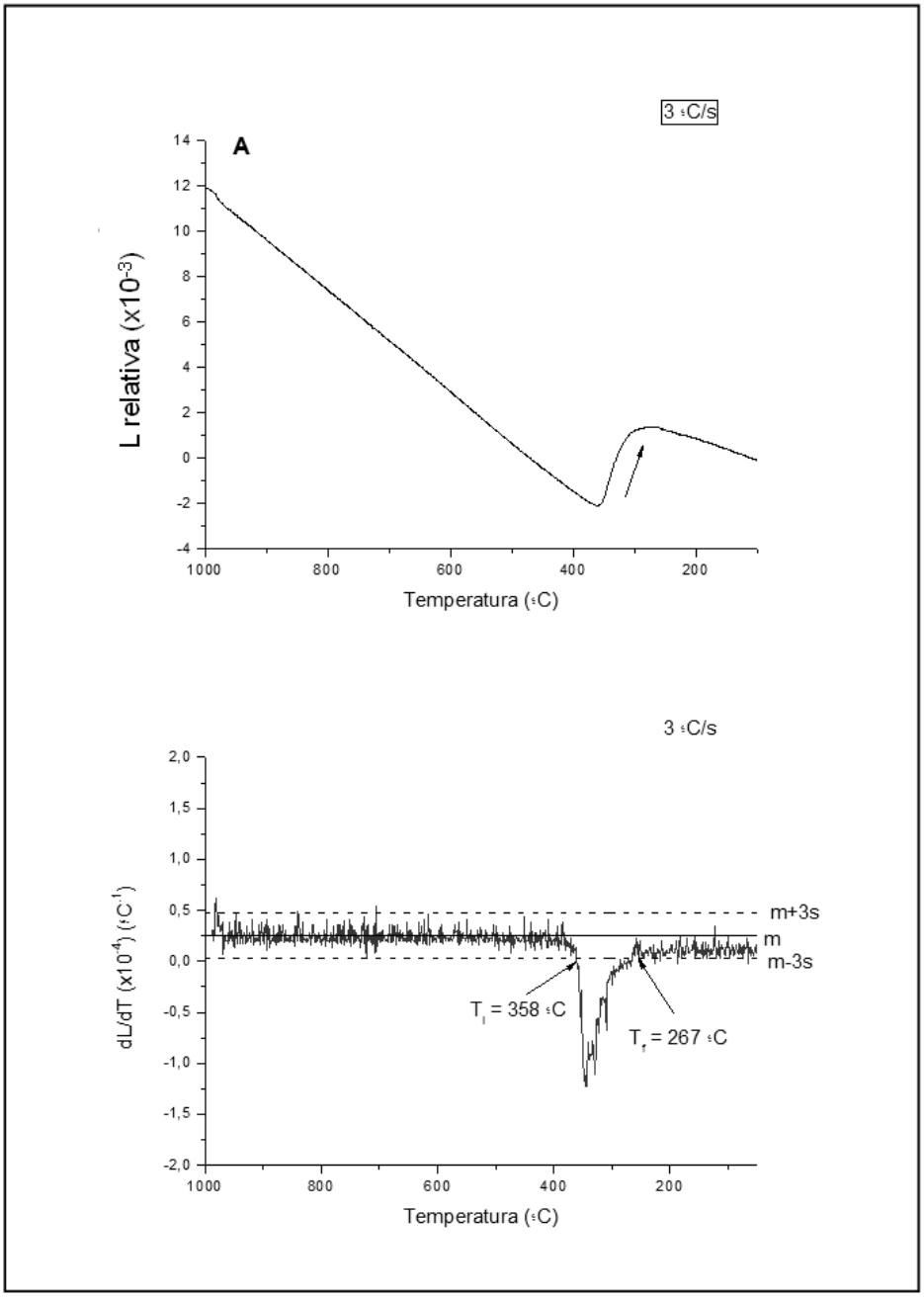

Figura 2.14. Curva dilatométrica (A), y curva diferencial (B) del acero experimental para una velocidad de enfriamiento de 3 ºC·s^{-1}.

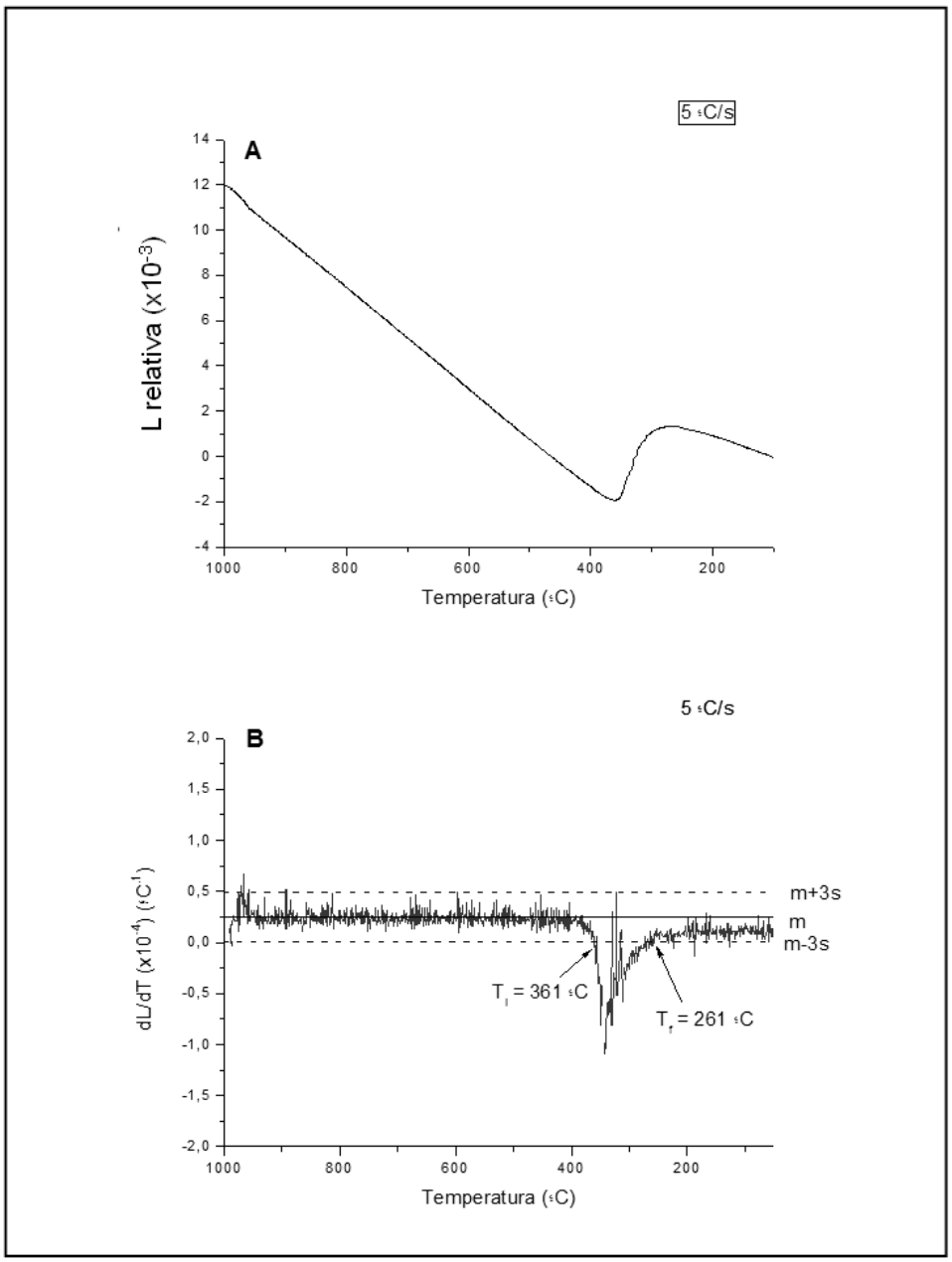

Figura 2.15. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental a una velocidad de enfriamiento de 5 ºC·s^{-1}.

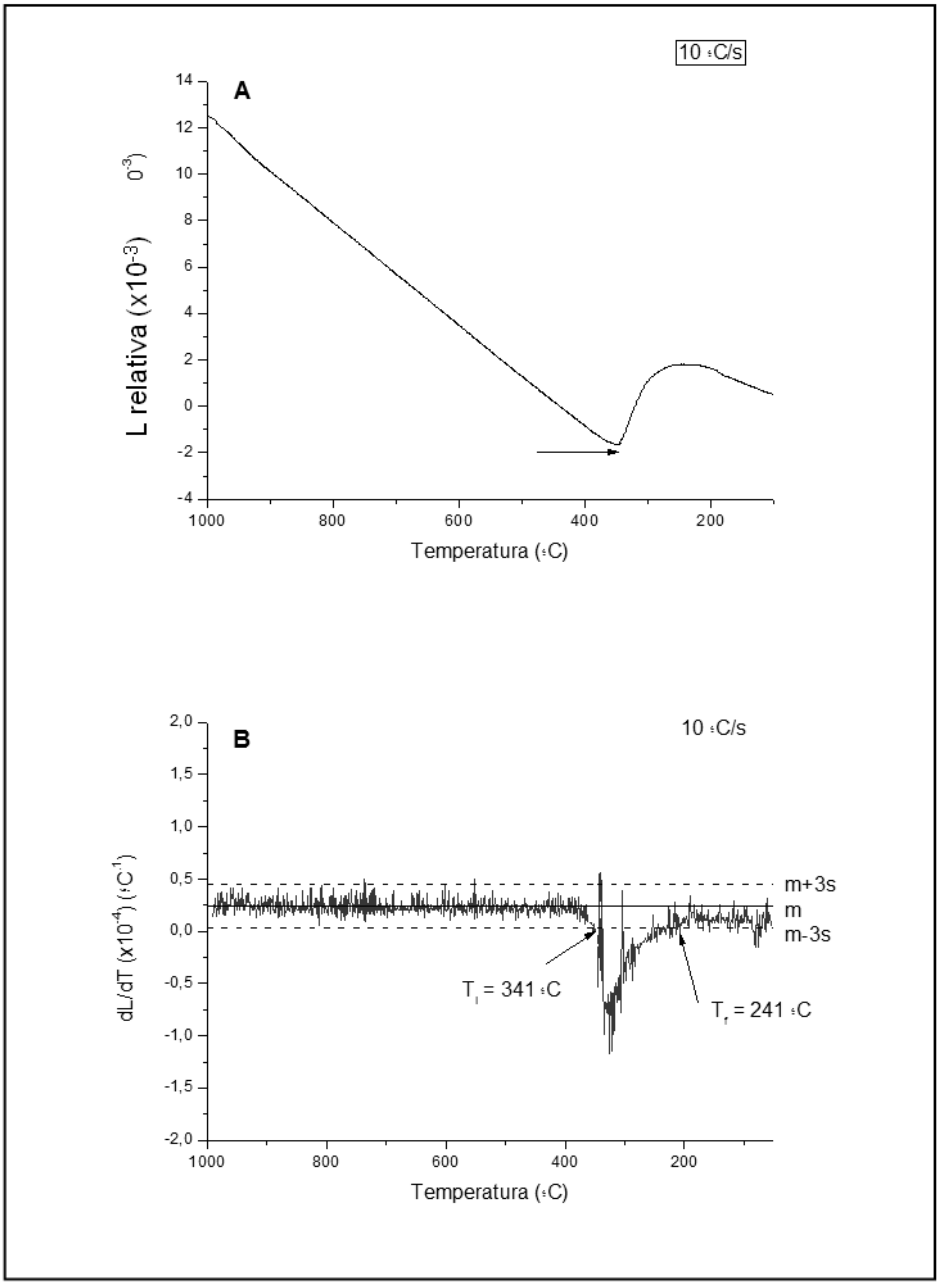

Figura 2.16. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) a una velocidad de enfriamiento de 10 ºC·s^{-1}.

Los mínimos observados en las curvas dilatométricas para los enfriamientos a 3 ºC·s^{-1}, en la Figura 2.14.A, y 5 ºC·s^{-1}, en la Figura 2.15.A, muestran una pendiente alta. Los picos obtenidos en las curvas derivadas se observan entre unas temperaturas de 358 y 267 ºC, para una velocidad de 3 ºC·s^{-1}, Figura 2.14.B, y entre 361 y 261 ºC para una velocidad de 5 ºC·s^{-1}, Figura 2.15.B. Por último, para una velocidad de enfriamiento de 10 ºC·s^{-1} el mínimo observado en la curva tiene una pendiente de forma puntiaguda, como muestra la flecha de la Figura 2.16.A. El pico observado en la curva derivada, Figura 2.16.B, representa una transformación que tiene lugar entre las temperaturas de 341 y 241 ºC.

A modo de resumen, se presenta un cuadro con todas las temperaturas de inicio y final para cada uno de los enfriamientos analizados, como se muestra en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2. Cuadro resumen con los valores de la temperatura de inicio y final de las transformaciones en cada enfriamiento.

Ensayo	Velocidad de enfriamiento (ºC·s^{-1})	Temperaturas para la transformación (ºC)			
		T_i		T_f	
1	0,01	674	452	622	409
2	0,03	478		400	
3	0,2	485		320	
4	0,5	461		267	
5	1	385		267	
6	1,5	363		263	
7	3	358		267	
8	5	361		261	
9	10	341		241	

En la tabla se observa la disminución de las temperaturas T_i a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento del ensayo dilatométrico. Con el fin de determinar la naturaleza de la transformación, habrá que validar estos datos con la información obtenida en los ensayos de dureza y en las metalografías realizadas.

2.2.3. Análisis de dureza y metalográfico.

Se midió la dureza Vickers según lo explicado en el apartado 4 del Método Experimental. La Figura 2.17 resume un gráfico de los valores promedio de dureza Vickers (eje de ordenadas) en función de la velocidad de enfriamiento de cada ensayo (eje de abscisas). La temperatura que corresponde al ensayo realizado a 0,01 ºC·s^{-1} es la calculada en el pico obtenido a más baja temperatura, como se muestra en la Figura 2.8.B. En la gráfica se observa como que a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento, disminuye la temperatura de inicio de la transformación y aumenta la dureza media de la probeta. El valor de la dispersión aumenta a medida que disminuye la velocidad de enfriamiento, debido a la presencia de varias fases en las probetas enfriadas a velocidades más bajas. Se observa que los enfriamientos realizados a 3, 5 y 10 ºC·s^{-1} adquieren una dureza media de 475 HV, característica de microestructuras martensíticas. Según el gráfico, la dureza experimenta un aumento considerable en la microestructura obtenida a una velocidad de 1,5 ºC·s^{-1}. Se considera que a partir de esta velocidad, las microestructuras de enfriamiento tienen unas durezas compatibles con la de una microestructura martensítica.

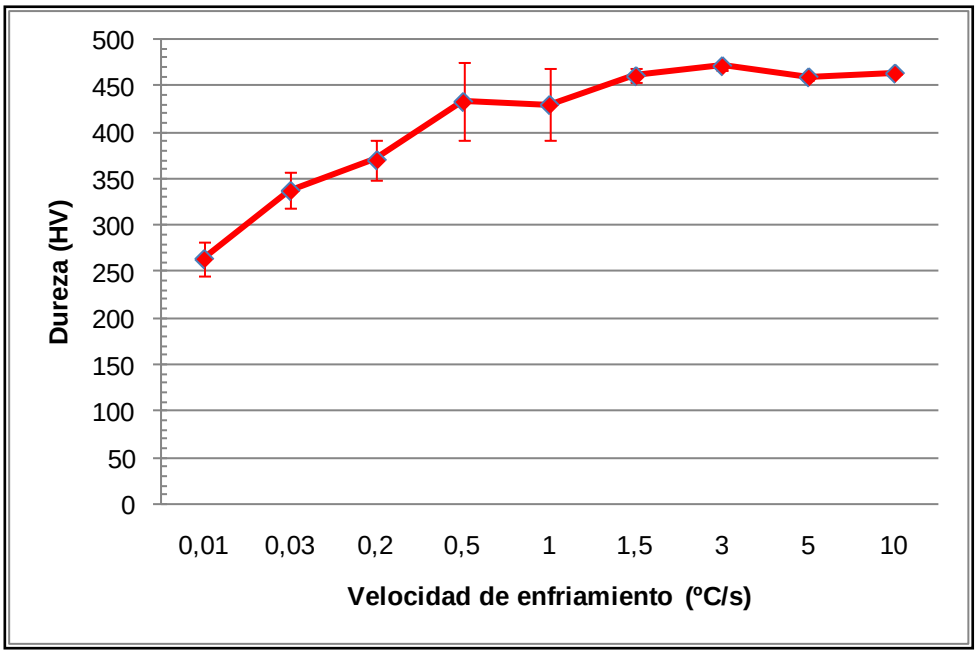

Figura 2.17. Diagrama que muestra la dureza media de las probetas respecto de la velocidad de enfriamiento.

Para la probeta enfriada a 0,01 ºC·s^{-1} se observa un valor promedio de dureza Vickers de 270 HV con una dispersión de 20 HV. En la probeta enfriada a 0,03 ºC·s^{-1} se obtiene un valor promedio de dureza Vickers de 338 HV con una dispersión de 22 HV. El valor medio de dureza es mayor que en la probeta ensayada a una velocidad de 0,01 ºC·s^{-1}. Para estas velocidades de enfriamiento se observan dispersiones elevadas en los valores de dureza, como motivo de la heterogeneidad de las microestructuras resultantes. En las micrografías de la Figura 2.18 y la Figura 2.19, correspondientes a enfriamientos a 0,01 ºC·s^{-1}, y 0,03 ºC·s^{-1} respectivamente, se observan la existencia de varias fases con diferentes tonos de claridad destacando la fase ferrítica caracterizada por el color blanco, indicada en la figura con una flecha negra.

También se observa que a un enfriamiento de 0,03 ºC·s^{-1} la cantidad de ferrita ha disminuido respecto a la detectada en la microestructura anterior. Se sigue observando una microestructura con granos de tamaño grande y zonas más oscuras en el interior del grano ferrítico. Ambas microestructuras son consecuencia de enfriamientos muy lentos y, como consecuencia, la cantidad de ferrita es considerable. Lógicamente, para estas velocidades de enfriamiento las microestructuras no muestran fases martensíticas por lo que es necesario aumentar el orden de magnitud de la velocidad de enfriamiento para reducir la presencia de fase ferrítica. La medición de los valores promedio de dureza en ambas microestructuras también confirman la presencia mayoritaria de fase ferrítica y las dispersiones altas demuestran la presencia de más de una fase metalográfica en la microestructura final de enfriamiento.

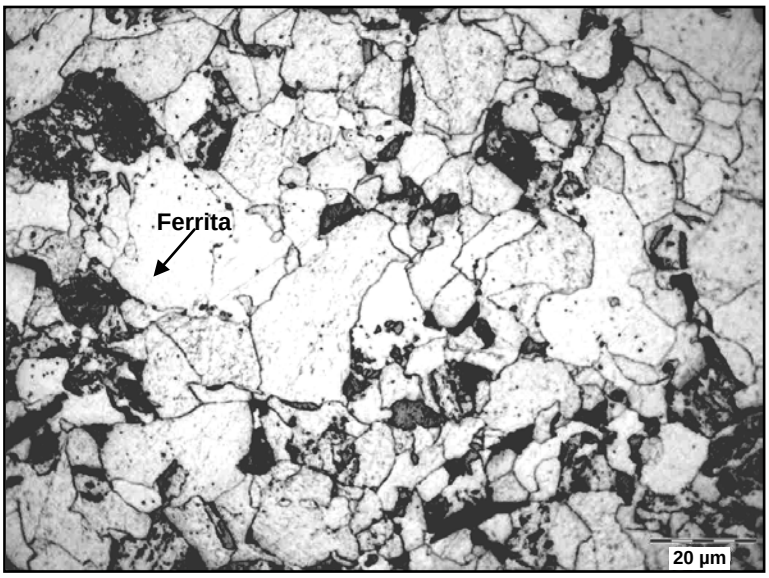

Figura 2.18. Micrografía obtenida para la probeta de acero experimental enfriada a una velocidad de 0,01 ºC·s^{-1}.

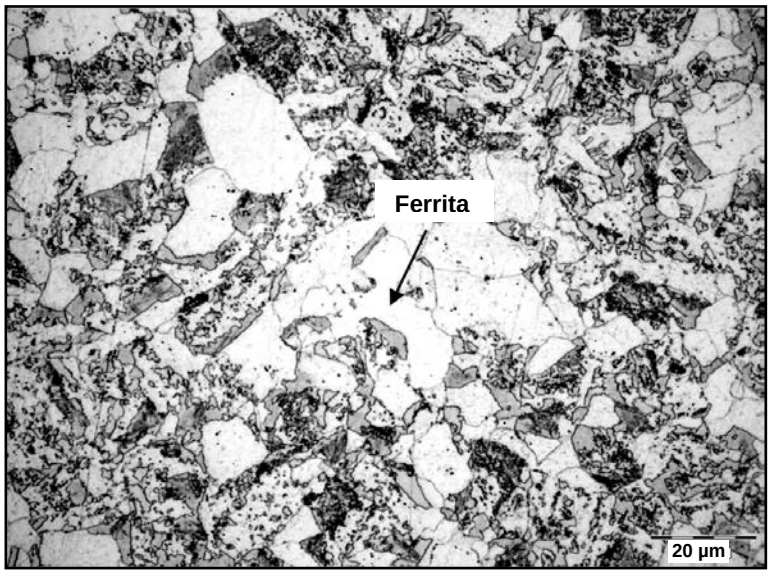

Figura 2.19. Micrografía obtenida para un enfriamiento de 0,03 ºC·s^{-1}.

La micrografía obtenidas para velocidades de enfriamiento a 0,2 y 0,5 ºC·s^{-1}, Figura 2.20 y Figura 2.21 respectivamente, muestran que la mayor parte de la ferrita ha desaparecido, aunque aún es perceptible en ambas microestructuras. En la microestructura correspondiente a 0,5 ºC·s^{-1} se observan unas formas aciculares, parecidas a las observadas en una microestructura martensítica. Sin embargo, el valor de la dureza medida descarta la presencia de martensita en una proporción considerable.

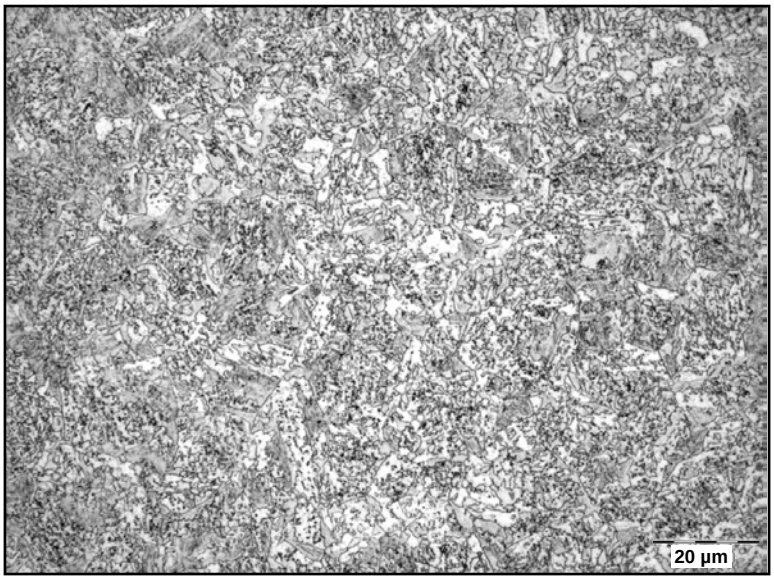

Figura 2.20. Micrografía obtenida para un enfriamiento de 0,2 ºC·s^{-1}.

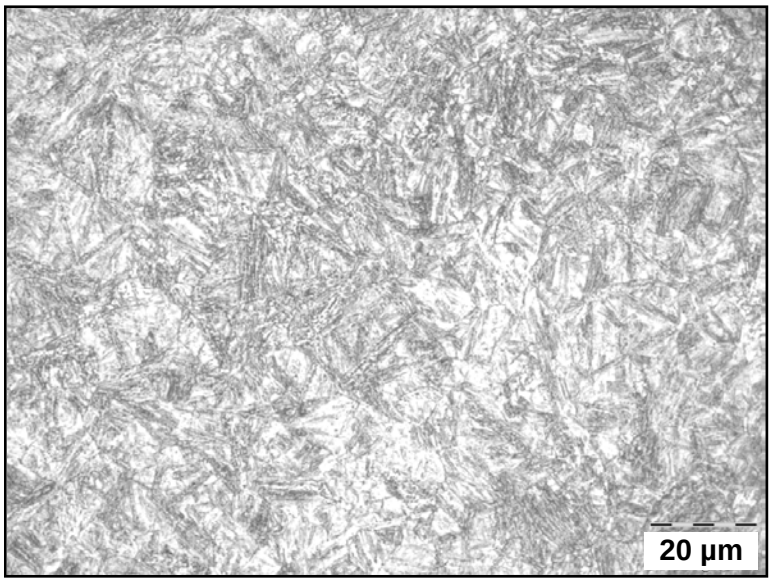

Figura 2.21. Micrografía obtenida para un enfriamiento de 0,5 ºC·s^{-1}.

En la probeta enfriada a 0,2 ºC·s^{-1} se calculó un valor promedio de dureza Vickers de 371 HV, con una dispersión de ± 24 HV. En la probeta enfriada a 0,5 ºC·s^{-1} se obtuvo un valor promedio de dureza Vickers de 434 HV y la dispersión alcanzó un valor de ± 42 HV, siendo este el enfriamiento donde el valor de la dispersión es mayor entre todos los realizados. Esto último demuestra que la estructura del acero no es lo suficientemente dura ni homogénea después de los enfriamientos. Para este rango de velocidades aún se advierte ferrita en la microestructura del acero a pesar que las curvas no detectan la transformación [14,15].

Para las probetas ensayadas a una velocidad de 1 y 1,5 ºC·s^{-1}, Figuras 2.22 y 2.23, respectivamente, las microestructuras obtenidas son complejas y no se advierte la presencia de ferrita en ninguna de ellas. En estas probetas se midieron unas durezas de 430 y 461 HV,

respectivamente, produciéndose un aumento sensible de la dureza a partir de una velocidad de enfriamiento de 1,5 ºC·s^{-1}. La dispersión en la probeta enfriada a 1 ºC·s^{-1} fue de ± 39 HV, pero en la probeta enfriada a 1,5 ºC·s^{-1} la dispersión fue de ± 9 HV, lo cual demuestra que para un incremento en la velocidad de enfriamiento de 0,5 ºC·s^{-1} la dispersión disminuye de manera considerable. Las microestructuras no revelan ninguna fase ferrítica pero sus respectivos valores de dureza aún están por debajo del valor medio de la martensita [16]. Aunque no se pueda demostrar la presencia de martensita, se advierte una transición entre las microestructuras anteriormente obtenidas por la gran diferencia entre las dispersiones de los valores obtenidos de dureza.

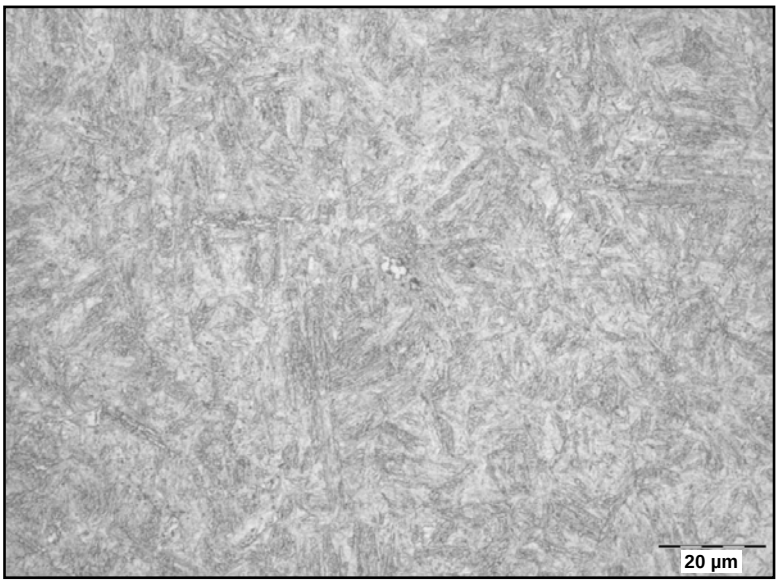

Figura 2.22. Micrografía para un enfriamiento de 1 ºC·s^{-1}.

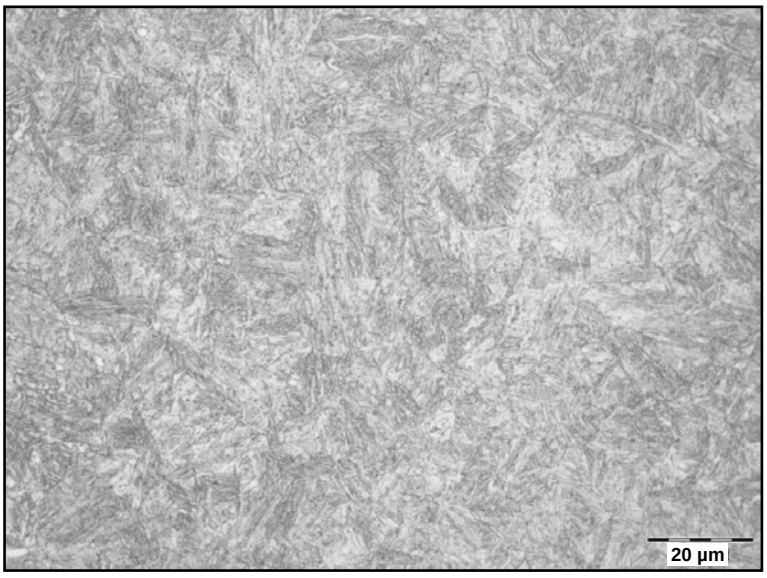

Figura 2.23. Micrografía para un enfriamiento de de 1,5 ºC·s^{-1}.

En las micrografías a los enfriamiento a 3, 5 y 10 ºC·s^{-1}, Figuras 2.24, 2.25 y 2.26 respectivamente, se observa una microestructura martensítica. Estas velocidades de enfriamiento fueron las más altas de todos los ensayos realizados. En las correspondientes micrografías se observa una microestructura martensítica, sin presencia de ferrita. El valor de dureza es próximo a 475 HV y se observa unas dispersiones muy bajas, de ± 3, ± 3 y ± 2 HV, respectivamente, en comparación con las dilatometrías realizadas a velocidades de enfriamiento más bajas. Este hecho revela una microestructura homogénea y con unos valores de dureza característicos a los de una microestructura mayoritariamente martensítica. Se considera que para estas velocidades la microestructura final de enfriamiento es mayoritariamente martensítica.

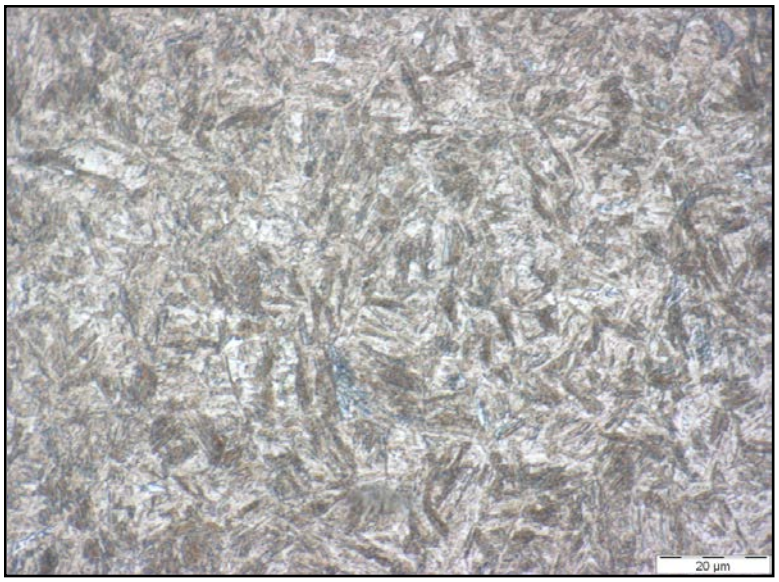

Figura 2.24. Micrografía para enfriamiento a 3 ºC·s^{-1}.

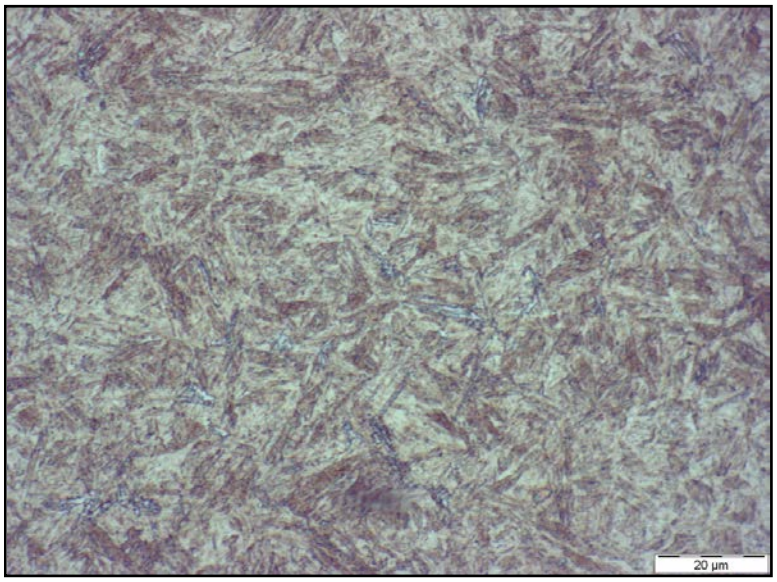

Figura 2.25. Micrografía para un enfriamiento de 5 ºC·s^{-1}.

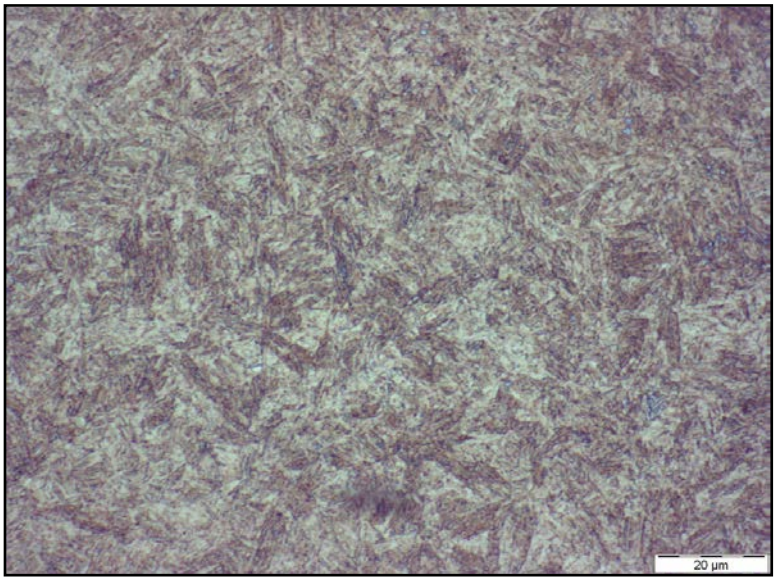

Figura 2.26. Micrografía para un enfriamiento a 10 ºC·s^{-1}.

2.3. Discusión de los resultados obtenidos.

El principal objeto de discusión de este trabajo es averiguar cómo influye la composición del acero en la inhibición de las transformaciones de la austenita en ferrita y, en menor medida, en bainita, ya que es interesante conocer el rango de velocidad mínimo al cual la estructura del acero experimental es mayoritariamente martensítico. Los resultados obtenidos en el análisis experimental muestran una disminución de la temperatura de inicio de transformación al aumentar la velocidad de enfriamiento, pero no deja clara la naturaleza de esta transformación. Habiendo analizado estas temperaturas junto con los correspondientes microestructuras y valores de dureza, se puede determinar, en una primera aproximación, que la velocidad mínima a la cual la microestructura obtenida contiene una presencia importante de martensita es 1,5 ºC·s^{-1}. Sin embargo, para validar estos resultados, hay que comparar los valores de la temperatura obtenidos con los calculados por medio de diferentes modelos matemáticos, tanto para la transformación austenita-bainita como para la transformación austenita-martensita.

Por ello, resulta útil explicar cuál es el efecto de los elementos de aleación presentes en el acero experimental sobre los distintos tipos de transformaciones. De esta forma, se comprueba que, con esta composición, el acero experimental va a disponer de una velocidad de enfriamiento relativamente baja, lo cual permite al acero, en posteriores tratamientos, obtener estructuras resistentes tras ser sometidos a enfriamientos normalizados o bajo atmósferas controladas.

2.3.1. Modelos para la determinación de las temperaturas de inicio de las transformaciones austenita-bainita.

Sin duda, uno de los grandes avances ha sido determinar las temperaturas de inicio de las transformaciones austenita-bainita y austenita-martensita de manera global, en base al estudio fenomenológico del problema o a su análisis mediante técnicas algorítmicas como redes neuronales, donde se determina la dependencia de la temperatura de la composición del acero.

Desde un punto de vista fenomenológico, son importantes los estudios realizados por S. M. C. Bohemen [17], donde se calculan las temperaturas de inicio de la transformación martensítica y bainítica mediante una expresión que depende exponencialmente del carbono. En este trabajo, se llega a la conclusión que la dependencia de la temperatura de inicio de la transformación bainítica no sigue una tendencia ni lineal, como habían demostrado W. Stevens y A. G Haynes [18], ni la tendencia polinómica descrita en los trabajos de J. Zhao [19] y J. K. Lee [20]. En el trabajo de S. M. C. Bohemen se analizan una serie de aceros con unos rangos de composición en peso de carbono entre 0,1 y 1,9 % y menos del 7 % en otros elementos de aleación. Bohemen clasifica todos los aceros en cuatro grupos diferentes, dependiendo de la influencia o peso de los elementos de aleación sobre la temperatura de inicio de la transformación austenita-bainita. Una vez realizada la clasificación, se lleva a cabo un ajuste exponencial de datos experimentales obtenidos en diagramas de enfriamiento isotérmico (TTT) y se desarrolla una ecuación para la temperatura de inicio de la transformación bainítica B_S (Ec. 2.11).

$$B_{S(Bohemen)} = P_0 - \sum_i P_i x_i - R_1\left[1-e^{-R_2 x_C}\right] \qquad \text{(Ec. 2.11)}$$

El factor i hace referencia a los elementos de aleación sustitucionales de la composición del acero, R_1 = 270 ºC, R_2 = 1,33 $(\%)^{-1}$, P_0 = 839 ºC, $\sum_i P_i x_i = 86x_{Mn} + 23x_{Si} + 67x_{Cr} + 33x_{Ni} + 75x_{Mo}$, donde x_i es la composición porcentual en peso de cada elemento. Los factores P_i difieren menos del 10 % que los utilizados en la ecuación de W. Stevens y A. G Haynes [17,18,20], que establece una relación lineal entre la temperatura B_S, en grados Celsius, y la composición de carbono en el acero (Ec. 2.12).

$$B_{S(Steven\text{-}Haynes)} = 830 - 270x_C - 90x_{Mn} - 37x_{Ni} - 70x_{Cr} - 83x_{Mo} \qquad \text{(Ec. 2.12)}$$

Los cuatro grupos en que se dividen los aceros del trabajo de S.M.C. Bohemen se caracterizan por su valor promedio $\overline{\sum_i P_i x_i}$, que indica la influencia de los elementos sustitucionales en la temperatura de inicio de la transformación. En la Figura 2.27.A [17] se

representan, en el eje de ordenadas, los valores obtenidos para la temperatura B_S y, en el eje de abscisas, la composición de carbono. Cada una de las cuatro líneas sólidas diferentes obtenidas del ajuste a la ecuación de Bohemen corresponde a la variación del valor de la temperatura B_S en función de la composición de carbono de los aceros pertenecientes a cada uno de los grupos fijados anteriormente. Cada una de estas líneas se ha ajustado con los valores promedio $\overline{\sum_i P_i x_i}$, mostrados en la leyenda superior derecha del gráfico, de cada uno de los valores $\sum_i P_i x_i$ propios de cada acero. Los símbolos oscuros representan el valor de la temperatura B_S calculada habiendo tomado como factor $\sum_i P_i x_i$ el propio de cada acero. En el gráfico también se observa un línea punteada obtenida del ajuste de los datos experimentales, en color claro, a la ecuación de Stevens y Haynes. Los datos experimentales de su estudio se ajustan mucho mejor con cada una de las líneas sólidas, con un coeficiente de correlación R^2 = 0,97 y un error en la desviación estándar σ = 13 ºC, que con la línea punteada (R^2 = 0,41 y σ = 13 ºC, que sólo tiene un ajuste óptimo en un rango reducido de composición de carbono, entre 0,1 y 0,6 %. Esto demuestra que el uso de la ecuación de Stevens-Haynes sólo es fiable, desde un punto de vista estadístico, para aceros con una composición de carbono entre 0,1 y 0,6 %.

Por otro lado, en el gráfico mostrado en la Figura 2.27.B se observa una correlación entre los datos experimentales de su estudio, representados en el eje de abscisas, y los datos calculados por medio de la ecuación de Bohemen (marcadores negros) y la de Stevens y Haynes (marcadores huecos), representados en el eje de ordenadas. En el gráfico se muestra la recta diagonal de pendiente unidad que indica la correlación exacta entre los datos experimentales y los datos calculados, y se observa claramente como los datos correspondientes al ajuste de la ecuación de Stevens y Haynes, con dependencia lineal en la composición de carbono, están mucho más dispersos que los correspondientes a la ecuación de Bohemen. Esto significa que el ajuste de los datos experimentales de su estudio es más fiable con una ecuación que dependa exponencialmente del carbono que con otra que dependa linealmente.

Sin embargo, esta conclusión obtenida en esta investigación no ha validado algunos resultados obtenidos de estudios precedentes. En el trabajo de J. C. Zhao [19], se desarrolla una ecuación de tipo polinomial (Ec. 2.13) para ajustar el valor de la temperatura B_S obtenida en enfriamiento continuo.

$$B_{S\ (Zhao_Pol.)} = 720 - 586x_C + 127x_C^2 - 92x_{Mn} + 7{,}8x_{Mn}^2 - 0{,}33x_{Mn}^3 - 66x_{Ni} + 6{,}1x_{Ni}^2 - \\ - 0{,}23x_{Ni}^3 - 32x_{Cr} + 2{,}2x_{Cr}^2 - 42x_{Mo} \qquad \text{(Ec. 2.13)}$$

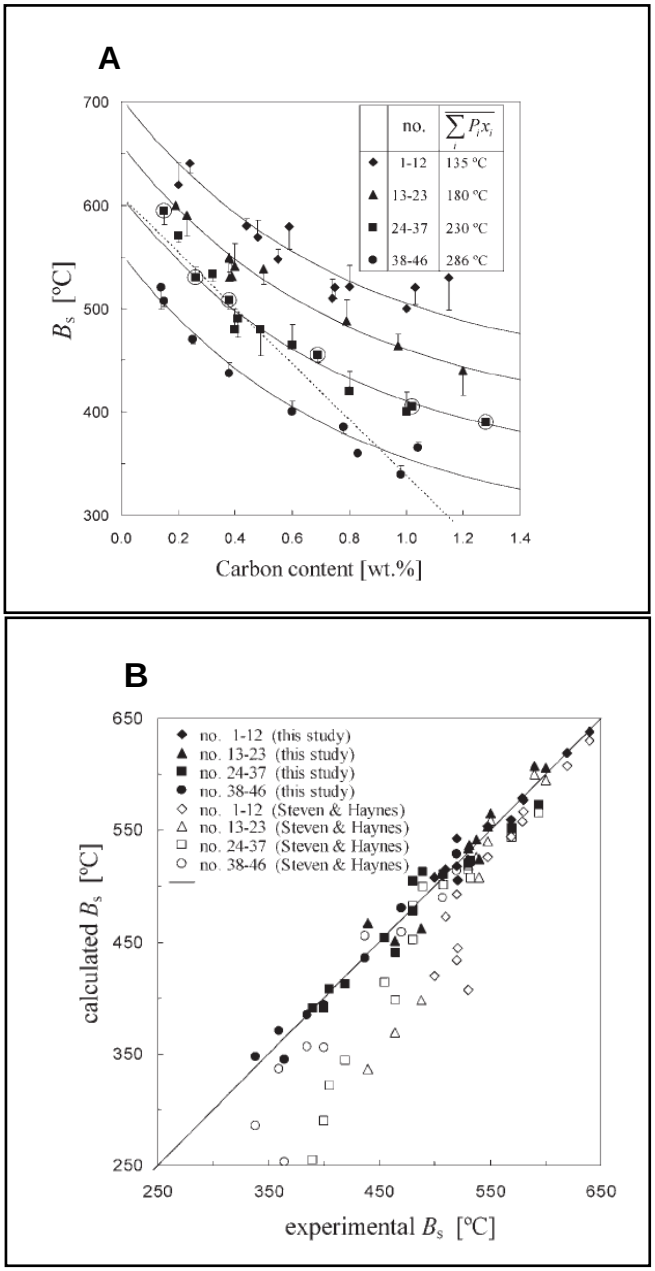

Figura 2.27. A) Ajuste de las temperaturas B_S de los aceros estudiados en función de la composición de carbono para cada grupo de aceros seleccionados. B) Correlación entre los valores experimentales y los calculados con las ecuaciones de S. M. C Bohemen y de Stevens y Haynes (*S. M. C. Bohemen* [17]).

En el trabajo de Y. K. Lee [20] se realiza un ajuste de los datos experimentales de 69 aceros obtenidos de un manual de referencia [21] con unos rangos de composición, en % en peso, para los principales elementos de aleación, de C = 0,1 - 0,8, Mn = 0,2 - 1,7, Si = 0,1 - 0,7, Ni = 0 - 4,5 y Mo = 0 - 2,0. Si se exceptúa el contenido de niobio y vanadio, las composiciones de los elementos de aleación del acero nuevo experimental, objeto de estudio de esta tesis doctoral, están incluidas en este rango. El ajuste realizado por Y. K. Lee obtuvo una ecuación de tipo polinomial (Ec. 2.14).

$$B_{S\ (Lee)} = 745 - 110x_C - 59x_{Mn} - 39x_{Ni} - 68x_{Cr} - 106x_{Mo} - 17x_{Mn}x_{Ni} + 6x_{Cr}^2 + 29x_{Mo}^2 \quad \text{(Ec. 2.14)}$$

Los valores calculados con esta ecuación fueron comparados con otros modelos desarrollados por otros autores. La comparación se realiza con modelos de dependencia lineal del carbono como las ecuaciones de W. Steven y A. G. Haynes (Ec. 2.12), la ecuación de T. Kunikate e Y. Okada [22] (Ec. 2.15) y la ecuación de J. S. Kirkaldy y D. Venugopalan [23] (Ec. 2.16).

$$B_{S(Kunikate\text{-}Okada)} = 732 - 202x_C + 216x_{Si} - 85x_{Mn} - 37x_{Ni} - 47x_{Cr} - 39x_{Mo} \quad \text{(Ec. 2.15)}$$

$$B_{S(Kirkaldy\text{-}Venugopalan)} = 656 - 57{,}7x_C - 75x_{Si} - 35x_{Mn} - 15{,}3x_{Ni} - 34x_{Cr} - 41{,}2x_{Mo} \quad \text{(Ec. 2.16)}$$

En todas las anteriores ecuaciones las temperaturas B_S están en grados Celsius y la composición de cada elemento en tanto por ciento en peso. Cabe destacar la importancia del silicio en la ecuación de Kunikate y Okada y cómo la ecuación de Kirkaldy y Venugopalan se obtuvo a partir de la ecuación de Steven y Haynes. Estas tres ecuaciones fueron obtenidas por ajustes realizados con diferentes grupos de aceros. Por eso, en el trabajo de Y. K. Lee se realizó una nueva comprobación de la bondad del ajuste de estos tres modelos, junto con el del propio Lee, para obtener datos comparables sobre la misma base de aceros. Se seleccionó una base con datos experimentales de aceros [21] y se realizaron las correlaciones con las ecuaciones de Steven-Haynes, Kunitake-Okada, Kirkaldy-Venugopalan y Lee, mostradas en las Figuras 2.28.A, 2.28.B, 2.28.C y 2.28.D, respectivamente. Se muestran cuatro gráficos donde se representan, en el eje de abscisas, los datos experimentales de la temperatura B_S de los aceros y, en el eje de ordenadas, sus correspondientes valores calculados. En el cuadro izquierdo superior se muestran los parámetros del ajuste de N datos experimentales. Los términos E y D (Ecs. 2.17-2.20) hacen referencia al promedio de las distancias, en valor algebraico (E_i) y absoluto (D_i) respectivamente, de cada marcador a la línea diagonal central. Ambos valores, que están en grados Celsius, representan la bondad de la correlación de datos, de tal forma que cuanto más pequeño el valor del parámetro D, mayor aproximación tiene el valor calculado mediante el modelo de ecuación correspondiente ($B_S^{calc.}$). El valor E indica si los valores calculados son altos (valor positivo) o bajos (valor negativo) respecto de los valores obtenidos experimentalmente.

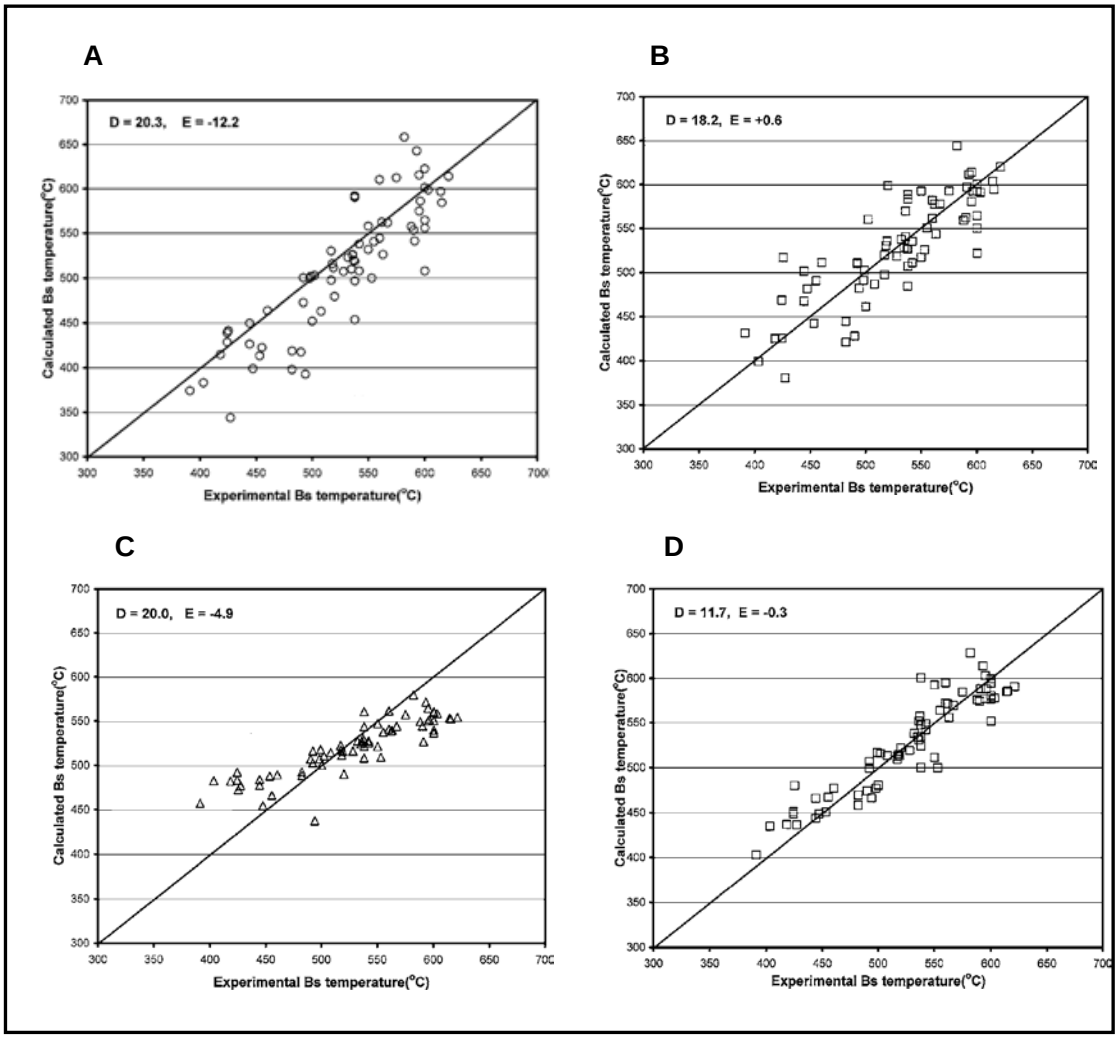

Figura 2.28. Correlación entre los datos experimentales y los datos calculados por medio de la ecuación de A) Steven-Haynes, B) Kunitake-Okada, C) Kirkaldy-Venugopalan y D) Lee (*Y. K. Lee,* [20]).

$$E_i = \frac{1}{\sqrt{2}}\left(B_S^{calc.} - B_S^{exp.}\right) \qquad \text{(Ec. 2.17)}$$

$$E = \frac{\sum_{i=1}^{n} E_i}{N} \qquad \text{(Ec. 2.18)}$$

$$D_i = |E_i| \qquad \text{(Ec. 2.19)}$$

$$D = \frac{\sum_{i=1}^{n} D_i}{N} \qquad \text{(Ec. 2.20)}$$

Se observa cómo la mejor correlación corresponde al ajuste realizado por Y. K. Lee, mostrado en la Figura 2.28.D, ya que su valor de D es el más pequeño (D = 11,7 ºC). Esta ecuación establece relación polinomial entre la temperatura B_S y la composición de los elementos de aleación del acero.

Según lo visto anteriormente, y para una primera aproximación, el modelo exponencial de Bohemen y los polinómicos de Zhao y Lee parecen ser los más apropiados para comparar los resultados obtenidos en las dilatometrías hechas para el acero experimental con los valores obtenidos al sustituir la composición del acero experimental en cada una de las ecuaciones analizadas. En la Figura 2.29 se muestra un gráfico donde se comparan, junto con la dureza medida, las temperaturas obtenidas experimentalmente en los ensayos dilatométricos con las temperaturas B_S calculadas en cada ecuación para la composición del acero nuevo experimental. En el eje de ordenadas izquierdo se representa la escala de temperaturas, en grados Celsius, mientras que el eje de ordenadas derecho corresponde a una escala de durezas Vickers. En el eje de abscisas se representan las velocidades de enfriamiento seleccionadas para los ensayos de dilatometría realizados.

En la Figura 2.29 se observa que para todos los modelos, excepto para el de Zhao, el valor de inicio de la transformación bainítica tiene lugar a partir de 500 ºC. Las temperaturas obtenidas en los ensayos no superan ese valor, siendo sólo superiores al valor calculado por la ecuación de Zhao. A medida que aumenta la velocidad de enfriamiento, el valor de la temperatura se va aproximando al calculado por la ecuación de Zhao, alejándose de los calculados con los demás modelos. Sin embargo, si se analiza la curva de durezas, estas son propias de microestructuras martensíticas, como se ha visto en las correspondientes micrografías, Figuras 2.18-2.26. Los valores calculados con el modelo polinomial propuesto por Zhao quedan lejos tanto de los otros modelos como de los datos obtenidos de los ensayos para el acero experimental para velocidades bajas de enfriamiento. Por otro lado, el modelo exponencial propuesto por Bohemen no se ajusta a los datos experimentales. Sin embargo, para las temperaturas obtenidas en los ensayos realizados a velocidades más bajas (0,03 - 0,5 ºC s^{-1}), los valores calculados con el modelo polinomial de Lee son los que más se aproximan, siendo sólo ligeramente superiores a las temperaturas experimentales. Aunque en los procesos de enfriamiento continuo deducir ecuaciones y modelos empíricos que expliquen la influencia de la composición sobre la temperatura de inicio de transformaciones es complejo, debido a la naturaleza no isotérmica de los procesos, la tendencia general es que las temperaturas de inicio de transformaciones obtenidas de los procesos de enfriamiento continuo (curvas CCT) son más bajas que las obtenidas por procesos de enfriamiento isotérmico (curvas TTT) [24].

En resumen, en la Figura 2.29 se observa que los valores T_i del acero experimental no se mantienen estables hasta velocidades de 1 ºC·s^{-1}, y a partir de esta velocidad su variación en función de la velocidad de enfriamiento es mínima. De aquí se deduce que los valores T_i calculados para velocidades por encima de 1 ºC·s^{-1} no corresponden a transformaciones austenita-bainita. Sin embargo, a velocidades por debajo de 1 ºC·s^{-1}, los valores T_i si se

corresponden a una transformación austenita-bainita, cuyos valores se ajusta más al modelo de Y. Lee (Ec. 2.14).

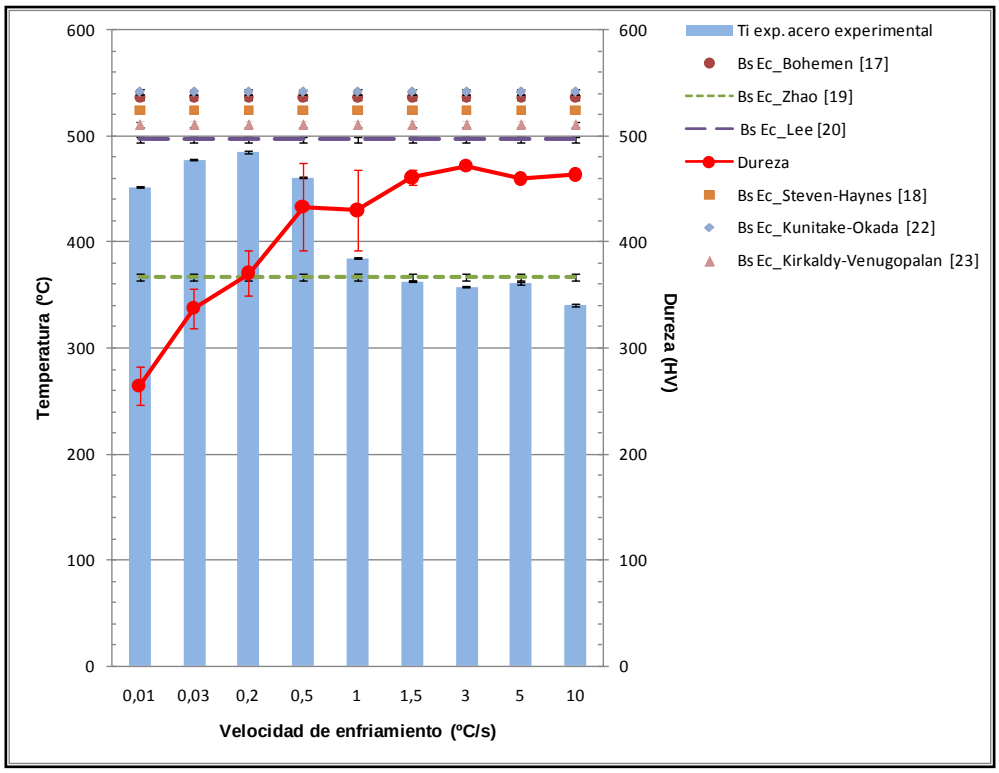

Figura 2.29. Comparación entre las temperaturas T_i detectadas en los ensayos de dilatometría y las temperaturas B_S de inicio de la bainita de cada modelo para el acero experimental.

2.3.2. Modelos para la determinación de las temperaturas de inicio de las transformaciones austenita-martensita.

En los ensayos dilatométricos realizados para el acero experimental se observó como para velocidades a partir de 1 $ºC \cdot s^{-1}$ aparecían unos picos de transformación y unas durezas que pueden corresponder a una transformación austenita-martensita. A partir de esta velocidad, las curvas de transformación y los picos obtenidos en sus correspondientes curvas derivadas no corresponden a una transformación austenita-bainita. Para determinar claramente la naturaleza de la transformación es conveniente desarrollar los modelos de ecuaciones desarrollados para determinar M_S en función de la composición del acero. Al igual que ocurría en la transformación austenita-bainita, los modelos de ecuaciones fenomenológicos para determinar M_S se caracterizan por la relación matemática existente entre la composición de sus elementos de aleación y la temperatura de inicio de la transformación, pudiendo ser modelos lineales, polinomiales y exponenciales. En el trabajo de K. W. Andrews [25] se desarrollaron dos modelos de ecuaciones, uno lineal y otro polinomial [26] para aceros con

una composición menor de 0,6 % C, 4,9 % Mn, 5,0 % Cr, 5,0 % Ni y 5,4 % Mo (Ecs. 2.21 y 2.22, respectivamente).

$$M_{S\ Andrews\ (lineal)} = 539 - 423x_C - 30x_{Mn} - 11x_{Si} - 12x_{Cr} - 18x_{Ni} - 7x_{Mo} \quad \text{(Ec. 2.21)}$$

$$M_{S\ Andrews\ (polinomial)} = 512 - 453x_C + 217x_C^2 - 72x_Cx_{Mn} + 15x_{Cr} - 17x_{Ni} - 68x_Cx_{Cr} - 7{,}5x_{Si} - 9{,}5x_{Mo} \quad \text{(Ec. 2.22)}$$

donde la temperatura está calculada en grados Celsius. Igualmente, existen varios modelos lineales para determinar la temperatura de inicio de la transformación martensítica. Sin embargo, resulta útil analizar el modelo desarrollado por C. Capdevila [27,28](Ec. 2.23) donde, mediante la aplicación de un modelo de red neuronal, se estudia la influencia de varios elementos de aleación sobre el inicio de la transformación martensítica, para unos rangos de composición de los diferentes elementos, en porcentaje en peso, definidos por 0,001 ≤ C ≤ 1,65, Mn ≤ 3,76, Si ≤ 3,40, Cr ≤ 17,9, Ni ≤ 27,2, Mo ≤ 5,10, V ≤ 4,55, Co ≤ 30,0, Al ≤ 1,10, W ≤ 12,9, Cu ≤ 0,98, Nb ≤ 0,23, B ≤ 0,0010, y 0,0001 ≤ N ≤ 0,060.

$$M_{S\ Capdevila} = 764{,}2 - 302{,}6x_C - 30{,}6x_{Mn} - 16{,}6x_{Ni} - 8{,}9x_{Cr} + 2{,}4x_{Mo} - 11{,}3x_{Cu} + 8{,}58x_{Co} + 7{,}4x_W - 14{,}5x_{Si} \quad \text{(Ec. 2.23)}$$

Las composiciones de los elementos del acero experimental están incluidas dentro de estos límites. En este estudio también se analizó el efecto de elementos como el niobio y el vanadio, aunque estos elementos no aparezcan en la ecuación del modelo, expresada en Kelvin (K).

Por último, es útil analizar el modelo exponencial de S. M. C. Van Bohemen [17] (Ec. 2.24) para tener una referencia de modelo exponencial, y así poder compararlos con los otros. En su trabajo, Van Bohemen consiguió un buen ajuste de los datos experimentales, con un coeficiente R = 0,95 y una desviación estándar σ = 13 ºC. Cómo ocurría en el caso de la determinación de la temperatura de inicio de la transformación austenita-bainita, los modelos lineales y cuadráticos presentaban un ajuste mejor con los datos experimentales para aceros con composiciones de carbono bajas.

$$M_{S\ (Bohemen)} = 565 - \sum_i K_i x_i - 600\left[1 - e^{-0{,}96x_C}\right] \quad \text{(Ec. 2.24)}$$

La temperatura $M_{S(Bohemen)}$ está en grados Celsius y $\sum_i K_i x_i = 31x_{Mn} + 13x_{Si} + 10x_{Cr} + 18x_{Ni} + 12x_{Mo}$. Todos los valores obtenidos de M_S en los diferentes modelos descritos (Ecs. 2.21-2.24) calculados para un acero con idéntica composición al acero experimental fueron llevados a una gráfica, mostrada en la Figura 2.30, de la misma forma que se hizo con las temperaturas

B_S en la Figura 2.29, y comparados con las durezas y las temperaturas de inicio T_i obtenidas en los ensayos dilatométricos. En el eje de ordenadas, de nuevo, se representan, en grados Celsius, las temperaturas T_i obtenidas en los ensayos y las temperaturas M_S calculadas con cada modelo para el acero experimental. En el eje de abscisas se muestran las velocidades de enfriamiento de los ensayos dilatométricos.

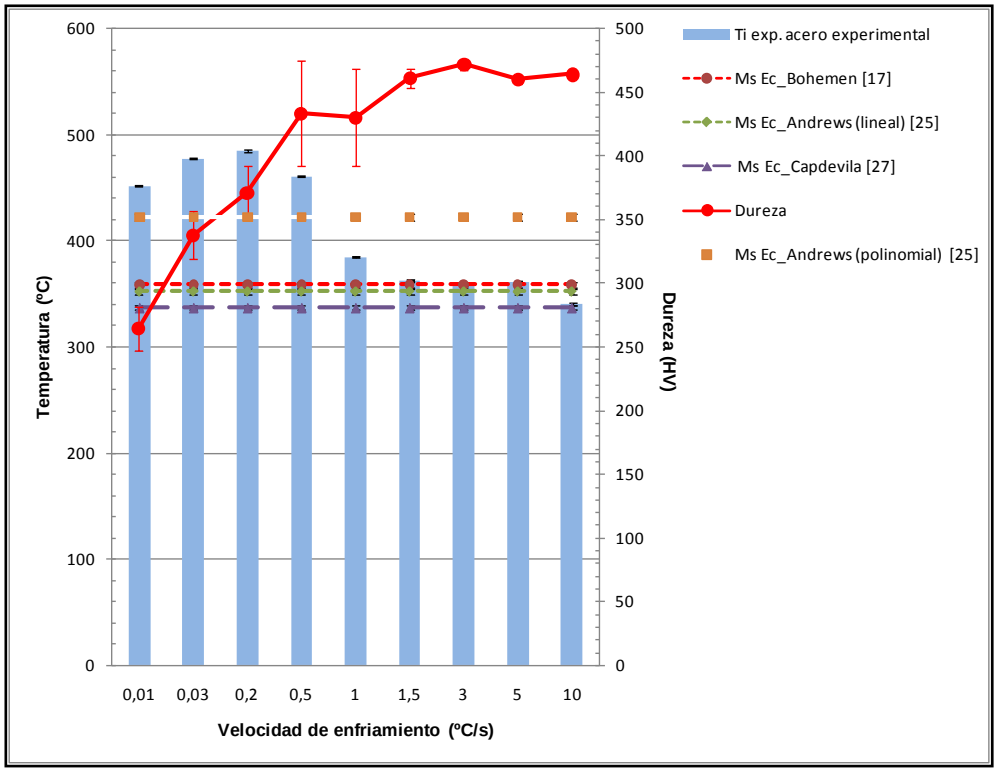

Figura 2.30. Comparación entre las temperaturas T_i detectadas en los ensayos de dilatometría y las temperaturas M_S de inicio de la martensita de cada modelo para el acero experimental.

Se observa claramente cómo a partir de velocidades de enfriamiento de 1 ºC·s^{-1}, los valores de la temperatura T_i son muy similares a los calculados con el modelo lineal de K. W. Andrews (Ec. 2.21) y con el modelo exponencial de S. M. C. Bohemen (Ec. 2.24). El modelo de C. Capdevila (Ec. 2.23) también se aproxima inferiormente. El único modelo que se desvía de los valores experimentales es el modelo polinomial de K. W. Andrews (Ec. 2.22). Así mismo, se observa como el perfil de durezas adquiere, para enfriamientos realizados a partir de 1 ºC·s^{-1}, valores homogéneos y característicos de estructuras martensíticas.

2.3.3. Efectos de los elementos de aleación del acero experimental sobre las transformaciones austenita-ferrita, austenita-bainita y austenita-martensita.

La explicación de la desaparición progresiva de ferrita a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento se debe a la pérdida de la difusividad del carbono por el incremento de la

velocidad de enfriamiento, lo cual perjudica la transformación austenita-ferrita debido a la naturaleza difusiva de esta transformación, y la presencia de un alto contenido en níquel y de cromo, que ralentizan el inicio de la transformación austenita-ferrita [6] por el efecto de arrastre ("solute-drag") [7,24,29], (Ecs. 2.4 - 2.5). Todo esto implica que el acero experimental no va a presentar ninguna microestructura ferrítica a velocidades de enfriamiento características de hornos de auto-templado (5-10 $^{o}C \cdot s^{-1}$) [30].

Por otro lado, hay que recordar que el inicio de la transformación bainítica tiene lugar cuando el sistema alcanza la energía libre necesaria para iniciar la reacción, determinada por la función universal G_N (Ec. 2.6). Según la teoría de Matsuda y Bhadesia [31,32], esta función también depende de la temperatura B_S (Ec. 2.8). Por lo tanto, existe una conexión entre el efecto de los elementos de aleación, que influyen directamente en la facilidad de nucleación de una determinada fase, y la temperatura B_S. En el trabajo de J. Wang et al. [24], se diseña un algoritmo de redes neuronales artificiales para estudiar, en procesos de enfriamiento continuo, la influencia sobre el valor B_S de los elementos de aleación y de la velocidad de enfriamiento. Según los trabajos publicados por García-Mateo [8], el molibdeno, el cromo, y el níquel logran rebajar considerablemente la temperatura de inicio de la transformación austenita-bainita, al contrario que el silicio, el vanadio y el cobre. Por ello, la presencia mayoritaria de níquel (3,83 %), junto con el cromo (1,12 %) se revelan como los elementos de mayor influencia en la disminución de B_S en el acero experimental.

La principal novedad de este acero radica en la presencia de niobio y vanadio en su composición, con contenidos de vanadio (0,12 %) y niobio (0,08 %), resulta útil estudiar el efecto de estos elementos sobre la temperatura B_S. El estudio de García-Mateo revela que el vanadio apenas tiene influencia en la variación de la temperatura B_S. En los modelos de ecuaciones descritos para determinar la temperatura B_S no se aprecia la presencia de las composiciones de vanadio y niobio en las expresiones finales. Esto significa que para hacer los ajustes correspondientes, la importancia de ambos elementos no es relevante.

Respecto a la transformación austenita-martensita, en el trabajo de C. Capdevila et al. [28] se demuestra que la influencia del niobio y del vanadio en la energía de activación de la transformación austenita-martensita es baja para aceros con composición de carbono similar al del acero experimental. Por esta razón, y viendo que las temperaturas de inicio de la transformación austenita-martensita se han podido aproximar mediante los modelos de ecuaciones anteriormente descritos, se deduce que la influencia en el acero experimental de las composiciones del niobio y el vanadio para la temperatura M_S, al igual que ocurría con la temperatura B_S, no es relevante. Aunque estudios recientemente, como el de Guang Xu et al. [33] muestran que si bien la influencia directa del niobio y vanadio sobre la temperatura M_S no es significativa, sí lo es la cantidad de bainita transformada durante el enfriamiento. También son importantes, al respecto, los trabajos de G. I. Rees et al. [6] y G. Fossaert et al. [3],

citados en el apartado 3.3 de la Introducción Teórica de esta tesis doctoral. En el trabajo de G. I. Rees et al. fue analizado el efecto que tiene el niobio y sus carburos sobre la cinética de transformación austenita-martensita y se observó que la presencia de mayor cantidad de niobio disuelto en la matriz de austenita tiene como efecto bajar la velocidad crítica de enfriamiento V_c. En un principio, la presencia de niobio, sobre todo, tiende a favorecer la transformación austenita-martensita disminuyendo la velocidad crítica de enfriamiento. En el trabajo realizado por G. Fossaert et al se refuerza la idea de G. I. Rees et al. por la que un aumento de la cantidad de niobio disuelto en la matriz austenítica, durante la austenización, aumenta la cantidad de martensita transformada para velocidades V_c más bajas. Sin embargo, en este estudio se demostró que los carburos de niobio aceleran de manera considerable la transformación austenita-bainita, al comportarse como zonas de alta nucleación, actuando de manera opuesta al niobio disuelto en la matriz. De esta manera, unas concentraciones mayores de carburos, entre otros, de niobio y vanadio aumentan su dureza y tenacidad [34,35] pero también pueden favorecer la formación, durante el enfriamiento, de fases no deseadas como la bainita y, sobre todo, la ferrita.

2.3.4. Diagrama CCT del acero experimental.

En la actualidad los numerosos datos obtenidos de los ensayos de enfriamiento continuo son utilizados para determinar los parámetros característicos de los procesos de enfriamiento como las temperaturas B_S y M_S, proporción de fases o propiedades físicas del acero. Los datos se emplean para el desarrollo de algoritmos matemáticos que van desde técnicas de Análisis Neuronal [36,37,38] y modelos teóricos termodinámicos, utilizando la influencia de los elementos de aleación sobre las temperaturas de transformación [39], hasta aplicaciones que pueden calcular la dureza final del acero [40]. Todas estas herramientas proporcionan información valiosa para elaborar diagramas completos sin utilizar muchos datos experimentales. En este caso, y haciendo uso de una aplicación informática, se realizó un análisis de las zonas o campos de fases del acero experimental en función de la velocidad de enfriamiento con los datos obtenidos, como se observa en la Figura 2.31. El gráfico conseguido da una aproximación muy útil para conocer los campos principales de fases que atraviesan las curvas de enfriamiento del acero experimental y las velocidades y temperaturas críticas a las cuales se activan los procesos de transformación.

La Figura 2.31 muestra en el eje de ordenadas la temperatura y en el eje de abscisas el tiempo en escala logarítmica. En el mismo gráfico aparecen las curvas correspondientes a las velocidades de enfriamiento. Una vez detectados los puntos críticos a cada velocidad determinada, junto con la información proporcionada por el estudio metalográfico, de dureza y

las comparaciones llevadas a cabo en los apartados anteriores, se determinaron las fases presentes durante los diferentes enfriamientos del acero experimental.

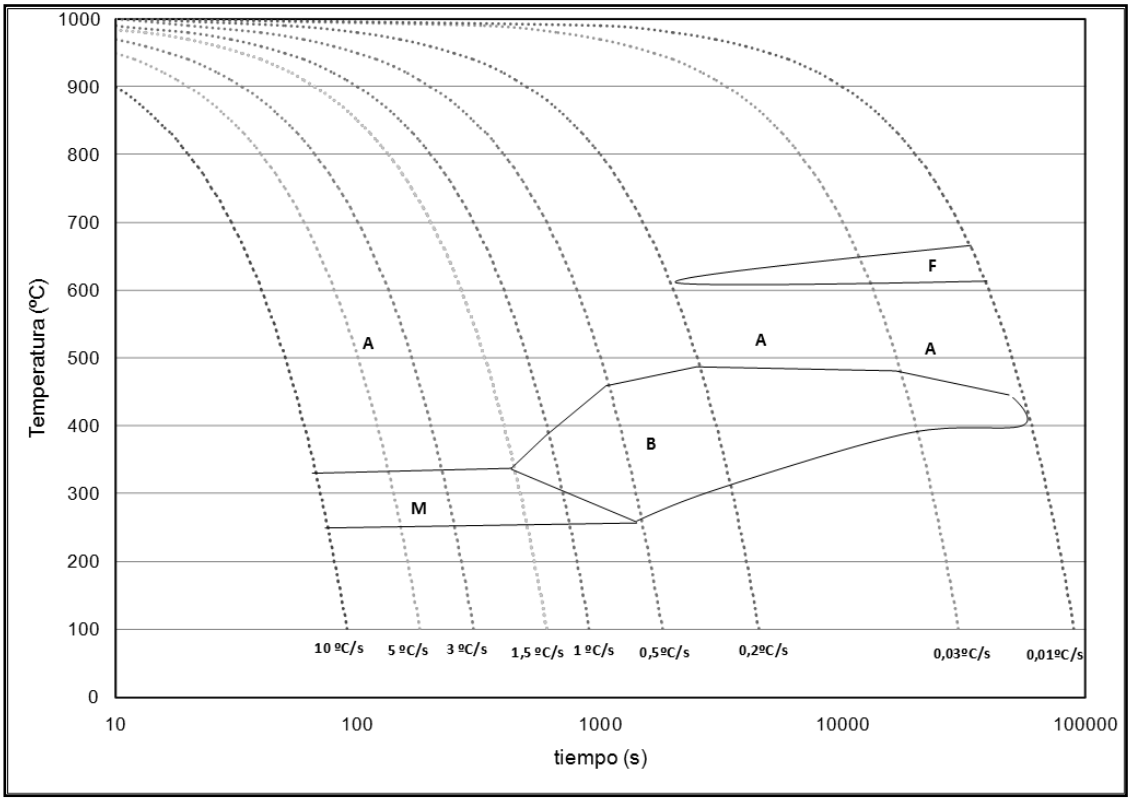

Figura 2.31. Diagrama CCT del acero experimental.

En el gráfico se muestra que a velocidades de enfriamiento de 0,2 $ºC \cdot s^{-1}$ la fase ferrita formada a temperaturas altas desaparece. Esto último elimina toda probabilidad que aparezca fase ferrita en microestructuras de aceros enfriados a velocidades bajas, y se eliminan riesgos que afecten a las propiedades mecánicas del acero. De igual forma, entre unas velocidades de 0,2 y 0,5 $ºC \cdot s^{-1}$, la transformación mayoritaria es austenita-bainita. A partir de estas velocidades y hasta una velocidad de 1 $ºC \cdot s^{-1}$ el gráfico muestra que el acero tiene una microestructura mixta, con mayor fase de bainita. En las curvas dilatométricas correspondientes a las velocidades de enfriamiento de 1,5, 3, 5 y 10 $ºC \cdot s^{-1}$ se observa que la transformación martensítica comienza a ser importante a partir de estas velocidades. Por lo tanto, cualquier tratamiento posterior aplicado al acero experimental para obtener una estructura mayoritariamente martensítica tendrá que ser a partir de velocidades del orden de 1-1,5 $ºC \cdot s^{-1}$.

2.4. Conclusiones.

- El acero experimental tiene unos valores promedio para las temperaturas críticas Ac1 y Ac3 de 726 ºC y 775 ºC, respectivamente.

- Para el estudio de la transformación austenita-bainita, las temperaturas obtenidas en los ensayos realizados a velocidades más bajas (0,2-0,5 $ºC \cdot s^{-1}$), se aproximan a los valores calculados con el modelo polinomial de Y. K. Lee.

- Para el estudio de la transformación austenita-martensita, a partir de velocidades de enfriamiento del orden de 1 $ºC \cdot s^{-1}$, los valores de la temperatura T_i son muy similares a los calculados con el modelo lineal de K. W. Andrews, el modelo exponencial de S. M. C. Bohemen y, en menor medida, con el modelo de C. Capdevila.

- El acero experimental presenta una ausencia completa de fase ferrítica a velocidades de enfriamiento a partir de 0,2 $ºC \cdot s^{-1}$. Esta disminución es debida al efecto de los elementos de composición del acero que producen un efecto de “solute-drag” en la transformación de la austenita a ferrita. El níquel y el cromo son los elementos que más influencia tienen sobre la disminución de la temperatura de inicio de la transformación bainítica (B_S) del acero experimental.

- El niobio y el vanadio presentes en el acero experimental no influyen ni en la temperatura de inicio de la transformación austenita-bainita (B_S) ni en la temperatura de inicio de la transformación austenita-martensita (M_S).

- Entre unas velocidades de 0,2 y 0,5 $ºC \cdot s^{-1}$, la transformación mayoritaria es austenita-bainita.

- A partir de velocidades de enfriamiento de 1-1,5 $ºC \cdot s^{-1}$, el gráfico de las curvas CCT muestra que la microestructura del acero es mayoritariamente martensítica.

2.5. Bibliografía.

[1] H. K. D. H. Bhadeshia, “Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties”, 2ª Ed. IOM Communications Ltd. Londres, Reino Unido, pp. 1-18, 2001.

[2] M. J. Santofimia, “La transformación bainítica sin formación de carburos en aceros”, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, pp.1-30, 2006.

[3] C. Fossaert, G. Rees, T. Maurickx, H. K. D. H. Bhadeshia, “The effect of niobium on the hardenability of microalloyed austenite”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26, Nº 1, pp. 21-30, 1995.

[4] Grupo Metalurgia Ingeniería Materiales, Universidad de Sevilla, http://www.esi2.us.es/IMM2/Pract-html/diagrama.html (9 de Diciembre de 2013).

[5] J. C. Zhao, M. R. Notis, “Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformation kinetics of steels - a phenomenological rationalization of experimental-observations”, Materials Science & Engineering R-Reports, Vol. 15, Nº. 4-5, pp. 135-207, 1995.

[6] G. I. Rees, J. Perdrix, T. Maurickx, H. K. D. H. Bhadeshia, “The effect of niobium in solid solution on the transformation kinetics of bainite”, Materials Science and Engineering: A, Vol. 194, Nº. 2, pp. 179-186, 1995.

[7] Z. Liu, G. Wang, T. Narita, “Numerical modeling of growth kinetics of pro-eutectoid ferrite transformed from austenite in Fe-C-Sigma X alloys”, Journal of Materials Science & Technology, Vol. 21, Nº. 6, pp. 795-798, 2005.

[8] C. García-Mateo, T. Sourmail, F. G. Caballero, C. Capdevila, C. García de Andrés, “New approach for the bainite start temperature calculation in steels”, Materials Science and Technology, Vol. 21, Nº. 8, pp. 934-940, 2005.

[9] P. L. Mangonon, “Ciencia de materiales: selección y diseño”, 1ª Ed., Pearson Educación, Naucalpán de Juárez, Méjico, pp. 316-388, 2001.

[10] W. Mendenhall, T. Sincich, “Probabilidad y Estadística para Ingeniería y Ciencias”, 4ª Ed. Prentice Hall, Mexico D.F, Méjico, pp. 981-1033, 1997.

[11] D. C. Montgomery, “Applied Statistics and Probability for Engineers”, 3ª Ed., John Wiley and Sons. Nueva York, Estados Unidos, pp. 595-648, 2003.

[12] B. L. Bramfitt, A. O. Benscoter, “Metallographer’s Guide: Practices and procedures for irons and steels”, 1ª Ed., ASM International, Materials Park, Estados Unidos, pp. 300-319, 2002.

[13] Norma ASTM E112-10, “Standard test methods for determining average grain size”, ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.

[14] T. A. Kop, J. Sietsma, S. Van Der Zwaag, “Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels”, Journal of Materials Science, Vol. 36, Nº. 2, pp. 519-526, 2001.

[15] R. A. Farrar, Z. Zhang, “Experimental verification of the continuous-cooling transformation diagram produced by the dilatometry-metallography method”, Journal of Materials Science Letters, Vol. 12, Nº. 20, pp. 1606-1611, 1993.

[16] P. L. Mangonon, “Ciencia de Materiales:Selección y Diseño”, 1ª Ed., Pearson Educación, Naucalpán de Juárez, Méjico, pp. 316-388, 2001.

[17] S. M. C. Van Bohemen, “Bainite and martensite start temperature calculated with exponential carbon dependence”, Materials Science and Technology, Vol. 28, Nº. 4, pp. 487-495, 2012.

[18] W. Steven, A. G. Haynes, “The temperature of formation of martensite and bainite in low-alloy steel”, Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 183, pp.349–359, 1956.

[19] J. Zhao, “Continuous cooling transformations in steels”, Materials Science and Technology, Vol. 8, Nº. 11, pp. 997-1003, 1992.

[20] Y. K. Lee, “Empirical formula of isothermal bainite start temperature of steels”, Journal of Materials Science Letters, Vol. 21, Nº. 16, pp. 1253-1255, 2002.

[21] G. F. Vander Voort, “Atlas of Time-Temperature Diagrams for irons and steels”, G. F. Vander Voort (Ed.), 1ª Ed., ASM International, Materials Park, Estados Unidos, pp. 53-113, 373-376, 1991.

[22] T. Kunitake, Y. Okada, “The estimation of bainite transformation temperatures in steels by the empirical formulas”, Tetsu To Hagane-Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 84, Nº. 2, pp. 137-141, 1998.

[23] J. S. Kirkaldy, D. Venugopalan, "Prediction of microstructure and hardenability in low alloys steels. Phase Transformations in Ferrous Alloys”, Eds. A. R. Marder, J. I. Goldstein, TMS-AIME, Warrendale, Estados Unidos, pp. 125-148, 1985

[24] J. Wang, P. J Van der Wolk, S. Van der Zwaag, “On the influence of alloying elements on the bainite reaction in low alloy steels during continuous cooling”, Journal of Materials Science, Vol. 35, Nº. 17, pp.4393-4404, 2000.

[25] K. W. Andrews, “Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures”, Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 203, Parte 7, pp. 721-727, 1965.

[26] A. A. Gorni, “Steel forming and Heat Treating Handbook”, pp.34, http://www.gorni.eng.br/e/Gorni_SFHTHandbook.pdf, 9 de Diciembre de 2013).

[27] C. Capdevila, F. G. Caballero, C. Garcia de Andrés, “Determination of Ms temperature in steels: a Bayesian Neural Network model”, ISIJ International, Vol. 42, Nº. 8, pp. 894-902, 2002.

[28] C. Capdevila, F. G. Caballero, C. Garcia de Andrés, “Analysis of effect of alloying elements on martensite start temperature of steels”, Vol. 19, Nº. 5, pp. 581-586, 2003.

[29] C. L. Zhang, D. Y. Cai, Y. H. Wang, M. Q. Liu, B. Liao, Y. C. Fan, “Effects of deformation and Mo, Nb, V, Ti on continuous cooling transformation in Cu-P-Cr-Ni-Mo weathering steels”, Materials Characterization, Vol. 59, Nº. 11, pp. 1638-1642, 2008.

[30] B. Lhote, O. Delcourt, “Quenching and carburising: proceedings of the Third International Seminar of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering”, Melbourne, Australia, Septiembre 1991, P. Hodgeson (Ed.), Institute of Metals and Materials Australasia, International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering, The Institute of Materials, Londres, Reino Unido, pp. 107-117, 1993.

[31] H. Matsuda, H. K. D. H Bhadeshia, “Kinetics of the bainite transformation”, Proceedings of The Royal Society A, Vol. 460, Nº. 2046, pp. 1707-1722, 2004.

[32] H. K. D. H. Bhadeshia, “Nanostructured bainite”, Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science, Vol. 466 Nº. 2113, pp. 3-18, 2010.

[33] G. Xu, H. Zou, C. H. Bu, “The effect of bainitic transformation on martensite start temperature of a Fe-C-Mn-Si Alloy”, Advanced Materials Research, Vol. 415-417, pp. 974-978, 2011.

[34] T. Gladman, “On theory of effect of precipitate particles on grain growth in metals”, Proceedings of the Royal Society of London Series A-Mathematical and Physical Sciences, Vol. 294, Nº. 1438, pp. 298-309, 1966.

[35] H. S. Yang y H. K. D. H. Bhadeshia, “Austenite grain size and the martensite-start temperature”, Scripta Materialia, Vol. 60, Nº.7, pp. 493-495, 2009.

[36] A. García-Junceda, C. Capdevila, F. G. Caballero, C. García de Andrés, “Dependence of martensite start temperature on fine austenite grain size”, Scripta Materialia, Vol. 58, Nº. 2, pp. 134–137, 2008.

[37] H. K. D. H. Bhadeshia, “Neural Networks and information in Materials Science”, Statistical Analysis and Data Mining, Vol. 1, Nº. 5, pp. 296–305, 2009.

[38] J. Trzaska, A. Jagiello, L. A. Dobrzañski, “The calculation of CCT diagrams for engineering steels”, Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 39, Nº.1, pp. 13-20, 2009.

[39] S. M. C. Van Bohemen, “Modeling start curves of bainite formation”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 41, Nº 2, pp 285-296, 2010.

[40] J. Trzaska, “Calculation of the steel hardness after continuous cooling”, Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 61, Nº.1, pp. 87-92, 2013.

CAPÍTULO 3

ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DIMENSIONAL DEL ACERO EXPERIMENTAL

Los materiales que mantienen constantes sus dimensiones originales tras ser sometidos a procesos termo-mecánicos o fuerzas externas durante los procesos de elaboración y de funcionamiento en servicio son estables dimensionalmente. Los materiales que son inestables dimensionalmente tienden a modificar sus dimensiones debido a la acción de tensiones externas, tensiones internas, la anisotropía, y los cambios microestructurales en el material [1].

Las tensiones externas provocan en el material deformaciones de tipo elástico o plástico. Estas deformaciones pueden aparecer de forma simultánea con la tensión (comportamiento plástico), estar desfasadas respecto de la tensión aplicada (comportamiento anelástico) o ser variables con el tiempo hasta alcanzar un valor estacionario (comportamiento de fluencia plástica). Las tensiones internas están presentes en regiones del material, comprimidas o dilatadas, después de un proceso de carga. Estas tensiones pueden ser de carácter micro o macroscópico. Las tensiones internas de carácter microscópico se caracterizan por originarse en las fronteras de granos de fases distintas, debido al diferente grado de deformación entre ambos granos. Por otro lado, las tensiones residuales, de carácter macroscópico, se originan por enfriamientos rápidos o por aplicaciones de cargas fuertes sobre el material. La anisotropía es la dependencia de propiedades en función de las direcciones diferentes del material por su naturaleza cristalográfica o por procesos mecánicos previos sufridos por el material durante su etapa de elaboración. Estos dos factores provocan la reorientación de sus granos cristalográficos en una determinada dirección. Debido a la anisotropía existente en el material, algunos parámetros físicos como el coeficiente de dilatación térmico, la conductividad térmica y la resistencia a la deformación no tienen valores iguales en todos los puntos del material. Durante un proceso de calentamiento o enfriamiento, el material absorberá o disipará más calor a lo largo de unas direcciones que otras, provocando gradientes térmicos en el material. Por último, los cambios microestructurales (transformaciones de fase, recristalización y crecimiento de grano) producen cambios dimensionales en el material.

En resumen, en este capítulo se van a analizar los efectos de la distorsión en probetas del acero comercial y del acero experimental, tras ser sometidos a dos tratamientos térmicos

diferentes. Estos tratamientos térmicos corresponden a la etapa más crítica, desde el punto de vista de la distorsión dimensional, de un tratamiento global que abarca otros tratamientos térmicos que serían aplicados posteriormente pero que tienen un efecto menor sobre la estabilidad dimensional y que no constituyen objeto de estudio de esta tesis doctoral.

3.1. Introducción Teórica.

La distorsión producida en un acero cuando es sometido a un proceso termo-mecánico se origina por la presencia de varios factores de naturaleza térmica, mecánica y microestructural que influyen conjuntamente e interaccionan de manera simultánea [2,3], como se observa en el diagrama mostrado en la Figura 3.1, basado en el trabajo de A. K. Nallathambi et al. [4]. Un calentamiento o enfriamiento no homogéneo de un acero martensítico produce tensiones térmicas, asociadas a la desigual expansión o contracción, en diferentes zonas del acero. Debido al contacto directo con el medio de enfriamiento, la disipación de calor en la superficie de la pieza es más rápida que en su interior, produciéndose de manera simultánea dos distorsiones mecánicas relacionadas con causas térmicas y microestructurales, respectivamente. En la primera distorsión, la superficie tiende a comprimirse y la zona menos fría del interior del acero a dilatarse, originándose un campo de tensión de tracción en la superficie y un campo de contracción en el interior. La segunda distorsión se origina debido a que la superficie alcanza antes que la zona interior la temperatura de inicio de la transformación martensítica (M_S), iniciándose antes la transformación austenita-martensita. Esta transformación tiene carácter expansivo, debido al mayor volumen de la estructura metaestable tetragonal centrada en el interior (estructura BCT) de la martensita respecto de la estructura cúbica centrada en las caras (estructura FCC) de la austenita. La dilatación en la superficie es contrarrestada por la contracción de la zona interior, donde aún no ha habido transformación, por lo que en la superficie se activa un campo de tensiones de contracción y en el interior de tracción, invirtiéndose el modo de tensión respecto del exterior. Esta inversión, debida a la presencia simultánea de un enfriamiento no homogéneo y una transformación martensítica, supone un choque de tensiones que da lugar a deformaciones locales y distorsiones.

La microestructura originada en la transformación también puede inducir tensiones locales elevadas por el acomodamiento de sus fronteras de grano para alcanzar una configuración que minimice la energía del sistema. Estas tensiones pueden alcanzar valores que sobrepasen el límite elástico del acero, producir una deformación plástica denominada “Plasticidad Inducida por Transformación”, y actuar sobre las posiciones de los átomos respecto a sus posiciones de equilibrio, favoreciendo las transformaciones no difusionales o displacivas y afectando a la microestructura. Los efectos térmicos (temperatura de

enfriamiento) producen, a su vez, efectos mecánicos (campo de tensiones) de igual forma que las transformaciones de tipo microestructural producen efectos térmicos, ya que durante la transformación del acero se emite calor latente que puede afectar al campo de temperaturas de la pieza. En definitiva, los factores mecánicos, térmicos y microestructurales interaccionan simultáneamente entre sí, no pudiendo desligarse unos de otros.

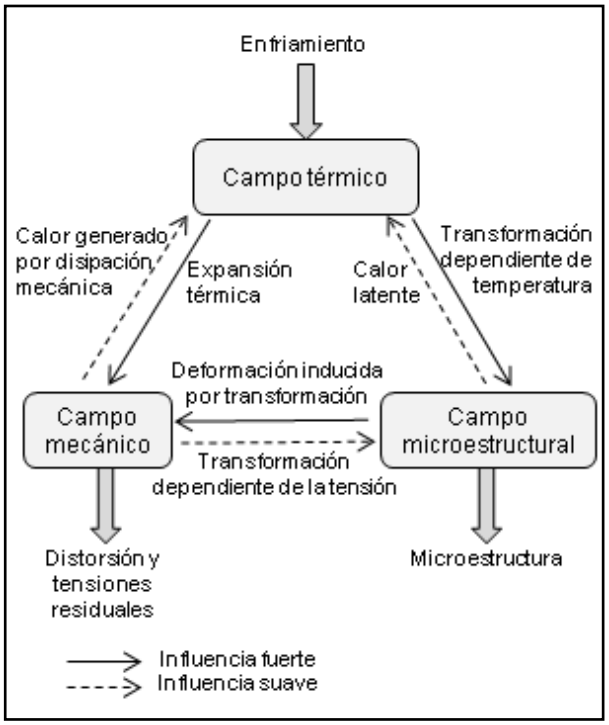

Figura 3.1. Representación esquemática de las relaciones existentes entre los factores mecánicos, térmicos y microestructurales durante un proceso metalúrgico (*Gráfico basado en el trabajo de A. K. Nallathambi et al.* [4]).

En la mecánica del continuo, la distorsión se analiza por medio del campo de deformaciones del material. Las deformaciones pueden ser de origen elástico, plástico (debidas a solicitaciones mecánicas) y también de origen térmico, causadas por gradientes térmicos, transformaciones de fase en el interior del material y por fluencia plástica ("creep"). Todas estas deformaciones originan una deformación total ($\varepsilon_{i,j}$) en cada punto del material e instante de tiempo que es la suma de los diferentes tipos de deformación (Ec.3.1).

$$\varepsilon_{i,j}^{T} = \varepsilon_{i,j}^{E} + \varepsilon_{i,j}^{TH} + \varepsilon_{i,j}^{TR} + \varepsilon_{i,j}^{P} + \varepsilon_{i,j}^{C} \qquad \text{(Ec. 3.1)}$$

Las deformaciones corresponden a $\varepsilon_{i,j}^{E}$ = la deformación elástica de origen mecánico, $\varepsilon_{i,j}^{P}$ = deformación plástica de origen mecánico $\varepsilon_{i,j}^{TH}$ = deformación térmica ocasionada por gradientes térmicos, $\varepsilon_{i,j}^{TR}$ = deformación originada por transformaciones de fase en el material

y $\varepsilon_{i,j}^{C}$ = deformación por fluencia en caliente debido a las tensiones y temperaturas altas del material.

El estudio de los tratamientos térmicos aplicados a los aceros comercial y experimental tiene como objetivo analizar la distorsión provocada durante el enfriamiento. Se observa que no hay tensiones externas aplicadas durante el calentamiento y enfriamiento, lo que significa que la distorsión final de las probetas de acero comercial y experimental no tienen origen mecánico, por lo que las componentes $\varepsilon_{i,j}^{E}$ y $\varepsilon_{i,j}^{P}$ son despreciables en el valor total de la deformación. De igual forma, la ausencia de tensiones externas durante el periodo de austenización implica que la componente de deformación por proceso de fluencia ($\varepsilon_{i,j}^{C}$) también sea despreciable. Por tanto, las únicas componentes de deformación asociadas a la distorsión final de las probetas van a ser las producidas por factores térmicos ($\varepsilon_{i,j}^{TH}$) y por factores debidos a procesos de transformación microestructural ($\varepsilon_{i,j}^{TR}$). Sin embargo, hay que recordar que estos dos términos actúan de manera conjunta y simultánea, teniendo que estudiar la distorsión final como un efecto acoplado. Por lo tanto, se ha considerado que las fuentes de distorsión en el acero experimental, durante el enfriamiento forzado en horno de atmósfera de nitrógeno, son la deformación producida por tensiones térmicas y la deformación producida por transformación microestructural.

3.1.1. Deformación asociada a procesos térmicos durante el enfriamiento en el acero.

La expresión para $\varepsilon_{i,j}^{TH}$ a una temperatura T para una determinada dirección de deformación viene definida por la fracción de fase ($X_{A,M}$) y el coeficiente de dilatación térmica ($\alpha_{A,M}$) para la austenita retenida y la martensita, respectivamente (Ec. 3.2).

$$\varepsilon_{i,j}^{TH} = (X_A \alpha_A + X_M \alpha_M)_{i,j} T \qquad \text{(Ec. 3.2)}$$

Esta expresión muestra como la deformación por tensión térmica está relacionada con la composición de fases del acero. Según se observa en la Tabla 3.1 el valor del coeficiente de la austenita es mayor que el del coeficiente de la martensita [5,6]. Esto significa que, durante la transformación, la contracción de la austenita es mayor que la martensita, induciéndose tensiones internas como consecuencia del gradiente de deformación.

Tabla 3.1. Valores del coeficiente de dilatación térmica (α), la conductividad (λ) y el calor molar específica (c) para la austenita y la martensita [6].

Fase	α [K^{-1}]	λ [$W\,(m\cdot K)^{-1}$] T= 300 ºC	c [$10^{-6}\cdot J\cdot m^{-3}\cdot K^{-1}$] T= 300 ºC
Austenita	$2{,}1\cdot10^{-5}$	18,0	4,4
Martensita	$1{,}3\cdot10^{-5}$	36,7	4,4

Por otro lado, la difusividad térmica (a) de un material [7] está relacionada con su capacidad para adquirir una temperatura determinada en un tiempo mínimo (Ec. 3.3).

$$a = \frac{\lambda}{\rho c} \qquad \text{(Ec. 3.3)}$$

El parámetro λ es la conductividad térmica, ρ es la densidad y **c** es el calor específico a presión constante del material. Según se observa en la Tabla 3.1, y para una temperatura de 300 ºC [6], la conductividad térmica y la capacidad calorífica específica de la austenita son, respectivamente, 18,0 $W\cdot(m\cdot K)^{-1}$ y $4{,}4\cdot10^{-6}$ $J\cdot m^{-3}\cdot K^{-1}$, mientras que para la martensita son 36,7 $W\cdot(m\cdot K)^{-1}$ y $4{,}4\cdot10^{-6}$ $J\cdot m^{-3}$ K^{-1}. Por otra parte, la estructura BCT de la martensita es menos densa que la estructura FCC de la austenita. Como consecuencia, la difusividad en la martensita es teóricamente, mayor que en la austenita (Ec. 3.3), por lo que el enfriamiento en las zonas martensíticas es más rápido que en las austeníticas. De esta manera, se inducen tensiones térmicas que originan deformaciones de carácter plástico si se supera el límite elástico del acero.

3.1.2. Deformación asociada a la transformación austenita-martensita.

La transformación martensítica es una transformación de fase de primer orden en estado sólido de la austenita al ser enfriada en condiciones de no-equilibrio. La transformación es no-difusional (displaciva), y se caracteriza por el desplazamiento homogéneo de una red de átomos respecto de su posición inicial de equilibrio hasta alcanzar una posición estable termodinámicamente. La transformación empieza y termina a unas temperaturas denominadas M_S y M_F, respectivamente.

La temperatura M_S desciende cuando aumenta el contenido de carbono en el acero [4] y por lo tanto, los aceros con mayor contenido en carbono tienden a retener más cantidad de austenita. La deformación $\varepsilon_{i,j}^{TR}$ es una deformación característica de la transformación austenita-martensita, y es debida, principalmente, a la diferencia entre el parámetro de red de la estructura cristalina de la martensita y el de la austenita (Ec. 3.4), donde $\beta_{A\text{-}M,}$ es el parámetro que describe la dilatación por la transformación de un porcentaje de fase martensítica X_M [8].

$$\varepsilon_{i,j}^{TR} = \left(\beta_{A\text{-}M} X_M\right)_{i,j} \qquad \text{(Ec. 3.4)}$$

La estructura centrada en las caras (FCC) de la austenita se transforma en una estructura de no equilibrio tetragonal centrada en el interior (BTC) denominada martensita (α'). Su estructura tiene una relación de ejes cristalográficos de a =b ≠ c, donde la relación c/a es una

medida de la tetragonalidad de la martensita cuyo valor depende del contenido de carbono [9]. En la transformación austenita-martensita se observa un aumento en volumen provocado por una contracción del 20 % de la red FCC en el eje z y una dilatación del 12 % a lo largo de los ejes x e y ("deformación de Bain"). Esta transformación martensítica lleva asociada otra distorsión provocada por el deslizamiento de dislocaciones (Figura 3.2). La acción conjunta y simultánea de ambas deformaciones da lugar a la deformación de plano invariante (deformación IPS) con componente de cizalladura [9], caracterizada por generar, de manera simultánea, una dilatación uniaxial y una deformación angular en una dirección perpendicular a la anterior.

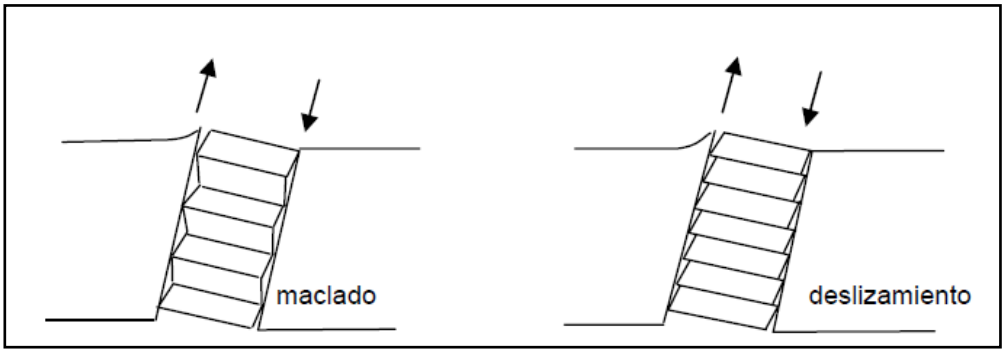

Figura 3.2. Deformaciones producidas en la transformación martensítica por la acción de la componente de cizalladura *(M. J Santofimia* [9])

Relacionados con los procesos de enfriamiento, existen dos factores que pueden afectar a la estabilidad dimensional de la pieza enfriada. Por una parte, la austenita que permanece en el acero después del enfriamiento se denomina austenita retenida y depende de las temperaturas M_S y M_F del acero [3]. El porcentaje de austenita retenida será mayor cuanto más bajas sean las temperaturas M_S y M_F para un determinado acero, ya que si la temperatura final de enfriamiento es superior a la temperatura M_F, la transformación austenita-martensita es incompleta. La cantidad de austenita retenida obtenida durante un enfriamiento continuo ha sido estudiada desde hace décadas [4,8,10], es un factor de inestabilidad dimensional en tratamientos térmicos posteriores de revenido y su valor da una idea de la capacidad de transformación de la austenita en el acero después de haberle realizado un determinado tratamiento térmico. Por otra parte, la tendencia al agrietamiento de un acero durante un enfriamiento está relacionada con el contenido en carbono equivalente (C_{eq}) [3], como se observa en la Tabla 3.2.

El contenido en carbono equivalente de un acero depende de su composición química (Ec. 3.5), donde la composición está dada en porcentaje en peso. El agrietamiento se origina debido a la concentración de esfuerzos por la presencia de defectos tales como agujeros, bordes en ángulo recto y otras heterogeneidades geométricas, favorecidos a su vez por la

presencia de defectos microscópicos en el material como la segregación de carburos y nitruros.

$$C_{eq} = x_C + \frac{x_{Mn}}{5} + \frac{x_{Cr}}{4} + \frac{x_{Mo}}{3} + \frac{x_{Ni}}{10} + \frac{x_V}{5} + \frac{(x_{Si}-0{,}5)}{5} + \frac{x_{Ti}}{5} + \frac{x_W}{10} + \frac{x_{Al}}{10} \qquad \text{(Ec. 3.5)}$$

Tabla 3.2. Sensibilidad de agrietamiento de un acero en función de la composición de carbono [3].

C_{eq} (% en peso)	Nivel de sensibilidad al agrietamiento
< 0,4	Bajo
0,4-0,7	Medio
> 0,7	Alto

3.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados.

Los materiales utilizados en este estudio fueron un acero comercial con 0,12 % C y un acero experimental nuevo con una composición de 0,22 % C, como se aprecia en el análisis químico descrito en el capítulo de Caracterización de esta tesis doctoral. Los tratamientos térmicos siguen un ciclo de calentamiento hasta temperaturas de 860 ºC (tratamiento T1) y 900 ºC (tratamiento T2) respectivamente, manteniendo ambas temperaturas durante una hora, y un enfriamiento forzado realizado con gas nitrógeno (N_2) a 1 atmósfera de presión, descrito en la Figura 9 del apartado 7 correspondiente al Método Experimental. El ciclo térmico concluye con un tratamiento suave de revenido a 180 ºC y 1 hora en un horno convencional con el fin de reducir tensiones residuales en las probetas.

El criterio adoptado fue seleccionar las mismas temperaturas de austenización para los dos aceros y obtener así las mismas condiciones de enfriamiento. Se seleccionaron unas temperaturas de austenización de 860 y 900 ºC para los tratamientos térmicos T1 y T2, respectivamente, ya que sobrepasan con bastante holgura las temperaturas Ac3 de ambos aceros, referidas en el capítulo de Dilatometría de esta tesis doctoral, y, por otro lado, están en el rango de temperaturas óptimas para conseguir un tamaño de grano pequeño en la microestructura final, como se demostrará posteriormente.

3.2.1. Caracterización mediante ensayos de difracción, dureza y metalografía óptica después de los tratamientos térmicos.

En las Figuras 3.3.(A-C) y 3.4.(A-C) se observan los diagramas de difracción (XRD) obtenidos para el acero comercial y experimental antes y después de realizar los tratamientos térmicos T1 y T2. Se utilizó un programa basado en fundamentos de las reglas de H.M Rietveld [11] para los análisis cuantitativos de multifases a partir de los diagramas XRD.

En el estado de recepción, antes de realizar los tratamientos térmicos, en el patrón de difracción de los aceros comercial, Figura 3.3.A, se observan picos de intensidad máximos correspondientes al plano (110) de una estructura cristalina centrada en el cuerpo (BCC), característica de la estructura α-ferrita. No se aprecia estructura FCC correspondiente a la fase γ-austenita retenida. En los patrones de difracción obtenidos en muestras sometidas a los tratamientos T1 y T2 detectan diferentes valores para el pico (111) correspondiente a la austenita retenida. En la Figura 3.3.B se observa que el total de la fase γ-austenita retenida detectada en el acero comercial fue igual a 7,2 % después de ser sometido al tratamiento térmico T1. Después del tratamiento T2, y como se observa en la Figura 3.3.C, el valor detectado para la γ-austenita fue de 8,2 %. El resto de fase detectada corresponde a una fase BCC característica de la α-ferrita.

En el patrón de difracción del acero experimental en el estado de recepción mostrado en la Figura 3.4.A también aparecen, al igual que en el acero comercial, picos de intensidad máximos correspondientes al plano (110) de una estructura cristalina centrada en el cuerpo (BCC) característicos de la estructura α-ferrita. Por otra parte, se observan picos correspondientes a una estructura centrada en las caras (FCC), característica de la γ-austenita, siendo el pico de máxima intensidad característico del plano cristalográfico (111). En total, se ha registrado una presencia de FCC característica de la γ-austenita con un porcentaje del 3,7 %. En el diagrama de difracción correspondiente al tratamiento T1 para el acero experimental, correspondiente a la Figura 3.4.B, se observa un pico de intensidad alta correspondiente al plano cristalográfico (110) de una estructura BCC, característica de la α-ferrita, y un pico de intensidad baja correspondiente al plano (111) de una estructura FCC, característica de la γ-austenita retenida con un valor de 6,7 %. Por último, después de un tratamiento T2, Figura 3.4.C, se observan también perfiles correspondientes a α-ferrita y γ-austenita. En este caso, se detectó un valor de austenita retenida de origen de 1,7 %, un 75 % menos que la obtenida en el tratamiento T1.

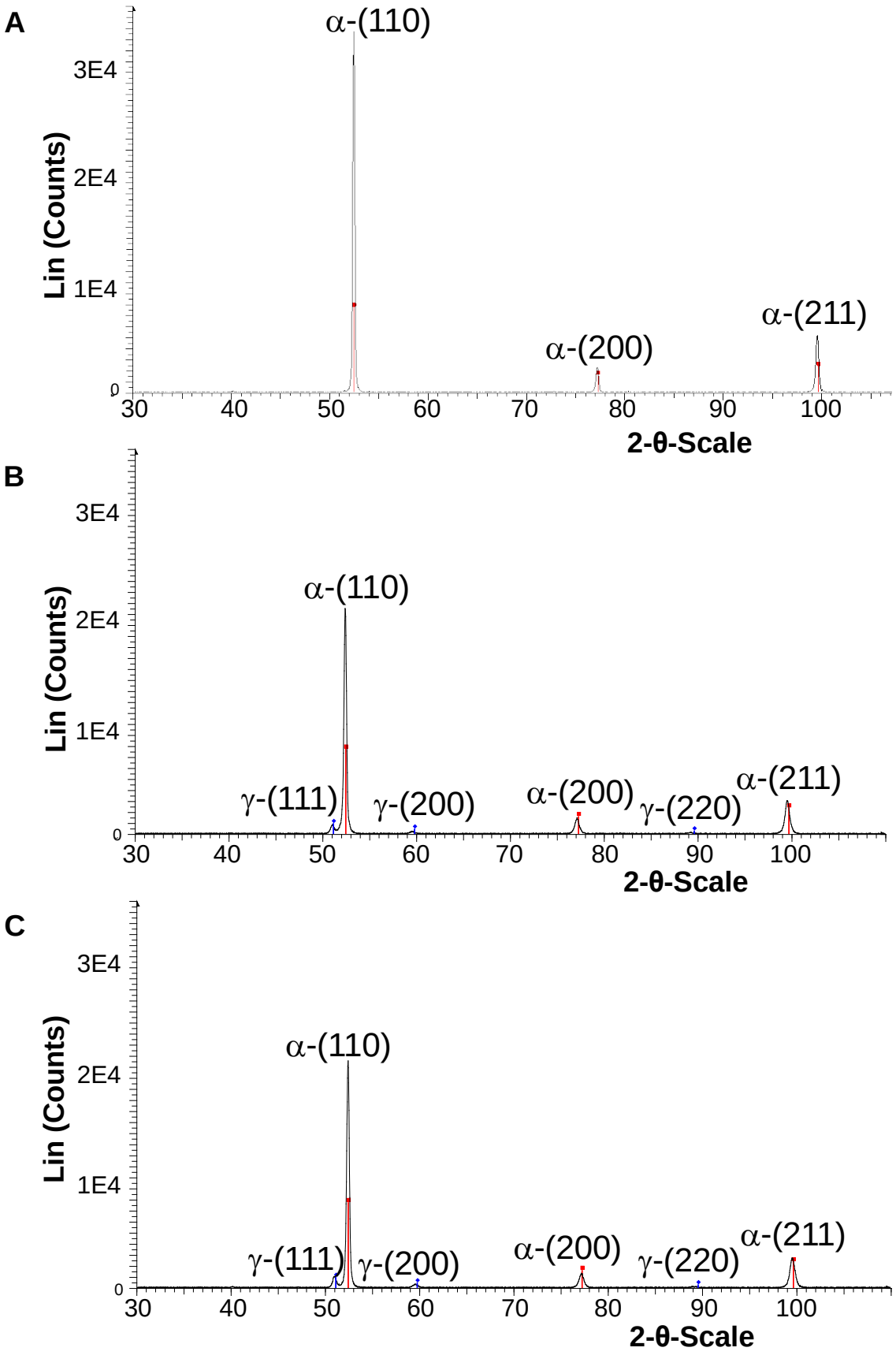

Figura 3.3. Diagramas XRD para el acero comercial A) en estado de recepción, B) después del tratamiento T1, y C) después del tratamiento T2.

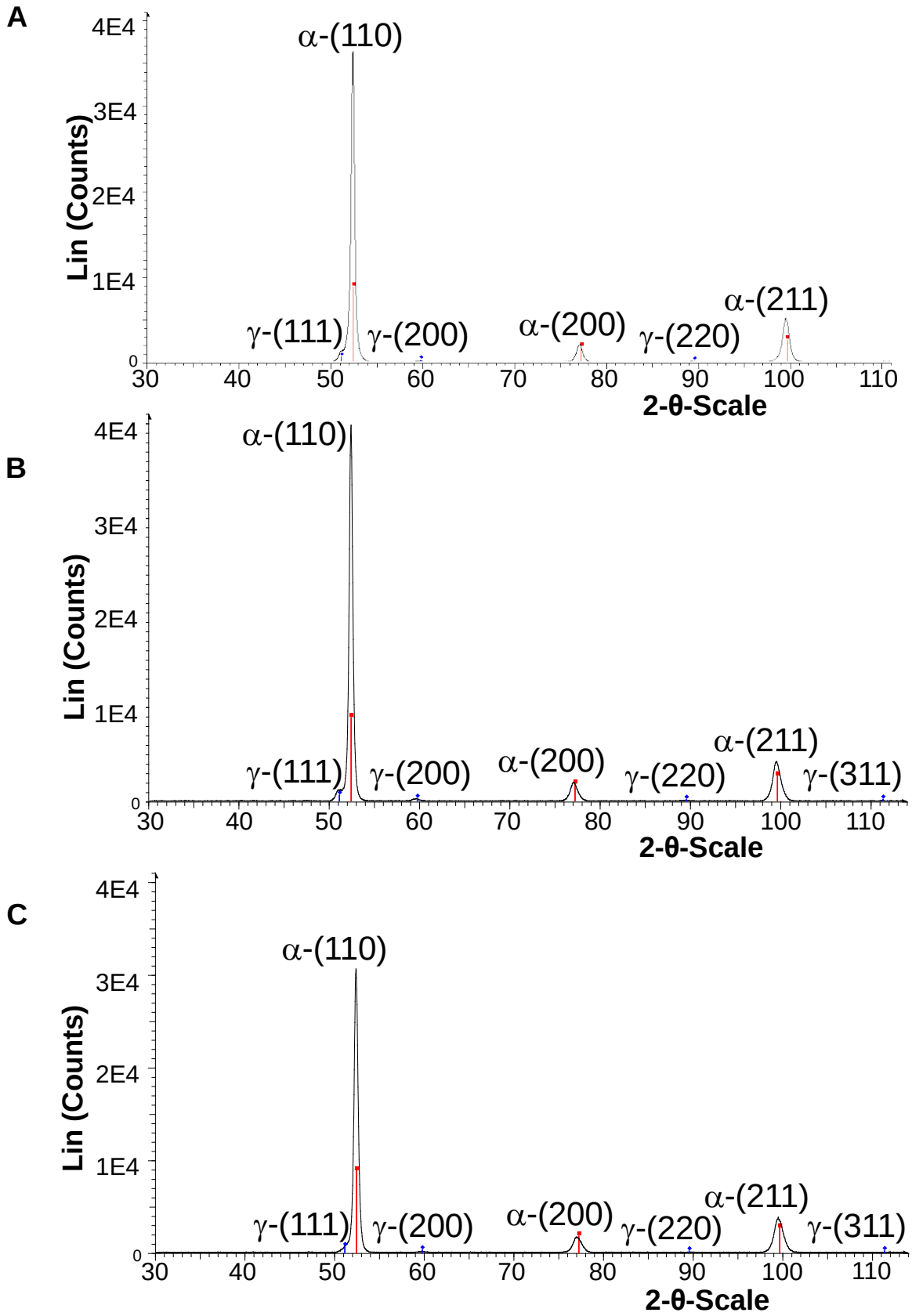

Figura 3.4. Diagramas XRD para el acero experimental A) en estado de recepción B) después del tratamiento T1, y C) después del tratamiento T2.

En todas las medidas de dureza, para Rockwell C (HRC) y en su conversión a dureza Vickers (HV) [12] mostradas en la Figura 3.5, el valor de la dispersión no superó el 5 %. Antes del tratamiento, la dureza del acero comercial medida fue menor que el límite inferior del campo de aplicación para la dureza Rockwell C según la norma UNE-EN-ISO-6508 [13], fijado en 20 HRC. La dureza antes de tratamiento del acero experimental medida fue de 35 HRC. Las durezas medidas después de los tratamientos T1 y T2 para el acero comercial fueron, en ambos casos, próximas a 23 HRC, por debajo del valor correspondiente a una microestructura martensítica [14]. Sin embargo, para el acero experimental el valor de dureza medido después de los tratamientos T1 y T2 fue de 45 HRC, lo que indica la posibilidad de que en el acero experimental se haya formado microestructura martensítica.

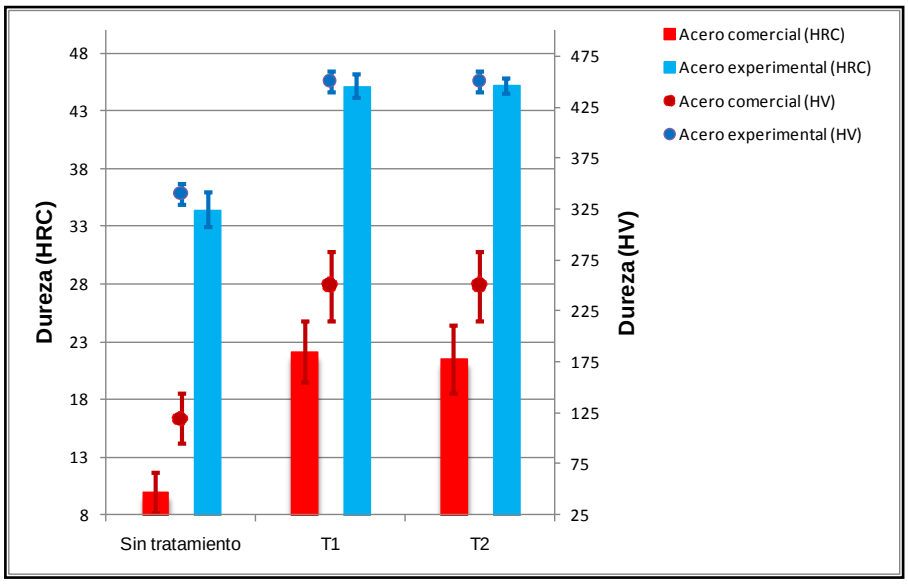

Figura 3.5. Valores medidos de dureza para los aceros antes y después de los tratamientos T1 y T2.

Se realizaron el correspondiente estudio metalográfico óptico con el fin de comprobar los valores medidos de dureza. Para el acero comercial, las micrografías obtenidas, correspondiente a la Figura 3.6.A-C, no muestran microestructura martensítica ni antes ni después de los tratamientos T1 y T2. La Figura 3.6.A muestra una micrografía del acero comercial en el estado de recepción, donde se observan varias zonas de ferrita indicadas por las flechas negras. En la Figura 3.6.B se muestra la micrografía correspondiente al acero comercial después del tratamiento T1, donde se observan zonas claras junto con fases oscuras y alargadas que corresponden a ferrita y bainita, respectivamente, sin detectarse fase martensítica. La micrografía obtenida para el tratamiento T2, correspondiente a la Figura 3.6.C, muestra una microestructura similar a la anterior en la cual se advierte la presencia de bainita, indicada por flechas discontinuas negras, y donde tampoco se observa presencia de martensita. Ambas micrografías no muestran diferencias significativas para el acero comercial después de los tratamientos T1 y T2. Por lo tanto, en este acero la velocidad de enfriamiento

no es lo suficientemente alta para transformar fase austenita en martensita. De igual forma, una diferencia de 40 ºC en la temperatura de austenización no influye de manera significativa en los valores de dureza y austenita retenida.

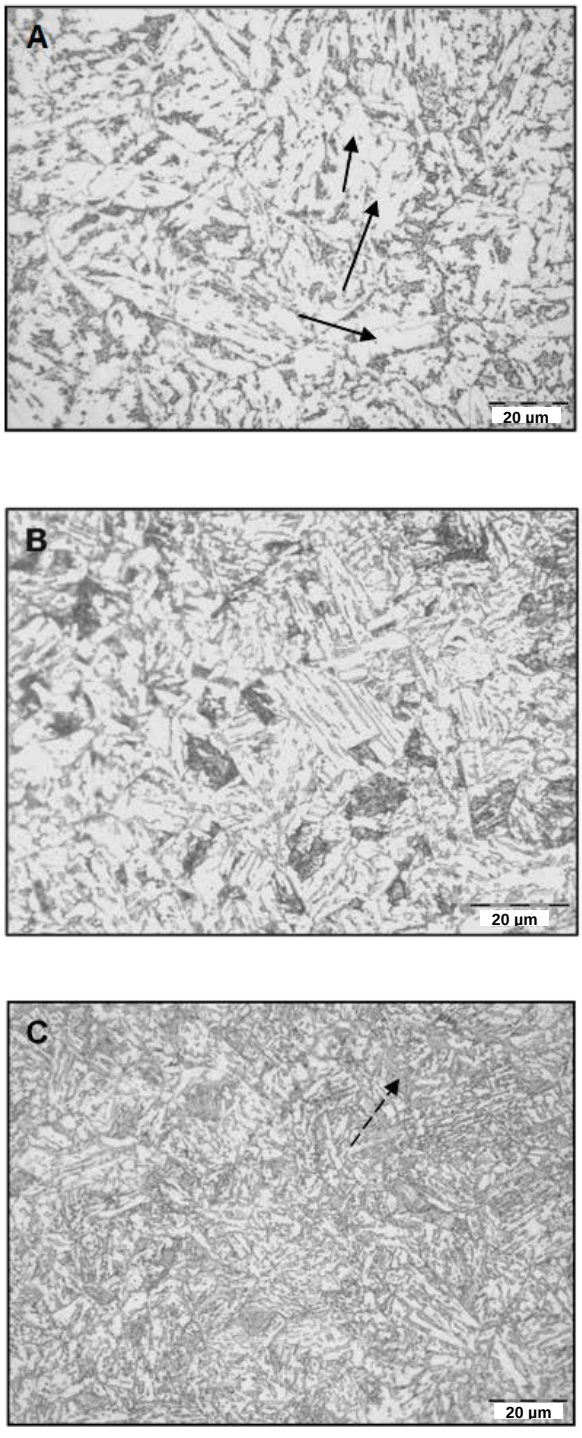

Figura 3.6. Micrografías obtenidas para el acero comercial A) en el estado de recepción, B) después del tratamiento T1, y C) después del tratamiento T2.

La micrografía obtenida para el acero experimental, antes de ser sometido a los tratamientos térmicos, Figura 3.7.A, muestra una presencia mayoritaria de fase bainitica pero no se muestra estructura martensítica. Sin embargo, sí se observan microestructuras características de la martensita, Figuras 3.7.B y 3.7.C, después de ser sometido a los tratamientos T1 y T2.

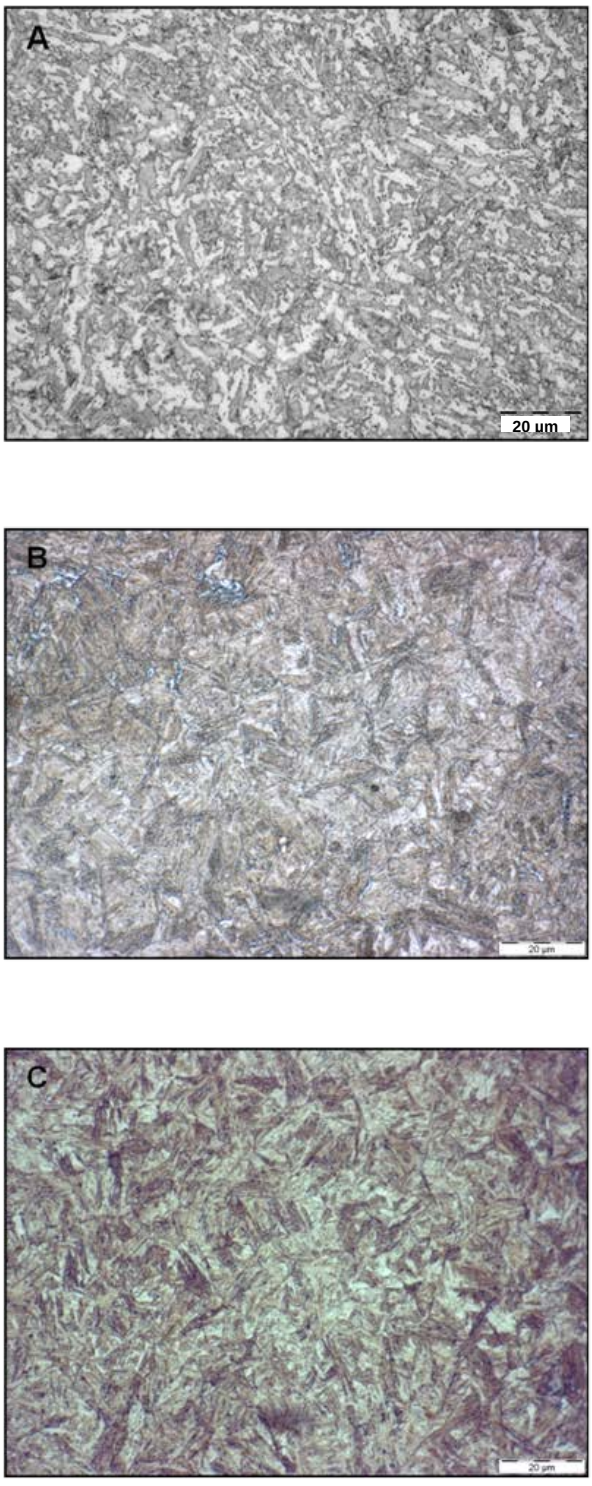

Figura 3.7. Micrografías obtenidas para el acero experimental A) en el estado de recepción y B) después del tratamiento T1, y C) T2.

No se aprecian diferencias significativas entre las micrografías de los dos tratamientos, a pesar que el análisis por difracción determinó una mayor presencia de austenita retenida después del tratamiento T1 que del tratamiento T2. En el acero experimental, la velocidad de enfriamiento es lo suficientemente alta para obtener una estructura mayoritariamente martensítica. Después de aplicarse los tratamientos térmicos T1 y T2 se obtienen unos valores de dureza parecidos, al contrario de lo que ocurre con los valores de austenita retenida, donde el valor disminuye por debajo del 2 % en el tratamiento T2. Sin embargo, esta disminución en la cantidad de austenita retenida no ha ido acompañada de un incremento en la dureza obtenida respecto del valor calculado después del tratamiento T1.

Finalmente, y como paso último del análisis de difracción, dureza y metalográfico, se midió el tamaño de grano austenítico del acero experimental con el fin de comprobar el efecto de los carburos de vanadio (durante la etapa de enfriamiento) y niobio (durante la austenización y enfriamiento) en el control y afino de grano [15,16]. Para ello, se realizó un ataque con una disolución ácido pícrico y ácido clorhídrico a varias muestras obtenidas después del tratamiento T2 para medir el tamaño medio de grano aplicando el método descrito en la norma ASTM E112-10 [17,18]. El resultado mostró, como se puede apreciar en la Figura 3.8, un valor promedio de 12 µm, considerado un tamaño de grano pequeño [19].

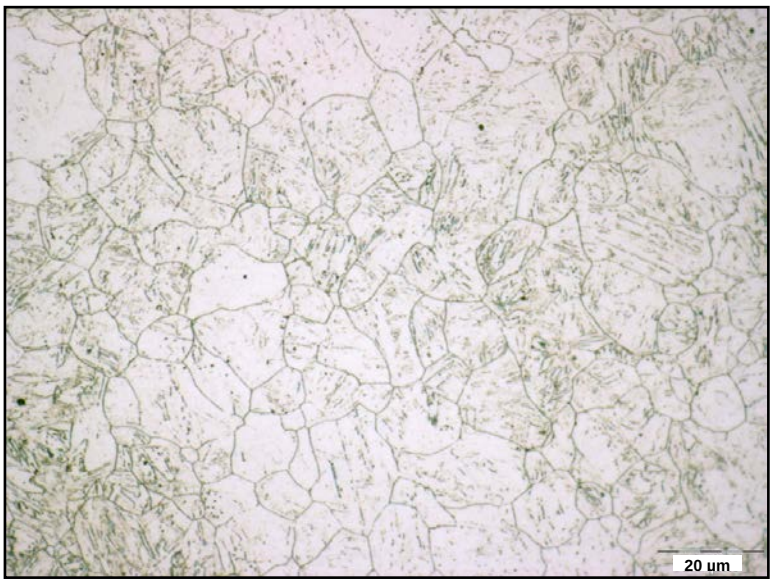

Figura 3.8. Micrografía donde se muestra el tamaño de grano austenítico.

Este tamaño de grano fino está relacionado con la precipitación de los carburos de niobio y vanadio durante los correspondientes tratamientos térmicos. El tamaño de grano fino va a contribuir al aumento de la estabilidad dimensional del acero experimental, por una reducción en la distorsión al disminuir el volumen promedio de grano transformado.

3.2.2. Medidas de la estabilidad dimensional.

El hecho de que el acero comercial no haya sufrido transformación martensítica va a permitir comparar su estabilidad dimensional con la del acero experimental. En el acero comercial, el factor de distorsión con más peso específico es la deformación producida por la contracción térmica durante el enfriamiento. En el acero experimental hay que tener en cuenta la deformación producida por la transformación austenita-martensita. Comparando las distorsiones de ambos aceros, se puede considerar que la transformación austenita-martensita afecta de manera sensible a la estabilidad dimensional del acero experimental.

El estudio de la estabilidad dimensional se llevó a cabo con probetas circulares del mismo tipo que la mostrada en Figura 11 del apartado 7 del Método Experimental de esta tesis. Una vez realizadas todas las medidas se obtuvo el valor promedio de la variación relativa longitudinal y angular para cada acero en cada uno de los tratamientos, que informa sobre el grado de estabilidad dimensional de los aceros. La distorsión de las probetas tiene lugar en el plano perpendicular al eje la barra del cilindro. Esto significa que todas las probetas tienen el mismo sentido de corte y mecanizado, no habiendo probetas con direcciones distintas de corte respecto a la barra. En la Tabla 3.3 se muestran los valores promedios obtenidos para cada tipo de acero y tratamiento, así como su valor de dispersión, error estándar y rango de valores con un nivel de confianza del 95 % [20]. Estos rangos fueron calculados a partir del valor promedio, el valor y el correspondiente error estándar de la media.

Tabla 3.3. Datos estadísticos obtenidos de la variación relativa longitudinal y angular de los aceros comercial y experimental en el estado de recepción (ST), en el tratamiento T1 y en el tratamiento T2.

Deformación	Acero	Tratamiento	Variación relativa media (%)	Error estándar (%)	Rango nivel confianza 95 %
Longitudinal.	Comercial	ST	-0,004	0,005	(-0,015, 0,007)
Longitudinal.	Comercial	T1	-0,082	0,009	(-0,099, -0,065)
Longitudinal	Comercial	T2	-0,062	0,019	(-0,099, -0,025)
Longitudinal.	Experimental	ST	0,005	0,006	(-0,006, 0,016)
Longitudinal	Experimental	T1	0,169	0,022	(0,127, 0,211)
Longitudinal	Experimental	T2	0,144	0,026	(0,093, 0,195)
Angular	Comercial	ST	0,000	0,007	(-0,015, 0,014)
Angular	Comercial	T1	0,061	0,017	(0,027, 0,095)
Angular	Comercial	T2	0,055	0,029	(-0,002, 0,112)
Angular	Experimental	ST	0,017	0,013	(-0,008, 0,042)
Angular	Experimental	T1	0,034	0,037	(-0,038, 0,105)
Angular	Experimental	T2	0,002	0,048	(-0,092, 0,096)

Para un nivel de confianza determinado, el valor del rango se obtiene aplicando la siguiente ecuación (Ec. 3.6).

$$\text{Rango} = \bar{X} \pm (z)\frac{s}{\sqrt{n}} \qquad \text{(Ec. 3.6)}$$

El término $\bar{X}$ es el valor de la media de la muestra, s es valor de la desviación estándar de la muestra, n el tamaño de la muestra y z el factor correspondiente para un nivel de confianza determinado, cuyo valor es 1,96, para un nivel de confianza de 95 %. Una vez obtenido el rango, se afirma que existe un 95 % de posibilidades que el valor auténtico de la media se encuentre en ese intervalo. En las Figuras 3.9 y 3.10 se representan los valores promedios calculados para la distorsión relativa longitudinal y angular junto con los respectivos errores estándar de cada una de las muestras, para los aceros comercial y experimental después de haber sido aplicados los tratamientos T1 y T2. También se muestran los valores obtenidos en el cálculo de la distorsión en probetas que no habían sido tratadas previamente (ST). En este caso la distorsión calculada se corresponde con errores implícitos al proceso de medición en las probetas.

El gráfico de la Figura 3.9 muestra los valores promedio de variación relativa longitudinal para los aceros comercial y experimental después de haberles sido aplicado el tratamiento T1 (-0,082 ± 0,009 % y 0,169 ± 0,022 %, respectivamente). El valor para el acero comercial indica que es más susceptible de sufrir una contracción, al contrario que el acero experimental donde se muestra un valor positivo. Para el tratamiento T2, los valores calculados de distorsión longitudinal relativa fueron de -0,062 ± 0,019 % y 0,144 ± 0,026 %, respectivamente. Estos valores muestran que la tendencia se sigue manteniendo, siendo un valor negativo en el caso del acero comercial y positivo en el acero experimental.

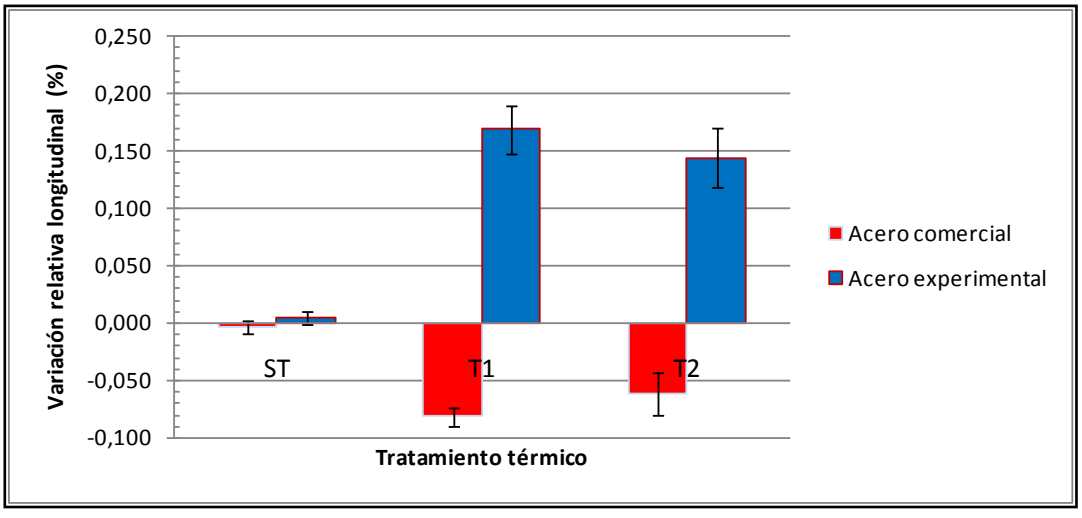

Figura 3.9. Comparación de las variaciones relativas longitudinales de los aceros antes y después de los tratamientos térmicos T1 y T2.

En la Figura 3.10 se muestran las variaciones angulares calculadas para los aceros comercial y experimental en los tratamientos térmicos T1 y T2. Para el tratamiento T1, los valores promedio para el acero comercial y experimental fueron de 0,061 ± 0,017 % y 0,034 ± 0,037 %, respectivamente. Por otra parte, para el tratamiento T2 los valores fueron de 0,055 ± 0,029 % y 0,002 ± 0,048 %, respectivamente. Para el acero comercial no hay una diferencia considerable en el valor de la distorsión angular en función del tratamiento térmico, al contrario que ocurre con el acero experimental. Sin embargo, los valores promedios son pequeños y dan a entender que después de los tratamientos térmicos en ambos aceros no se han producido distorsiones angulares considerables. Los errores son mayores que los obtenidos en las medidas de distorsión longitudinal, lo que demuestra que hay mayores fuentes de incertidumbre a la hora de determinar las variaciones angulares que las longitudinales.

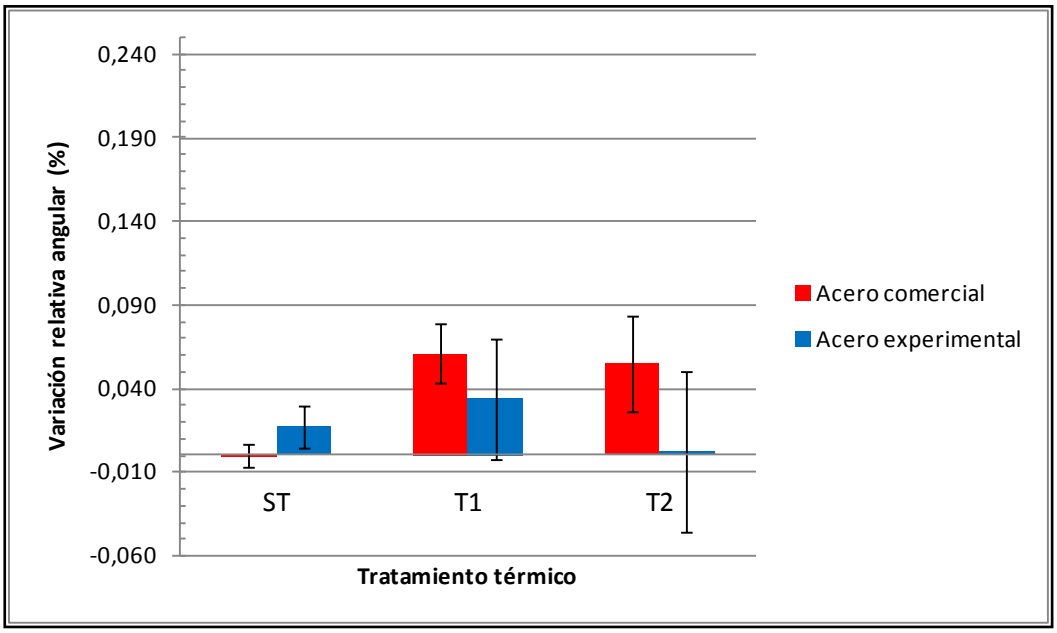

Figura 3.10. Comparación de las variaciones relativas angulares antes y después de los tratamientos térmicos T1 y T2.

Según se deduce de los análisis de la estabilidad dimensional, los valores promedio no superan el 0,20 %. La estabilidad de ambos aceros es buena y las distorsiones de origen térmico y microestructural no son significativas para los enfriamientos realizados en atmósfera forzada de nitrógeno. En un principio se muestra que la distorsión longitudinal ha sido más severa que la angular y, en concreto, los valores de variación obtenidos para el acero experimental han sido mayores que los del acero comercial.

Si se comparan los datos obtenidos para la distorsión longitudinal, se observa que las variaciones calculadas son negativas para el acero comercial, y positivas para el acero experimental. Este cambio de signo representa procesos diferentes en la deformación de

ambos aceros, ya que donde el acero comercial muestra una deformación asociada a procesos térmicos, el acero experimental muestra una dilatación neta, relacionada con una transformación microestructural. El valor negativo en el acero comercial significa que el factor de distorsión más importante ha sido la contracción debido al enfriamiento durante el proceso térmico. La transformación austenita-martensita experimentada por el primero, en contraposición a la ausencia de estructura martensita en las muestras de acero comercial, indican que el origen de la mayor distorsión del acero experimental se debe a la distorsión producida por la dilatación volumétrica debida a la transformación austenita-martensita.

Los resultados obtenidos muestran que, después de los tratamientos térmicos T1 y T2, el acero experimental ha sufrido una transformación austenita-martensita mientras que en el acero comercial no se observa microestructura martensítica. En resumen, todos los valores promedio absolutos de deformación longitudinal y angular del acero comercial experimental están por debajo del 0,20 %. Estos resultados tienen que ser contrastados con el objetivo de comprobar si las diferencias de composición o tratamiento térmico son significativas e influyen en la estabilidad dimensional del acero.

3.2.3. Contrastes de hipótesis para las variaciones relativas longitudinal y angular.

Para comprobar si las diferencias en el valor de las deformaciones obtenidas para el acero comercial y el acero experimental pudieran ser significativas, se realizó un contraste de hipótesis aplicando estadística no paramétrica, mediante la prueba de suma de rangos de Wilcoxon [21]. Esta prueba compara las distribuciones de probabilidad completas, además de las medianas. En este caso se va a aplicar, concretamente, la “prueba de dos extremos” de la suma de rangos de Wilcoxon, para un α = 0,05, donde la hipótesis nula define que las distribuciones de probabilidad asociadas a las dos poblaciones comparadas son equivalentes, mientras que la hipótesis alternativa indica que la distribución de probabilidad de una población está desplazada a la derecha o a la izquierda de la otra. A continuación se muestran las hipótesis nulas y alternativas establecidas para los casos estudiados.

Contraste de hipótesis 1:

- H_{01}^{L}: las variaciones longitudinales relativas en los aceros comercial y experimental son idénticas tras ser sometidos ambos al tratamiento T1.
- H_{A1}^{L}: la variación longitudinal relativa del acero comercial está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación longitudinal relativa del acero experimental tras ser sometidos ambos aceros al tratamiento T1.

Contraste de hipótesis 2:

- H_{02}^{L}: las variaciones longitudinales relativas en los aceros comercial y experimental son idénticas tras ser sometidos ambos al tratamiento T2.
- H_{A2}^{L}: la variación longitudinal relativa del acero comercial está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación longitudinal relativa del acero experimental tras ser sometidos ambos aceros al tratamiento T2.

Contraste de hipótesis 3:

- H_{03}^{L}: las variaciones longitudinales relativas obtenidas en el acero comercial después de los tratamientos T1 y T2 son idénticas.
- H_{A3}^{L}: la variación longitudinal relativa del acero comercial obtenida después del tratamiento T1 está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación longitudinal relativa correspondiente al tratamiento T2.

Contraste de hipótesis 4:

- H_{04}^{L}: las variaciones longitudinales relativas obtenidas en el acero experimental después de los tratamientos T1 y T2 son idénticas.
- H_{A4}^{L}: la variación longitudinal relativa del acero experimental obtenida después del tratamiento T1 está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación longitudinal relativa correspondiente al tratamiento T2.

Una vez obtenidas las n_1 mediciones correspondientes a un grupo y las n_2 mediciones correspondientes al grupo con el que se compara, el procedimiento de análisis de esta prueba estadística no paramétrica consiste en ordenar desde el menor valor hasta el mayor el número total de muestras ($n_1 + n_2$) obtenidas. A cada muestra se le asigna un valor numérico (rango) desde el valor 1, que corresponde a la muestra de menor valor. Una vez ordenados y enumerados correspondientemente, se calcula los estadísticos S_1 y S_2, que son la suma de los rangos del grupo n_1 y del grupo n_2, respectivamente. Se selecciona el estadístico de la prueba, siendo S_1 si $n_1 < n_2$ o S_2 si $n_2 < n_1$ (si $n_1 = n_2$ se puede usar cualquiera de los dos estadísticos). La condición de rechazo de la hipótesis nula se alcanza cuando el estadístico seleccionado (S_1 o S_2) cumpla que $S_{1,2} \leq S_L$ o bien $S_{1,2} \geq S_U$, donde S_L y S_U son dos estadísticos que aparecen en las correspondientes tablas para la prueba de suma de rangos.

En las hipótesis H_{03}^{L} y H_{04}^{L}, las pruebas de contraste no rechazan la hipótesis nula. La diferencia en la temperatura de austenización no es significativa en el valor de la deformación relativa longitudinal ni para el acero comercial ni para el acero experimental. Por un lado, en el acero experimental, la cantidad detectada de austenita retenida era menor después del tratamiento T2 (900 ºC temperatura de austenización) que del tratamiento T1 (860 ºC), pero esta diferencia de austenita retenida no influye en el valor final de la deformación. Por otro lado, los valores promedio absolutos de la deformación del acero comercial y del acero

experimental están por debajo del 0,20 %, lo que demuestra que la distorsión longitudinal producida en el acero experimental durante la transformación no ha sido lo suficientemente severa. En la Tabla 3.4 se muestran los resultados resumidos del contraste.

Tabla 3.4. Resultados obtenidos del análisis de suma de rangos de Wilcoxon para variación longitudinal relativa (contrastes 1, 2, 3 y 4).

Contraste (α = 0,05)	1		2		3		4	
Aceros	Acero com.	Acero exp.	Acero com.	Acero exp.	Acero com.	Acero com.	Acero exp.	Acero exp.
Tratamiento térmico	T1	T1	T2	T2	T1	T2	T1	T2
Hipótesis nula	H_{01}^{L}		H_{02}^{L}		H_{03}^{L}		H_{04}^{L}	
Hipótesis alternativa	H_{A1}^{L}		H_{A2}^{L}		H_{A3}^{L}		H_{A4}^{L}	
Valor estadístico $S_{1,2}$	36		134		65		88	
Estadístico crítico seleccionado (S_L o S_U)	S_L = 54		S_U = 114		S_U = 98		S_U = 114	
Comparación	$S_{1,2} \leq$ SL		$S_{1,2} \geq$ SU		$S_{1,2} \leq$ SU		$S_{1,2} \leq$ SU	
Rechazo de la hipótesis nula	SI		SI		NO		NO	

De igual forma, para analizar la dependencia en el material y en el tratamiento para la variación angular, se volvió a plantear la siguiente serie de hipótesis nulas.

Contraste de hipótesis 5:

- H_{05}^{A}: las variaciones angulares relativas de los aceros comercial y experimental son idénticas tras ser sometidos ambos al tratamiento T1.
- H_{A5}^{A}: la variación angular relativa del acero comercial está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variaciones angular relativa del acero experimental tras ser sometidos ambos aceros al tratamiento T1.

Contraste de hipótesis 6:

- H_{06}^{A}: las variaciones angulares relativas de los aceros comercial y experimental, son idénticas tras ser sometidos ambos al tratamiento T2.
- H_{A6}^{A}: la variación longitudinal relativa del acero comercial está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación longitudinal relativa del acero experimental tras ser sometidos ambos aceros al tratamiento T2.

Contraste de hipótesis 7:

- H_{07}^{A}: las variaciones angulares relativas obtenidas en el acero comercial después de los tratamientos T1 y T2 son idénticas.
- H_{A7}^{A}: la variación angular relativa del acero comercial obtenida después del tratamiento T1 está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación angular relativa correspondiente al tratamiento T2.

Contraste de hipótesis 8:

- H_{08}^{A}: las variaciones angulares relativas obtenidas en el acero experimental después de los tratamientos T1 y T2 son idénticas.
- H_{A8}^{A}: la variación angular relativa del acero experimental obtenida después del tratamiento T1 está desplazada a la izquierda o a la derecha de la variación angular relativa correspondiente al tratamiento T2.

En la Tabla 3.5 se muestra que la hipótesis nula no se rechaza para ninguno de los cuatro casos. La deformación o distorsión angular obtenida no es significativa ni para el tipo de acero enfriado ni para el tratamiento utilizado. La suavidad del enfriamiento, unido a la ausencia de tensiones externas, produce que las distorsiones apreciables sean únicamente de tipo longitudinal, relacionadas con expansiones o compresiones por factores térmicos y por la transformación microestructural.

Tabla 3.5. Resultados obtenidos del análisis de suma de rangos de Wilcoxon para variación angular relativa (contrastes 5, 6, 7 y 8).

Contraste (α = 0,05)	5		6		7		8	
Aceros	Acero com.	Acero exp.	Acero com.	Acero exp.	Acero com.	Acero com.	Acero exp.	Acero exp.
Tratamiento térmico	T1	T1	T2	T2	T1	T2	T1	T2
Hipótesis nula	H_{05}^{A}		H_{06}^{A}		H_{07}^{A}		H_{08}^{A}	
Hipótesis alternativa	H_{A5}^{A}		H_{A6}^{A}		H_{A7}^{A}		H_{A8}^{A}	
Valor estadístico $S_{1,2}$	51		37		37		41	
Estadístico crítico seleccionado (S_L o S_U)	S_U = 61		S_U = 56		S_U = 56		S_U = 61	
Comparación	$S_{1,2} \leq$ SU		$S_{1,2} \leq$ SU		$S_{1,2} \leq$ SU		$S_{1,2} \leq$ SU	
Rechazo de la hipótesis nula	NO		NO		NO		NO	

Se puede afirmar que el tipo de acero si es un factor sensible a la distorsión longitudinal, siendo la transformación austenita-martensita el factor de distorsión más importante en el acero experimental. Por otro lado, el tipo de tratamiento térmico aplicado (T1 o T2) no es un factor influyente en la estabilidad dimensional del acero experimental, y la distorsión angular no es significativa para cada tipo de acero y tratamiento. Aunque el acero experimental haya sufrido mayor transformación microestructural de tipo austenita-martensita respecto del acero comercial, esta transformación no ha originado una diferencia considerable ni en la distorsión longitudinal ni en la angular. Por lo tanto, la distorsión dimensional originada por las tensiones originadas por la velocidad de enfriamiento (contracción) y la transformación microestructural (dilatación) no alcanza un nivel considerable después de los tratamientos térmicos aplicados.

3.3. Discusión de los resultados obtenidos.

En este estudio se ha demostrado que el acero experimental ha adquirido unos valores de dureza lo suficientemente altos sin haberse producido una distorsión dimensional significativa por la acción conjunta de la transformación austenita-martensita y los enfriamientos de los tratamientos T1 y T2. El principal objetivo se ha logrado, dado que se ha comprobado que los niveles de dureza adquiridos por el acero experimental fueron óptimos siendo los enfriamientos aplicados suaves y también se pudo controlar la estabilidad dimensional del mismo. La durezas obtenidas en el acero experimental después de los tratamientos están relacionadas con la microestructura martensítica y la alta estabilidad dimensional con el afino de tamaño de grano austenítico, del orden de 12 µm. La dureza y el afinamiento de grano están relacionados con la precipitación de los carburos de niobio vanadio durante los tratamientos térmicos, cuyas principales características se explicaron en el apartado 3.3 del capítulo correspondiente a la Introducción Teórica de esta tesis doctoral.

Desde hace ya algunos años, se han venido realizando numerosos trabajos explicando el efecto de los distintos precipitados sobre el control del tamaño de grano. En el mecanismo, desarrollado por T. Gladman [22], las partículas precipitadas en los límites de las fronteras de grano, normalmente en forma de nitrocarburos, ejercen un efecto de anclaje de las propias fronteras de grano del cristal. Este efecto se ve favorecido sobre todo por un tamaño de partícula pequeño por debajo de un radio crítico determinado y una densidad baja de partículas precipitadas. Si en el material se produce un aumento de temperatura, habrá una determinada fracción de partículas que se disolverá de nuevo en la matriz y, además, muchas de las partículas precipitadas coalescerán debido a la mayor activación térmica, lo que favorece la difusión de las mismas.

Entre los trabajos que estudian el efecto de los nitrocarburos sobre el control de grano destaca el de F. Peñalba et al. [16], donde estudia, para varios aceros, la relación entre la cantidad de titanio presente en la composición y el tamaño de grano obtenido durante su austenización y posterior enfriamiento. En este trabajo se demuestra como los nitrocarburos que disuelven a temperaturas más altas, como los de titanio, tienen más efecto en el control del tamaño de grano que los nitrocarburos de vanadio, que tienen una mayor relevancia durante el enfriamiento. De igual forma se observa que si bien la variación de concentración de titanio apenas influye en el control del tamaño de grano para temperaturas por debajo de 1000 ºC, sí lo hace a partir de temperaturas superiores a esta y para un rango de concentraciones determinado.

El trabajo de F. Peñalba, junto con el de M. Carsí et al. [15], donde se analizó la influencia del tamaño y la distribución de carbonitruros de titanio y vanadio sobre la ecuación de Hall-Petch, sirvieron de referencia para la selección de las temperaturas de austenización de los

tratamientos T1 y T2. Estos trabajos también han servido de base argumental para llegar a la conclusión de que el niobio presente en la composición del acero experimental ha influido de manera mayor que el vanadio en el control del tamaño de grano durante las etapas de austenización (a temperaturas por debajo de 1000 ºC), pero ambos lo han hecho de manera igual en las posteriores etapas de enfriamiento. Además, en procesos realizados a altas temperaturas el valor final de tamaño de grano depende, principalmente, de la recristalización que sufre el material durante el proceso de deformación y del afino que experimenta durante los procesos de enfriamiento como consecuencia de la precipitación de compuestos formados con los microaleantes añadidos. Esto último se verifica en otros trabajos de F. Peñalba et al. [23,24] y de C. García de Andrés et al. [25], donde se analizaron el control y afino del tamaño de grano de unos determinados aceros microaleados con titanio y vanadio, tras haber sido sometidos a procesos de deformación a alta temperatura. En estos trabajos se demostró que el tamaño de grano final está asociado a los procesos de recristalización dinámica y a la precipitación de carbonitruros de vanadio y titanio durante enfriamientos suaves, obteniéndose tamaños de grano muy pequeños.

Otra observación importante es el efecto de la composición del acero experimental en la obtención de una estructura martensítica a las velocidades de enfriamiento suaves de los tratamientos T1 y T2. Las influencias de los elementos de aleación en las temperaturas de inicio de la transformación martensítica M_S ya se analizaron en el capítulo de Dilatometría de esta tesis doctoral. Se observó como el acero experimental mostraba, después del enfriamiento a velocidades de auto-templado, una estructura mayoritariamente martensítica. En concreto, se demostró la escasa influencia de las composiciones de niobio y vanadio en el valor de las temperaturas críticas M_S y B_S.

En resumen, la obtención de estructuras martensíticas a velocidades de enfriamiento suaves junto con el efecto de control de grano provocado por los carburos de niobio y vanadio logran un acero experimental con una dureza óptima con una alta estabilidad dimensional.

3.4. Conclusiones.

- Se seleccionaron unas temperaturas de austenización de 860 y 900 ºC para los tratamientos térmicos T1 y T2, respectivamente, ya que sobrepasan con bastante holgura las temperaturas Ac3 de ambos aceros, referidas en el capítulo de Dilatometría de esta tesis doctoral, y, por otro lado, están en el rango de temperaturas óptimas para conseguir un tamaño de grano pequeño, en la microestructura final, como se demostrará posteriormente.

- Las medidas de dureza (45 HRC) y las micrografías revelan que el acero experimental ha sufrido una transformación austenita-martensita. El valor de la austenita retenida en el acero experimental, después de los tratamientos térmicos T1 y T2, no sobrepasa el 10 % lo que demuestra un buen grado de transformación de la fase austenítica. En el acero comercial no se observa microestructura martensítica después de los tratamientos T1 y T2.

- Los valores promedio obtenidos de variación relativa longitudinal para el acero comercial y experimental en el tratamiento T1 fueron de -0,082 $\pm$ 0,009 % y 0,169 $\pm$ 0,022 %, respectivamente. Para el tratamiento T2, los valores obtenidos fueron de -0,062 $\pm$ 0,019 % y 0,144 $\pm$ 0,026 %, respectivamente. Las distorsiones relativas longitudinales en los aceros comercial y experimental no sobrepasan, en promedio, el 0,20 %. El valor de la variación relativa longitudinal sí depende de la clase de acero pero no del tipo de tratamiento térmico aplicado.

- Los valores promedio obtenidos de variación relativa angular para el tratamiento T1 obtenidos para el acero comercial y experimental fueron de 0,061 $\pm$ 0,017 % y 0,034 $\pm$ 0,037 %, respectivamente. Por otra parte, para el tratamiento T2, los valores obtenidos fueron de 0,055 $\pm$ 0,029 % y 0,002 $\pm$ 0,048 %. La distorsión angular es despreciable para ambos aceros y tratamientos.

- En el acero experimental hubo transformación austenita-martensita y en el acero comercial no. A pesar de ello, la estabilidad dimensional del acero experimental no aumentó de forma considerable respecto de la calculada para el acero comercial. La transformación austenita-martensita apenas influyó en la estabilidad dimensional del acero experimental.

- Las durezas obtenidas en el acero experimental después de los tratamientos y la alta estabilidad dimensional están relacionadas con la microestructura martensítica y con el tamaño de grano austenítico pequeño obtenido, respectivamente. Se calculó un valor promedio de tamaño de grano, después del tratamiento T2, de 12 μm. Una conclusión, reforzada por otros trabajos analizados, es que este afinamiento de grano está relacionado con la precipitación de los carburos de niobio y vanadio durante los tratamientos térmicos.

3.5. Bibliografía.

[1] R. A. Paquin, "Dimensional Stability: an overview". Proceedings of SPIE-The International Society for Optical Engineering, Vol. 1335, San Diego, EEUU, 1990, A. Paquin (Eds), Society of Phot-optical Instrumentation Engineers (SPIE), Bellingham, EEUU, pp. 2-19, 1990.

[2] K. Arimoto, S. Yamanaka, M. Narazaki , K.Funatani, "Explanation of the origin of quench distortion and residual stress in specimens using computer simulation" International Journal of Microstructure and Materials Properties Vol. 4, Nº. 2, pp. 168-186, 2009.

[3] L. C. Canale, G. E. Totten. "Overview of distortion and residual stress due to quench processing. Part I: factors affecting quench distortion", International Journal of Materials and Product Technology, Vol. 24 Nº.1-4, pp. 4-52, 2005.

[4] A. K. Nallathambi, Y. Kaymak, E. Specht, A. Bertram. "Sensitivity of material properties on distortion and residual stresses during metal quenching processes", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, Nº. 2, pp. 204-211, 2010.

[5] H. Qiu, J. Qi, F. Yin, K. Hiraoka, "Determination of parameters for fitting the dilatation curve of austenite–martensite transformation in Cr–Ni steels",ISIJ International, Vol.49, Nº.1, pp. 146-148, 2009.

[6] H. K. D. H Bhadeshia, Handbook of residual stress and deformation of steel- ASM International, Eds. G. Totten, M. Howes y T. Inoue, Ohio, Estados Unidos, pp. 3-4, 2002.

[7] M. F. Ashby, "Materials Selection in Mechanical Design" Editorial Butterworth-Heinemann, Woburn, EEUU, pp. 14-143, 1999.

[8] X. Yao, L Zhu y V. Li, "Finite Element Analysis of residual stress and distortion in an eccentric ring induced by quenching", Transactions of Materials and Heat Treatment, Vol. 25, Nº.5, pp. 746-751, 2004.

[9] M. J. Santofimia, Tesis Doctoral, Facultad de Física, Universidad Complutense de Madrid, 2006, pp.1-30, 2006.

[10] M. Telher, "Modeling phase transformations and volume changes during cooling of case hardening steels", Tesis Licenciatura,Department of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology KTH, 2009, pp 1-37, 2009.

[11] H. M. Rietveld, "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures", Journal of Applied Crystallography, Vol. 2, Nº. 2, pp. 65-71, 1969.

[12] Tabla de conversión de durezas, schomolz-bickenbach® http://www.schmolz-bickenbach.com.mx/fileadmin/user_upload/-public_images/Mexico/15PRESH5.pdf (10 de Abril de 2014).

[13] Norma UNE-EN-ISO-6508-1-3: "Aceros Metálicos: ensayos de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 3: Calibración de los bloques patrón (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)", Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.

[14] P. L. Mangonon, "Ciencia de Materiales: Selección y Diseño", 1ª Ed., Pearson Educación, Naucalpán de Juárez, Méjico, pp. 316-388, 2001.

[15] M. Carsí, F. Peñalba, I. Gutierrez, "Resolution of the Hall-Petch equation and comparison with the experimental results of three vanadium-titanium microalloyed steels", Journal of Materials Science, Vol. 28, pp. 6450-6456, 1993.

[16] F. Peñalba, C. García de Andrés, M. Carsí, F. Zapirain, "Austenitic grain size evolution and continuous cooling transformation diagram in vanadium and titanium microalloyed steels", Journal of Materials Science, Vol. 31, pp. 3847-3852, 1996.

[17] B. L. Bramfitt, A. O. Benscoter, "Metallographer's Guide: Practices and procedures for irons and steels", 1ª Ed., ASM International, Materials Park, Estados Unidos, pp. 300-319, 2002.

[18] Norma ASTM E112-10, "Standard test methods for determining average grain size", ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.

[19] J. Castellanos, V. Gutiérrez, I. Rieiro, O. A. Ruano, M. Carsí, "Influencia de la microestructura de partida en la ecuación constitutiva para la fluencia de un acero", "Revista de Metalurgia, Vol. 45, Nº 1, pp. 70-75, 2009.

[20] W. Mendenhall, T. Sincich, "Probabilidad y Estadística para Ingeniería y Ciencias", 4ª. Ed., Prentice Hall, Mexico D.F, Méjico, pp. 294-295, 1997.

[21] W. Mendenhall, T. Sincich, “Probabilidad y Estadística para Ingeniería y Ciencias”, 4ª.Ed., Prentice Hall, Mexico D.F, Méjico, pp. 919-979, 1997.

[22] T. Gladman, “On theory of effect of precipitate particles on grain growth in metals”, Proceedings of the Royal Society of London Series A-Mathematical and Physical Sciences, Vol. 294, Nº. 1438, pp. 298-309, 1966.

[23] F. Peñalba, M. Carsí, C. García de Andrés, F. Zapirain, M. P. De Andrés, “Characteristics of vanadium and titanium microalloyed steels forged at intermediate (Warm) temperatures through simulation by torsion”, ISIJ International, Vol. 32, Nº. 2, pp. 232-240, 1992.

[24] F. Peñalba, “influencia de la deformacion controlada de la austenita sobre las propiedades mecánicas de aleaciones férreas hipoeutectoides dopadas con vanadio y titanio. Acción de la precipitación de sus compuestos intermetálicos”, Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense, Madrid, pp.134-168, 1992.

[25] C. García de Andrés, M. Carsí, M. P de Andrés, F. Peñalba, “Structure-thermomechanical parameters relationship and Zener-Hollomon equation for two vanadium microalloyed steels”, Journal of Materials Science, Vol. 27, pp.4567-4576, 1992.

CAPÍTULO 4

ESTUDIO DEL DESGASTE DEL ACERO EXPERIMENTAL Y DEL ACERO COMERCIAL.

El estudio tribológico en la superficie de un material comprende, principalmente, el análisis de la fricción y el desgaste con la superficie del material de la herramienta. El proceso de desgaste está relacionado con las características del material y sus condiciones externas. El desgaste de un material depende de factores propios o internos como la composición del material y el tratamiento térmico y de factores ajenos o externos como la humedad del medio, la temperatura, el tipo de atmósfera del medio, la carga aplicada, la velocidad, la distancia de desgaste y las propiedades del material que actúa como herramienta de desgaste [1].

El objetivo principal de este capítulo es analizar las relaciones entre las microestructuras y durezas de los aceros experimental y comercial con sus comportamientos a fricción y desgaste, bajo unas determinadas condiciones de ensayo.

4.1. Introducción teórica.

En los ensayos de desgaste se obtienen parámetros característicos del acero como el coeficiente de fricción (μ) y la medida del desgaste de un acero, bajo la acción de una fuerza en unas condiciones de ensayo determinadas. Los ensayos se llevan a cabo en diversas máquinas y dispositivos de precisión, siendo uno de los más empleados el dispositivo “pin-on-disc”, que fue el utilizado en los ensayos y cuyas características generales fueron explicadas en el apartado 8 del Método Experimental de esta tesis.

El coeficiente de fricción se obtiene por medio de la relación entre la fuerza normal (N) al plano de contacto, entre la superficie de la herramienta con la superficie del material a estudio, y la fuerza de fricción provocada por el deslizamiento relativo entre ambas superficies. La fuerza de fricción (F) es la resistencia al movimiento de un objeto sobre otro cuando ambos están en contacto y es proporcional a la fuerza normal aplicada mediante la constante de proporcionalidad o coeficiente de fricción μ (Ec. 4.1).

$$F = \mu N \qquad \text{(Ec. 4.1)}$$

Existe un gran número de factores que afectan al desgaste de un material [1,4], y que pueden variar dependiendo del tipo de desgaste que se produzca. En el estudio del desgaste

hay que tener en cuenta dos enfoques diferentes [2]. El primero estudia las condiciones del entorno ambiental en el que se produce el desgaste. Estas condiciones hacen referencia a la presencia o ausencia de un medio lubricante (desgaste húmedo o en seco) y partículas abrasivas. El segundo enfoque se fija en el origen y naturaleza del tipo de mecanismo microscópico que produce el desgaste.

Los distintos mecanismos de desgaste pueden actuar de manera independiente, aunque es más frecuente que se activen varios mecanismos de manera simultánea. Por ejemplo, el desgaste adhesivo se produce cuando una superficie se desliza sobre otra y se adhiere mediante microfusiones locales en determinados puntos de la segunda superficie [3]. El desgaste corrosivo se activa por el efecto de la corrosión superficial inducida, a su vez, por efectos mecánicos. El desgaste por oxidación se origina por la formación de capas de óxidos durante el proceso de deslizamiento que al despegarse actúan como partículas abrasivas sobre la superficie del acero [4,5]. También está el desgaste por deformación plástica o deslizamiento en seco que abarca algunos microprocesos como la delaminación y el agrietamiento por fatiga.

Existen varias formas de analizar el desgaste y la fricción en un sistema tribológico, mediante distintos tipos de ensayos de desgaste. Uno de los más habituales es el realizado en un dispositivo “pin on disc”, descrito en la norma ASTM G99-05-2010 [6], para calcular los coeficientes de fricción y de desgaste. Durante estos ensayos, y dependiendo del valor de los parámetros seleccionados, se activan varios mecanismos de desgaste siendo el más común el producido por deslizamiento en seco (“dry sliding”). Este tipo de ensayo de desgaste se produce como consecuencia de la fricción de un material duro sobre otro más blando originándose una hendidura o surco en el material más blando, como se observa en la Figura 4.1 [7,8].

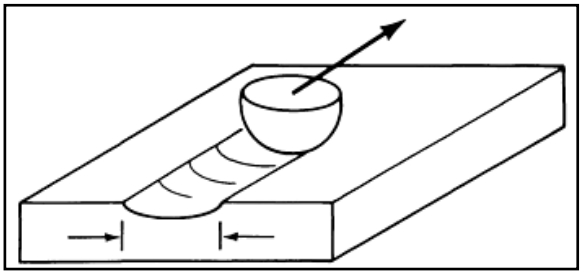

Figura 4.1. Surco provocado por la deformación plástica del acero durante el desgaste por deslizamiento. (*J. Larsen-Basse,* [7]).

El fundamento teórico de este mecanismo radica en la transformación de la energía mecánica aplicada al dispositivo de desgaste, determinada por la carga aplicada y la velocidad de giro del dispositivo “pin on disc”, en energía de deformación (plástica y elástica), energía de fractura y energía disipada en forma de calor [9]. La fricción origina tensiones tangenciales que deforman y fracturan la superficie del material más blando. El material de la

superficie dañada queda amontonado en los lados adyacentes del surco, formando partículas de desgaste o “debris”. Estas partículas pueden producir desgaste abrasivo, aumentando el desgaste de la superficie. Si las partículas de “debris” corresponden a óxidos formados durante el ensayo, el grado de desgaste puede aumentar o disminuir dependiendo de las propiedades físico-químicas de las partículas. El calor desprendido es el responsable del aumento local de temperatura durante el ensayo, que puede dar lugar a cambios en las propiedades de los materiales y afectar al comportamiento tribológico del sistema [10]. Este aumento local de la temperatura influye también en las propiedades de deformación plástica del material y, por consiguiente, en el comportamiento a fractura del mismo. Por ello, cuando se estudia un sistema tribológico, hay que tener en cuenta el efecto simultáneo de la deformación, el calentamiento y la fractura de la superficie dañada.

Como consecuencia de todos estos efectos conjuntos se produce en la superficie del material más blando un desgaste neto. Se considera que el volumen (V) de desgaste producido (Ec. 4.2) viene determinado por el radio de la bola o “pin” (r) el radio externo de la huella (R) y la anchura de la huella (d).

$$V = \frac{\pi R d^3}{6r} \qquad \text{(Ec. 4.2)}$$

A partir del volumen de desgaste se determina el coeficiente de desgaste dimensional (k_s) de la superficie de un acero, en función de la fuerza normal aplicada (N) y de la distancia recorrida (D) durante el ensayo (Ec. 4.3).

$$k_s = \frac{V}{ND} \qquad \text{(Ec. 4.3)}$$

La ecuación utilizada para la obtención del coeficiente de desgaste en este estudio tiene su origen en la ecuación de J. F. Archard [11,12], publicada en 1953, y es una ecuación semi-empírica determinada por el coeficiente de desgaste dimensional k_s [13]. El estudio del desgaste de un acero está relacionado con numerosas variables y parámetros del sistema tribológico y la ecuación de Archard sólo contiene tres parámetros característicos del sistema de desgaste, lo que afecta a la precisión del coeficiente de desgaste. La ecuación de Archard sirve como punto de partida para el desarrollo de otras ecuaciones más complejas como la ecuación de Z. Gahr [14,15], que relaciona el efecto de partículas abrasivas sobre el desgaste, o la ecuación de M. M. Khrushchov, que relaciona el desgaste con el módulo elástico del acero [16]. Aún así, la ecuación de Archard es útil para obtener un valor aproximado del desgaste de un acero sin tener en cuenta un número elevado de factores internos y externos.

4.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados.

El método experimental de este estudio está descrito en el apartado 8 del Método Experimental de esta tesis doctoral. A modo de resumen, el estudio consistió en analizar la influencia de la microestructura y de la dureza en el comportamiento tribológico de las probetas de acero comercial y experimental utilizadas en esta tesis. Antes de iniciar los ensayos se obtuvieron las medidas de la dureza de los diferentes series de aceros utilizados en los ensayos de desgaste mediante la aplicación de la norma UNE-EN-ISO-6508 [17]. Posteriormente, se inició el procedimiento experimental que consta de tres etapas. En la primera etapa se realizó la preparación de las probetas para reducir la rugosidad superficial a menos de 0,8 µm, como indica la norma ASTM G99-05-2010, mediante el desbaste y pulido de su superficie, así como su pesado inicial. En la segunda etapa se realizaron los ensayos de desgaste en una máquina MicroTest® con "pin" de Al_2O_3 (alúmina) con una dureza de 2400 HV. Los ensayos se realizaron sin la presencia de lubricantes, a temperatura ambiental y a una humedad controlada por gel de sílice. En la tercera y última etapa las probetas se pesaron para comprobar la pérdida de masa, siguiendo el mismo protocolo realizado antes del ensayo, y se realizaron mediciones de la anchura de la huella en cinco zonas seleccionadas de manera arbitraria con un microscopio óptico Olimpus® GX51. El volumen de desgaste (Ec. 4.2) se calcula a partir de este dato y, como indica la norma, con un error máximo de 1 % si la relación entre la anchura de la huella y del radio de la bola o "pin" es menor que 0,3 y si durante el ensayo no ha habido una transferencia significativa de materia del pin hacia la probeta.

El coeficiente de fricción de cada serie se obtuvo al realizar el promedio de los coeficientes de fricción obtenidos en cada ensayo durante los últimos 250 m de distancia de deslizamiento. A partir del volumen de desgaste se determina el coeficiente de desgaste dimensional (k_s) (Ec. 4.3). En la Tabla 4.1 se muestra un resumen de las características de las diferentes series utilizadas en este estudio.

Tabla 4.1. Características generales de las series de probetas utilizadas en los ensayos de desgaste.

Serie nº	Tipo de acero	Tratamiento térmico aplicado	Distancia de ensayo (m)
1	Experimental	Sin tratamiento	500
2	Experimental	Sin tratamiento	1000
3	Experimental	Enfriado desde 860 ºC en horno con atmósfera de N_2 en condiciones atmosféricas.	1000
4	Comercial	Enfriado desde 860 ºC en horno con atmósfera de N_2 en condiciones atmosféricas.	1000

4.2.1. Análisis de dureza y metalográfico.

Los resultados obtenidos se observan en la Figura 4.2, donde se muestran los valores de dureza HRC obtenidos para cada tipo de acero utilizado en los ensayos de desgaste. Hay que indicar que las medidas de dureza se realizaron a lo largo de diversos puntos de las probetas obteniendo un valor medio con una dispersión inferior al 5 %.

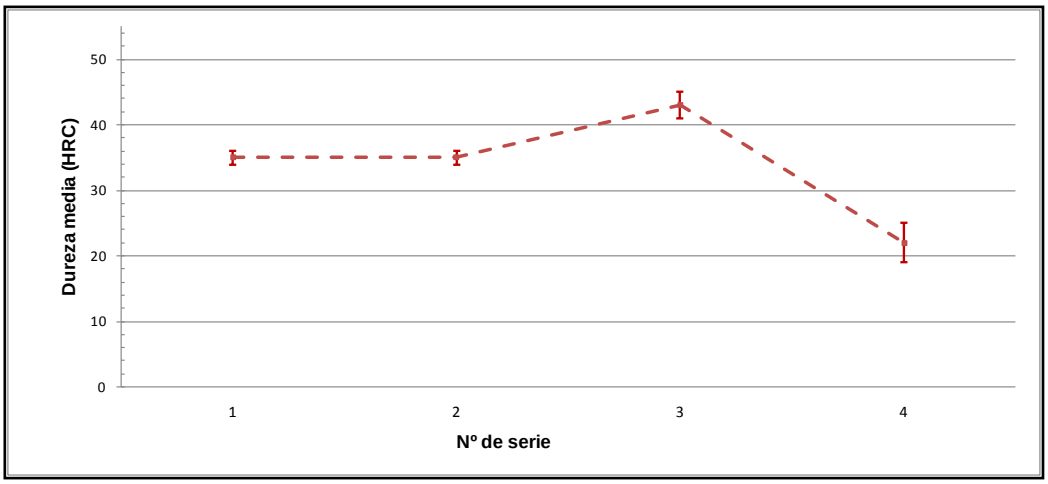

Figura 4.2. Dureza media de los distintos tipos de probetas utilizados en los ensayos (para detalles sobre la nomenclatura ver Tabla 4.1).

La dureza correspondiente al acero experimental sin haber sido tratado térmicamente (series nº 1 y 2) fue de 35 HRC con una desviación estándar de ± 1 HRC. La micrografía mostrada en la Figura 4.3 muestra una microestructura heterogénea, en su mayoría bainítico-ferrítica en la cual no aparece fase martensítica.

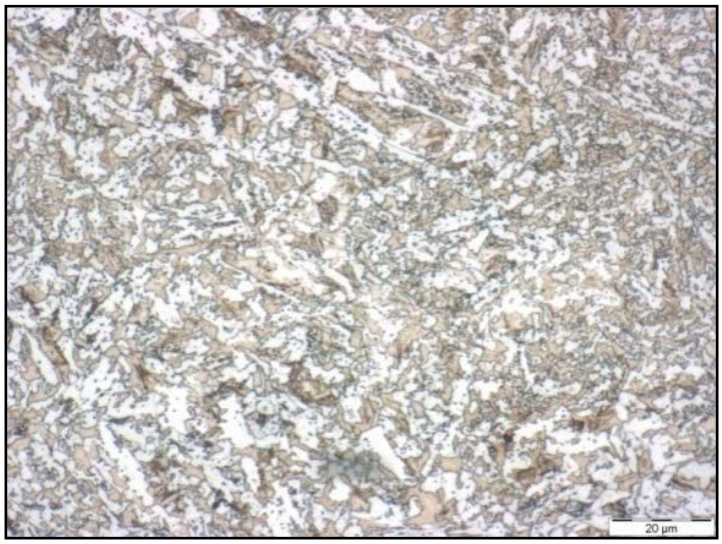

Figura 4.3. Acero experimental (series nº 1 y 2).

Se obtuvo una dureza de 43 HRC con una desviación estándar de ± 2 HRC para el acero experimental sometido a un tratamiento térmico consistente en el enfriamiento forzado desde una temperatura de 860 ºC al aire en un horno con atmosfera de nitrógeno (serie nº 3), Figura 4.4.

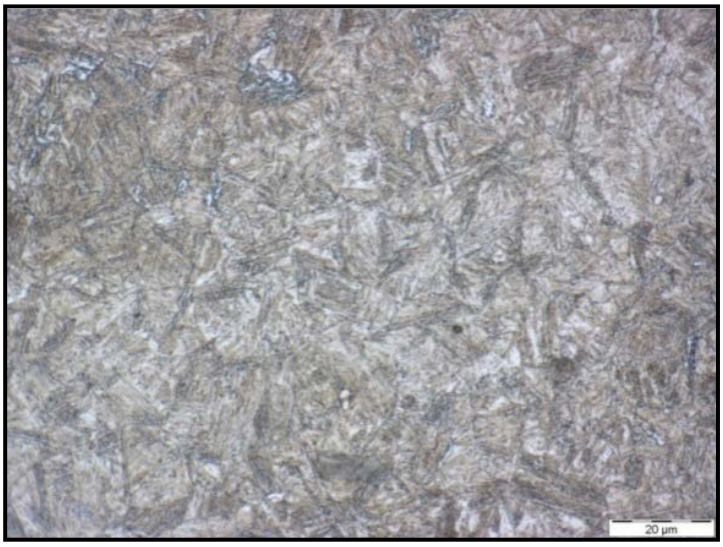

Figura 4.4. Acero experimental (serie nº 3).

Por último, la dureza promedio de la serie correspondiente al acero comercial tratado térmicamente (serie nº 4) muestra un valor de 23 HRC con una desviación estándar de ± 3 HRC que indica que no ha habido transformación martensítica. La microestructura correspondiente, Figura 4.5, presenta una mezcla de fases obtenidas en un enfriamiento fuera del equilibrio donde aparece ferrita (zona blanca) con bainita (zona oscura). No se observa la presencia de fase martensítica.

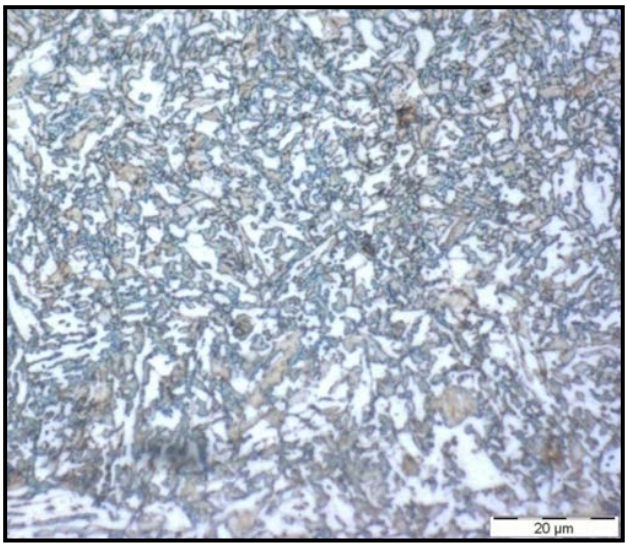

Figura 4.5. Acero comercial (serie nº 4).

4.2.2. Selección de los parámetros de ensayo.

En primer lugar, se determinó el valor de la fuerza normal aplicada y el rango de velocidades de deslizamiento, que van a ser constantes durante todos los ensayos. Para ello, se analizaron los resultados obtenidos en unos ensayos de prueba con el objetivo de determinar los parámetros para conseguir unos ensayos estables donde la presencia de óxidos fuera mínima en la superficie de las huellas [18] y poder minimizar su influencia en el posterior análisis tribológico. En el objetivo de este capítulo, por otra parte, no se contempla analizar espectroscópicamente los óxidos obtenidos. En todos los ensayos de prueba se seleccionó, de manera arbitraria, una distancia de deslizamiento de 500 m.

El primer objetivo fue seleccionar una fuerza de carga normal cuya aplicación no activara, en la medida de lo posible, la oxidación en la zona de desgaste durante la realización del ensayo. Debido a restricciones de espacio en la probeta, el radio seleccionado fue de 5 mm. Para este radio, y con una fuerza normal de 10 N, se observó que los ensayos se desestabilizaban al interaccionar la bola de alúmina con los agujeros próximos a la zona de ensayo, produciéndose huellas descentradas y elípticas en la superficie de la probeta que no eran válidas. Al aplicar una fuerza normal de 5 N se comprobó que los ensayos se mantenían estables y no se producían huellas descentradas. Por este motivo se seleccionó un valor de fuerza normal de 5 N.

El segundo objetivo de estos ensayos de prueba era seleccionar una velocidad de deslizamiento que minimizara el efecto de los óxidos generados durante el ensayo, de modo que se pudiera considerar su influencia no significativa en el comportamiento tribológico del acero experimental.

En primer lugar se seleccionó una velocidad de 100 revoluciones por minuto (rpm) y posteriormente se obtuvieron las gráficas de la variación del coeficiente de fricción respecto de la distancia recorrida, como se muestra en la Figura 4.6.A. La gráfica muestra varios picos irregulares debidos a la generación de óxido durante el ensayo, que se relacionan con el comportamiento irregular del coeficiente de fricción a lo largo de la dirección de ensayo y hacen que el coeficiente disminuya, siendo su valor de 0,3 al finalizar el ensayo. En la Figura 4.6.B se observa numerosos óxidos presentes en la huella de desgaste. Por este motivo, se realizó una segunda serie de ensayos a una velocidad de 60 rpm, ya que las referencias bibliográficas consultadas [18] confirman que al aumentar la velocidad de ensayo aumenta la probabilidad de aparición de óxidos. En la Figura 4.6.C se observa como el perfil de la variación del coeficiente de fricción respecto de la distancia se ha estabilizado, obteniéndose un valor promedio de coeficiente de fricción de 0,45, por lo que se seleccionó esta velocidad como parámetro fijo para todos los ensayos. El perfil es el característico de una gráfica coeficiente de fricción (eje de ordenadas)-distancia de deslizamiento (eje de abscisas), con

una parte inicial transitoria y una parte final estacionaria. Por último, en la Figura 4.6.D se observa claramente una huella con una presencia menor de óxidos en su superficie.

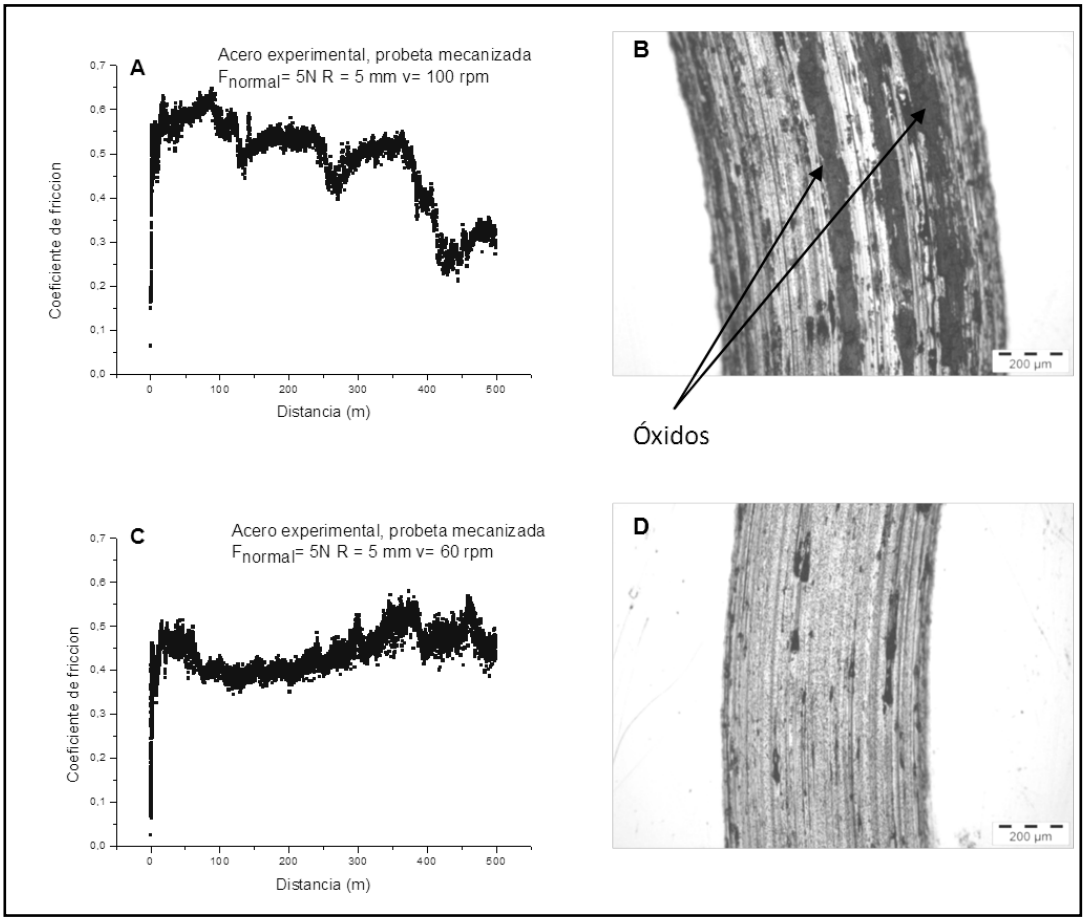

Figura 4.6. Coeficiente de fricción en función de la distancia de ensayo para el acero experimental a una velocidad de 100 rpm y huella de desgaste, a una velocidad de 100 rpm (A y B, respectivamente) y 60 rpm (C y D, respectivamente).

Una vez realizado los ajustes de los parámetros, se procedió a realizar los ensayos de desgaste de cada una de las series mostradas en la Tabla 4.1. A modo de resumen se muestra en la Tabla 4.2 los parámetros que van a permanecer constantes en todas las series de ensayo.

Tabla 4.2. Parámetros constantes seleccionados en todos los ensayos de desgaste.

Parámetro	Valor
Material Pin	alúmina
Radio Pin	3 mm
Fuerza Normal	5 N
Radio de la huella	5 mm
Velocidad	60 rpm
Distancia de deslizamiento	500 m – 1000 m

4.2.3. Análisis de la relación entre el coeficiente de fricción y la microestructura.

En el estudio tribológico se compararon distintas series para el análisis de los coeficientes de fricción y de desgaste. En primer lugar se compararon la serie nº 1 con la serie nº 2 para comprobar si el coeficiente de fricción se mantiene estable y si el coeficiente de desgaste tiene una dependencia lineal respecto de la distancia de deslizamiento. Los valores de la serie nº 2 se compararon con los de la serie nº 3, formada por probetas de acero experimental tratado térmicamente. Por último, los resultados obtenidos para esta serie fueron comparados con los obtenidos para la serie nº 4, ensayos realizados para el acero comercial tratado térmicamente. De esta forma, se realiza un análisis completo de la influencia de la microestructura y la dureza en las propiedades tribológicas del acero experimental.

Para cada ensayo de desgaste realizado se obtuvo un perfil de desgaste que muestra la variación del coeficiente de fricción respecto de la distancia de deslizamiento. A partir de estos perfiles se obtienen los coeficientes de fricción entre la bola de alúmina y el acero sometido al ensayo. Se realizaron varios ensayos para cada serie pero sólo se muestran, en la Figura 4.7, los perfiles medios y más representativos de cada serie. Todos los perfiles obtenidos y mostrados en la Figura 4.7 están filtrados a un 50 % respecto de los datos originales.

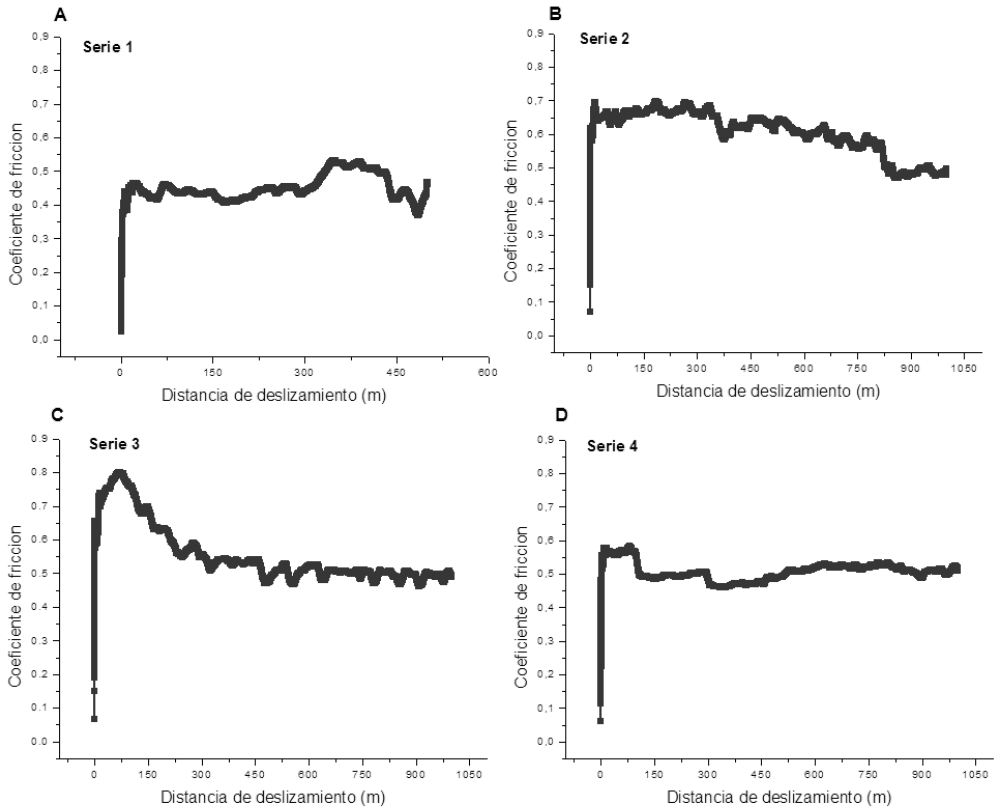

Figura 4.7. Perfiles de desgaste representativos de las series nº 1-nº 4 (A-D, respectivamente).

El coeficiente de fricción se estabiliza cuando transcurre una cantidad de tiempo determinada (o distancia de deslizamiento entre el sistema bola-disco) desde el inicio del ensayo. De manera arbitraria, se realizó el promedio de los últimos 250 m para todos los ensayos realizados. En la Figura 4.8 se muestran los valores promedio obtenidos del coeficiente de fricción para cada serie (eje vertical izquierdo) y de los valores de dureza (eje vertical derecho).

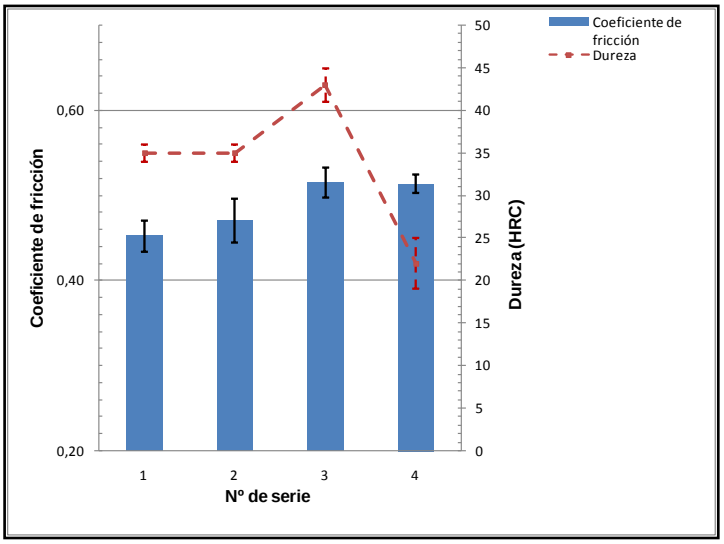

Figura 4.8. Gráfico donde se muestran los coeficientes de fricción y la dureza de cada serie.

Todos los valores de coeficiente de fricción obtenidos para cada una de las series ensayadas estaban comprendidos dentro de un rango entre 0,45 y 0,52. Estos valores, si bien son inferiores a los esperados para el desgaste, a una fuerza normal de 10 N, de un acero con alúmina [6], se aproximan a los medidos por otros autores [19]. Se observa que los valores del coeficiente de fricción obtenidos en la serie nº 1 (0,45 ± 0,02) y en la serie nº 2 (0,48 ± 0,02) son parecidos. Si se tiene en cuenta sus respectivos valores de dispersión, ambos coeficientes están dentro del rango de error y no se puede afirmar que su diferencia sea significativa. La variación en la distancia de deslizamiento no ha sido un factor que haya afectado al valor promedio del coeficiente de fricción.

En la comparación de los valores obtenidos en las series nº 2 y nº 3 se observa que aunque el coeficiente de fricción de la serie nº 2 es menor que la de la serie nº 3 (0,48 ± 0,02 y 0,52 ± 0,02, respectivamente), ambos valores también entran dentro del rango de error y, al igual que ocurría en el caso anterior, no se puede afirmar que la diferencia entre ambos valores sea significativa. La microestructura originada después del tratamiento térmico, que ocasiona un aumento de su valor de dureza (de 35 a 43 HRC), responde de manera parecida en el comportamiento a fricción que la microestructura existente antes del tratamiento.

La diferencia en composición química es la causa por la que se originan microestructuras distintas en los aceros de la serie nº 3 y nº 4, como se observó en las Figuras 4.4 y 45,

respectivamente. Mientras que en la de los aceros de la serie nº 3 se apreciaba claramente martensita, en la de los aceros de la serie nº 4 no se detectaba su presencia, siendo esta una microestructura homogénea mezcla de ferrita con bainita. Sus valores respectivos de dureza (43 y 23 HRC) verifican estas diferencias microestructurales. La comparación entre los coeficientes de fricción de ambas series muestra unos resultados que rompen la tendencia esperada de a mayor dureza, mayor coeficiente de fricción. Sus respectivos coeficientes de fricción son muy parecidos (0,52 $\pm$ 0,02 y 0,51 $\pm$ 0,01, respectivamente), lo que demuestra que la presencia de martensita en el acero experimental no influye en el coeficiente de fricción respecto de una microestructura compuesta por una fases de ferrita y bainita, obteniéndose prácticamente el mismo valor para ambos coeficientes de fricción. Hay que recordar que el coeficiente de fricción se calcula en promedio para los últimos 250 m de distancia de deslizamiento, por lo que todos los efectos (oxidación, desgaste inicial, acumulación de "debris") que han tenido lugar durante los 750 m previos han originado un comportamiento a fricción similar para ambos aceros durante los últimos 250 m.

En resumen, se comprueba que el factor microestructural y el de dureza no influyen, de manera significativa, en el comportamiento a fricción de ambos aceros, siempre bajo las mismas condiciones aplicadas de fuerza normal y velocidad de deslizamiento.

4.2.4. Cálculo del volumen y del coeficiente de desgaste. Análisis de la relación entre el coeficiente de desgaste y la microestructura.

Una vez analizado el comportamiento a fricción de cada una de las series, el siguiente paso es determinar y analizar su comportamiento a desgaste. Para ello se midió el peso y el volumen perdidos en cada ensayo calculando sus promedios para cada serie. Las huellas mostradas en la Figura 4.9.A-D son una selección de las huellas obtenidas en cada serie.

Una vez medidas las huellas de desgaste, se calculó el volumen de desgaste para ambos tipos de probeta como paso previo para determinar los coeficientes de desgaste. De igual forma, se midió el desgaste de la bola de alúmina y se consideró que la pérdida en peso no era significativa, por lo que para calcular el volumen se utiliza la expresión correspondiente recogida en la norma ASTM G99-05-2010 (Ec. 4.2). Se comprobó si esta pérdida de volumen se correspondía con una pérdida neta de masa, comparando las medidas de peso realizadas antes y después de los ensayos. En la Figura 4.10 se muestran las variaciones de volumen (eje de ordenadas izquierdo) y de masa (eje derecho) entre las distintas probetas de las series nº 2, 3 y 4, antes y después de la realización de los ensayos. Los valores obtenidos para la serie nº 1 no se han reflejado en el gráfico ya que su distancia de deslizamiento era de 500 m frente a la distancia de 1000 m seleccionada para las otras series. Las comparaciones, en este caso, van a ser entre la serie nº 2 y nº 3 y entre la serie nº 3 y nº 4.

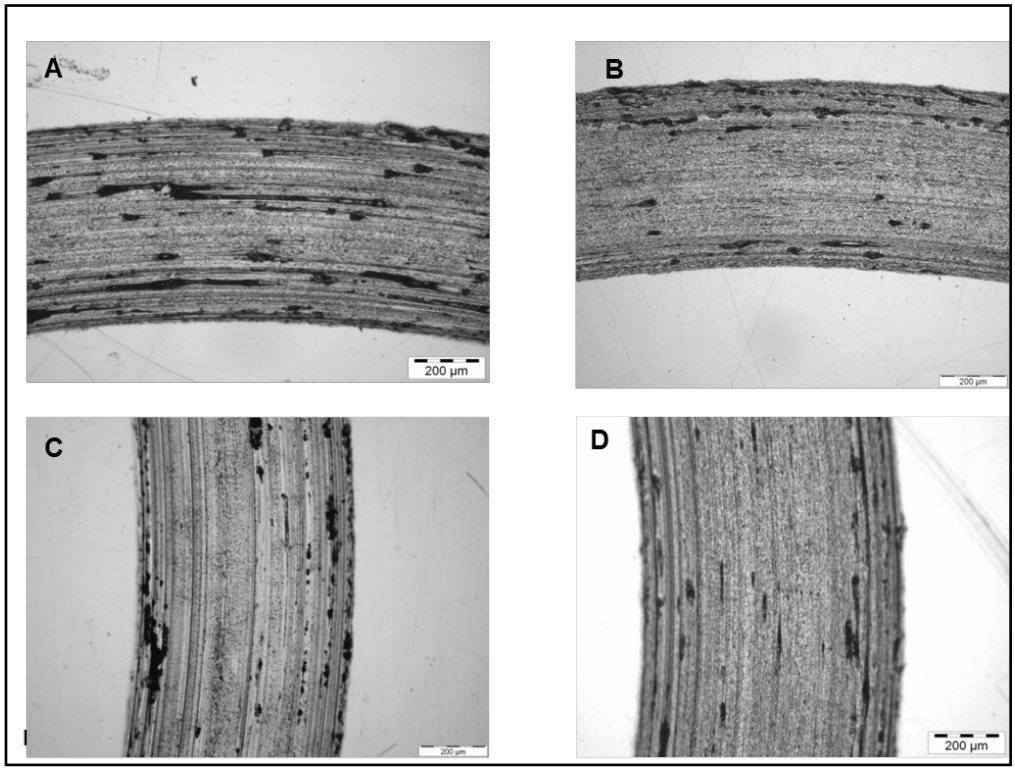

Figura 4.9. Huellas de desgaste representativas de algunos de los ensayos hechos en las series nº 1, 2, 3, y 4 (A, B, C y D, respectivamente).

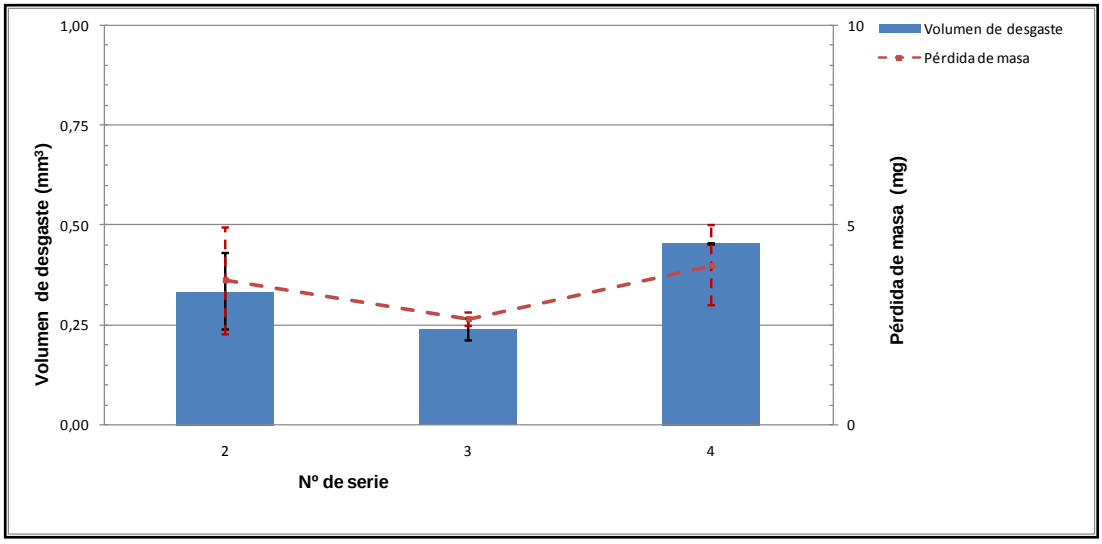

Figura 4.10. Variaciones de masa y volumen promedio antes y después de los ensayos entre las probetas de las series nº 2, 3 y 4.

Los valores obtenidos para la serie nº 3 (0,24 ± 0,03 mm^3 y 2,7 ± 0,2 mg) son ligeramente menores que los obtenidos para la serie nº 2. En este último caso, la diferencia no llega a ser significativa debido a la alta dispersión de la serie nº 2. En la serie nº 3 se observa una menor dispersión respecto de la obtenida en la serie nº 2 debida al tratamiento térmico que ha endurecido y homogenizado las superficies de ensayo, minimizando los eventos puntuales de

desgaste. Si se comparan los datos obtenidos en la serie nº 3 con los de la serie nº 4 (0,455 ± 0,002 mm^3 y 4,0 ± 1,0 mg), sí se observa una diferencia significativa respecto de la pérdida de volumen. En este sentido, la dureza menor y la microestructura de ferrita y bainita, observada en la Figura 4.5, del acero de la serie nº 4 son dos factores directos que disminuyen su resistencia al desgaste respecto de la del acero de la serie nº 3. Por último, se comprueba que el valor de masa perdida en la serie nº 4 es similar al obtenido para la serie nº 2. Sin embargo, la densidad del acero experimental, aún sin tratar, es mayor que la del acero comercial tratado térmicamente, por el valor del volumen perdido por el primero es menor que el del segundo.

Una vez medidos los volúmenes de desgaste, calculados a partir de los parámetros fijos de ensayo y las medidas directas de la anchura de la huella, se obtuvieron los correspondientes coeficientes de desgaste k_s. Para realizar un estudio fiable del comportamiento de desgaste de aceros con distinta densidad hay que seleccionar el volumen como variable principal de desgaste, descartando la pérdida de masa. Por este motivo, se analizaron los comportamientos a desgaste mediante el coeficientes dinámico dimensional de desgaste (k_s) obtenido de la ecuación de Archard (Ec. 4.3). En la Figura 4.11 se muestran dos gráficos correspondientes a la variación del coeficiente de desgaste (eje de ordenadas izquierdo) y a la dureza (eje derecho) de cada tipo de acero.

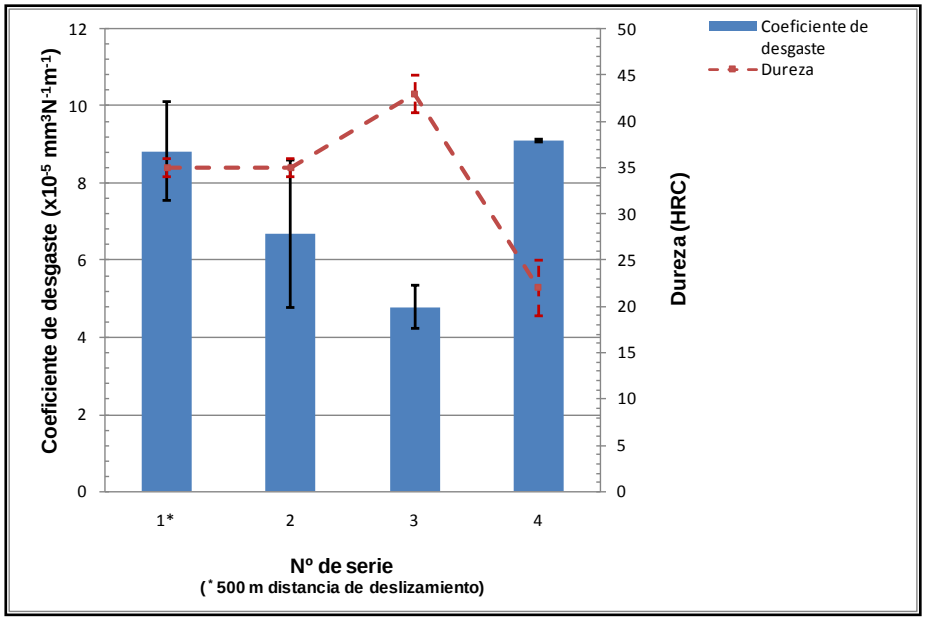

Figura 4.11. Coeficientes de desgaste y dureza de cada serie.

De igual forma que en el apartado anterior, se realizó un análisis comparativo entre las mismas series para analizar su comportamiento a desgaste, ambas con una dureza de 35 ± 1 HRC. En la comparación entre la serie nº 1 y nº 2, se observa que el valor de la serie realizada a 500 m ($(9 \pm 1)\cdot10^{-5}$ $mm^3\cdot N^{-1}\cdot m^{-1}$) tiene un coeficiente de desgaste mayor que el realizado para una distancia de 1000 m ($(7 \pm 2)\cdot10^{-5}$ $mm^3\cdot N^{-1}\cdot m^{-1}$). En un principio, el

coeficiente de desgaste de la serie nº 2 no mantiene una constancia respecto de la serie nº 1. Sin embargo, la alta dispersión obtenida en la serie nº 2 no permite establecer que la diferencia entre los respectivos coeficientes de desgaste es significativa. La dispersión obtenida en la serie nº 2 es debida a una mayor aleatoriedad de eventos puntuales de desgaste por la mayor duración del proceso respecto de la serie nº 1. Esta aleatoriedad fue disminuida cuando el acero experimental fue sometido a un tratamiento térmico, tal y como se observa en la dispersión de la serie nº 3.

En la comparación de las series nº 2 y nº 3, con sus respectivas durezas de 35 y 43 HRC, se observa que los valores del coeficiente de desgaste [$(7 \pm 2) \cdot 10^{-5}$ $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ y $(4{,}8 \pm 0{,}6) \cdot 10^{-5}$ $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$, respectivamente] siguen la misma tendencia que las observadas en la pérdida de volumen y masa, Figura 4.9. El aumento de dureza, debido a la aparición de martensita, ha influido en la obtención de un menor valor medio pero no de manera significativa, debido a la alta dispersión de la serie nº 2. Este aumento de dureza no fue lo suficientemente significativo para poder afirmar que el tratamiento térmico influye directamente en una mejora de la resistencia a desgaste del acero experimental. Por otro lado, la aparición de martensita en la microestructura no implica una pérdida de resistencia al desgaste. Como se analizará en el siguiente apartado, ha habido estudios donde se ha demostrado que la aparición de fase martensítica no siempre lleva implícita una mejora en la resistencia al desgaste. En este caso, hay cierta estabilidad, con una tendencia a la baja, del valor de desgaste obtenido para el acero experimental después del tratamiento térmico.

Por último, el coeficiente de desgaste de la serie nº 3 es menor que el obtenido para la serie nº 4 [$(9 \pm 0{,}03) \cdot 10^{-5}$ $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$] por lo que, en este caso, la mayor dureza del acero experimental tratado térmicamente, con una dureza de 43 HRC y originada por la presencia de martensita en su microestructura, sí es la causa del mejor comportamiento al desgaste que el acero comercial con una dureza de 23 HRC y con una microestructura homogénea mezcla de fase ferrítica y bainítica. Los coeficientes de fricción de series nº 3 y nº 4 tenían valores muy parecidos, por lo que el comportamiento a fricción de ambas series no tiene una relación directa con el comportamiento a desgaste. Por un lado, hay que recordar que el análisis de la fricción se realizó para los últimos 250 m de distancia de deslizamiento, mientras que el análisis de desgaste se realizó para toda la distancia de deslizamiento de cada ensayo. Esto indica que la mayor parte del desgaste del acero se produce durante la primera etapa del ensayo, mientras que durante el resto del mismo el desgaste se mantiene estable. Por otra parte, cabe señalar que la relación existente entre el coeficiente de fricción y el coeficiente de desgaste no tiene por qué ser directamente proporcional. Ambos coeficientes no son propiedades intrínsecas del acero, sino una respuesta a un determinado comportamiento bajo ciertas condiciones de fricción determinadas previamente. La relación existe entre ambos coeficientes es compleja y está relacionada con características del sistema como la rugosidad

superficial, la tenacidad y plasticidad del acero desgastado, la reactividad química de su superficie y, por supuesto, su dureza [20]. Todas estas variables condicionan el desgaste y la fricción en un proceso tribológico, pero la relación entre ellas es muy compleja y muchas veces no se puede reducir a una única ecuación.

4.3. Discusión de los resultados obtenidos.

La selección de la velocidad de deslizamiento y la fuerza normal aplicada condicionan el comportamiento tribológico de todas las series estudiadas. Para comprobarlo, se analizaron varios mapas de desgaste con el fin de comprobar que la velocidad y la fuerza seleccionadas son características de un desgaste de delaminación a velocidades bajas. En la Figura 4.12 se muestra el mapa de desgaste de S. C. Lim y M. F. Ashby [10,18] donde se observa que en el eje de ordenadas izquierdo se representa el valor de la presión aplicada normalizada ("normalised pressure") y en el eje superior de abscisas el valor de la velocidad lineal de deslizamiento ("sliding velocity"), representándose en el eje inferior sus valores normalizados ("normalised velocity").

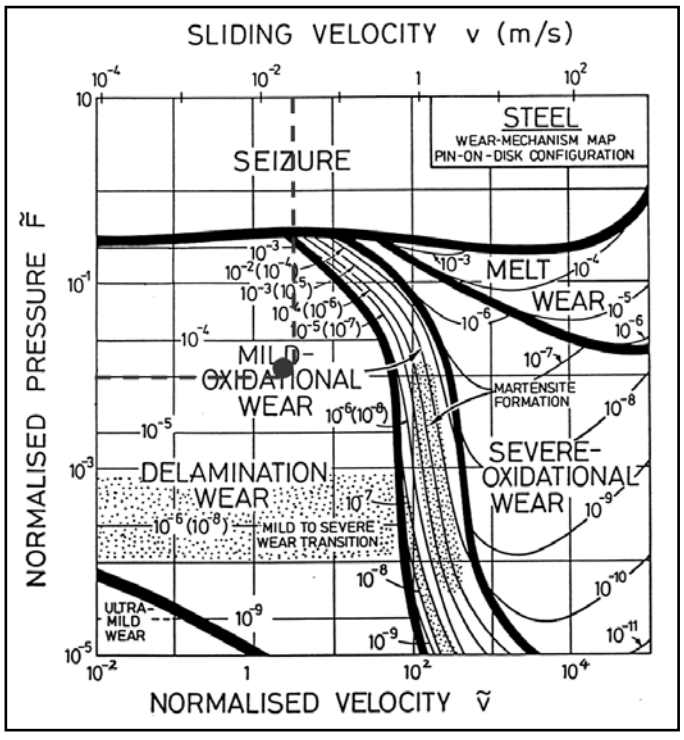

Figura 4.12. Mapa de mecanismos de desgaste para el acero. (*S. C. Lim.* [18])

Para determinar la zona de desgaste del ensayo se seleccionan la fuerza normalizada y la velocidad lineal utilizadas como parámetros constantes en todos los ensayos. La fuerza normal aplicada $\tilde{F}$ tiene una relación directa con la fuerza aplicada (Ec. 4.4) y se relacionan por medio de los valores N, A_n, H_0, que son la fuerza normal aplicada, el área aparente de contacto y la dureza superficial del acero a temperatura ambiente, respectivamente. El mapa

muestra en su interior unos contornos que corresponden a valores constantes normalizados de desgaste por unidad de superficie y de distancia de deslizamiento.

$$\tilde{F} = \frac{N}{A_n H_0} \qquad \text{(Ec. 4.4)}$$

Sustituyendo la fuerza aplicada (5 N), la dureza media obtenida para el acero experimental, antes y después de los tratamientos térmicos (35 y 43 HRC, respectivamente), el área nominal de contacto de la bola de alúmina de 3 mm de radio y una velocidad angular de ensayo de 60 rpm (para un radio de giro fijado en 5 mm) en las anteriores ecuaciones, dan unos valores promedio para la fuerza $\tilde{F}$ y para la velocidad lineal de deslizamiento del orden de 10^{-2} y $4 \cdot 10^{-2}$ $m \cdot s^{-1}$, respectivamente. En la Figura 4.12 se muestra, con un punto rojo, la zona correspondiente al ensayo de los aceros experimental y comercial. En esta zona se observa que actúa, principalmente, un mecanismo suave de oxidación.

Los valores obtenidos para el coeficiente de desgaste de cada una de las series de probetas del acero experimental está dentro de un orden de magnitud razonable [21,22]. Sin embargo, los ensayos se realizaron a la menor velocidad de rotación posible de la máquina de desgaste ya que se pretendía estudiar cada uno de los sistemas de probetas habiendo minimizado el efecto de los óxidos [23,24,25]. El desgaste experimentado en las superficies de las probetas es de tipo oxidativo suave y está originado por el desprendimiento de partículas oxidadas durante el periodo de ensayo. Estas partículas interaccionan de manera abrasiva con otras partículas oxidadas originando nuevos desprendimientos. En la micrografía de la Figura 4.13 realizadas en huellas se observan las líneas características de desgaste abrasivo producido por partículas desprendidas, señaladas por flechas negras.

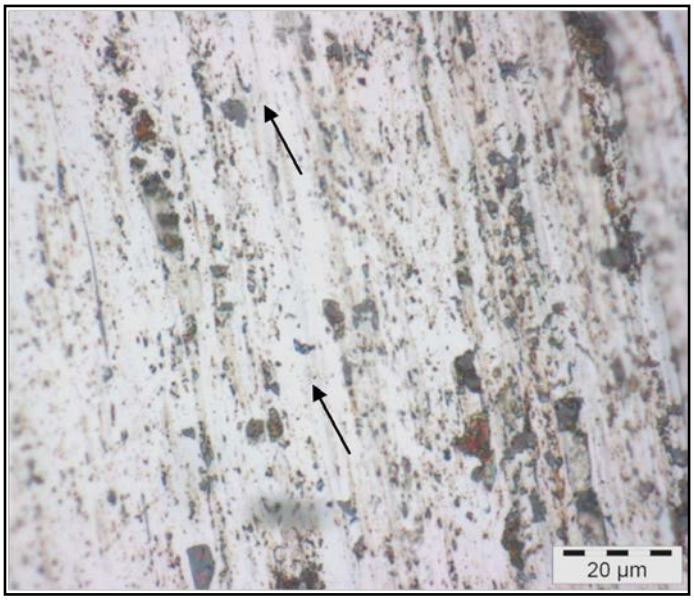

Figura 4.13. Líneas originadas por desgaste abrasivo durante el ensayo.

La fuerza normal y velocidad seleccionadas son lo suficientemente bajas para reducir la oxidación durante el ensayo. Esta reducción de la oxidación implica que bajo estas condiciones de ensayo, el cálculo de los volúmenes de desgaste puede ajustarse mejor a la expresión obtenida de la norma ASTM G99-05-2010 (Ec. 4.2), dentro del error del 1 % establecido, ya que trabajos como el de de C. Choi et al. [26] y el de L. J. O'Donell et al. [27] demostraron que en condiciones de ensayo en las que se reduce la oxidación las huella generadas tienen una forma más simétrica, sin irregularidades, por lo que se puede realizar sus mediciones con mucha mayor precisión.

Por otro lado, hay que discutir si las diferencias observadas en los valores de los coeficientes de fricción y desgaste son acordes con las diferencias de microestructura y dureza entre los aceros de las series. Los resultados obtenidos en el apartado anterior muestran que no hay diferencias significativas entre los coeficientes de fricción de las series analizadas, debido fundamentalmente a que el parámetro fue registrado para los últimos 250 m de ensayo, una vez que la interacción entre la bola de alúmina y la superficie de los aceros entró en una fase estacionaria. En esta situación, se ha observado que el comportamiento a fricción de todas las series de aceros es similar y no se puede concluir ninguna pauta ni tendencia al respecto.

El estudio del comportamiento a desgaste, sin embargo, se ha realizado para toda la distancia de ensayo, por lo que los resultados obtenidos no se refieren sólo a un tramo del mismo. En este caso, sí van a resultar más determinantes las características propias de los aceros de las respectivas series como, por ejemplo, su microestructura y dureza. Los resultados obtenidos mostraron una mejora significativa entre los comportamientos a desgaste del acero experimental, sin y habiendo sido tratado térmicamente, respecto del comportamiento del acero comercial. Esto último indica que sí hay una correlación directa entre la mayor dureza de la microestructura y la resistencia al desgaste [28].

Sin embargo, teniendo en cuenta los valores obtenidos para las series nº 2 y nº 3 no se puede afirmar que el tratamiento térmico aplicado haya influido de manera significativa en la disminución del coeficiente de fricción del acero experimental, aunque sí se haya observado una tendencia de decrecimiento. Por ello, una opción podría ser aumentar la velocidad de enfriamiento en el tratamiento térmico con el fin de conseguir más porcentaje de martensita transformada y, como consecuencia de ello, un valor más alto de dureza. Sin embargo, habría que tener en cuenta dos consideraciones: por un lado, un aumento de la velocidad de enfriamiento podría afectar a la estabilidad dimensional del acero e inducir la formación de microgrietas que afectarían a las propiedades de desgaste del acero experimental en servicio, como se explicó en el capítulo de Estabilidad Dimensional de esta tesis doctoral. Por otro lado, no siempre un aumento de la dureza volumétrica del acero implica un aumento de su resistencia al desgaste, como se ha podido comprobar en los estudios de varios autores que

se muestran a continuación. En ellos se han encontrado casos que demuestran que el comportamiento a desgaste está relacionado, además de con la dureza, con otros factores superficiales.

Efectivamente, la estructura martensítica no siempre muestra el mejor comportamiento frente al desgaste. En el trabajo de H. Ichinose et al. [29], donde se investigaron aceros con microestructura martensítica revenida, se demostró que la resistencia al desgaste era menor que la calculada para aceros con estructura perlítica, debido a la presencia de carburos que habían hecho coalescencia y que tendían a desprenderse de la superficie más fácilmente que si estuvieran dispersos homogéneamente y sin haber coalescido. En el trabajo de J. Kalousek [30] se muestra como aceros con un alto contenido en carbono (0,72 %) producen microestructuras bainíticas con mejor resistencia al desgaste que algunas martensíticas. En estudios más recientes, también se han encontrado ejemplos donde se demuestra una microestructura formada con un valor más bajo de dureza, tiene una resistencia al desgaste mejor que una estructura más dura con fases martensíticas, como en el trabajo de V. K. Gupta et al. [31], donde se demostró que una microestructura de ferrita y perlita, respectivamente, tenía una tasa de desgaste menor que la calculada para microestructuras de martensita con ferrita. En este caso, la microestructura mezcla de ferrita y perlita mostraba un comportamiento al desgaste mejor que la microestructura ferrita-martensita debido a que la adhesión de la martensita a la fase ferrítica era peor que la adhesión de la perlita a la fase ferrítica. La causa principal de este comportamiento estaba relacionada con la diferencia en el coeficiente de expansión térmico [32] de la ferrita y la martensita. Cuando aumenta la temperatura por el aumento de los distintos parámetros de ensayo (distancia de deslizamiento, carga aplicada, velocidad de deslizamiento), la fase martensítica tiende a desprenderse de la superficie con mayor facilidad, a pesar de tratarse de una fase con una dureza elevada.

También hay que reseñar el efecto de mejora de la resistencia al desgaste que tiene la dispersión de microfases o carburos dispersos que actúan como barreras a la propagación de microgrietas. Como se vio en el capítulo de Estabilidad Dimensional, el tamaño pequeño de grano obtenido en el acero experimental, tras aplicarle uno de los procesos térmicos, reflejaba la acción de los carburos de niobio y vanadio sobre su control. Por ello, es interesante analizar algunas referencias y estudios acerca de la acción de partículas de precipitados o microfases dispersas sobre el comportamiento a desgaste de los aceros. En el estudio realizado por L. Xu y N. F. Kennon [33] se demostró que la mayor resistencia al desgaste de la bainita frente a la martensita se debía a la presencia de austenita retenida en la estructura bainítica que actuaba como fase dispersa obstaculizando la propagación de microgrietas de rotura. Estos autores sugirieron que la resistencia al desgaste aumentaba si en la matriz había una dispersión de carburos con una distancia entre sí lo suficientemente pequeña para impedir el avance de las

microgrietas de desgaste, al igual que ocurría con las láminas de ferrita y cementita en la perlita. Finalmente, en la tesis doctoral de C. Pitt [34] se hace mención a investigaciones sobre resistencia al desgaste de microestructuras bainíticas y martensíticas, donde se muestra que la perlita con estructura laminar fina (poca distancia entre las láminas de ferrita y cementita) tienen valores altos de resistencia al desgaste. En definitiva, la acción de partículas y microfases dispersas influye positivamente en la mejora de la resistencia al desgaste de un acero, aunque los datos obtenidos en las series comparativas realizadas y descritas en este capítulo no aseguran que exista una relación causa efecto entre la presencia de carburos de niobio y vanadio en la microestructura, así como la presencia de otras microfases, y una mejora considerable de la resistencia a desgaste del acero experimental tratado.

El acero experimental tiene una potencial aplicabilidad para la elaboración de herramientas para procesos de estampación templada, descrito en el capítulo correspondiente a la Introducción Teórica de esta tesis. El principal objetivo de este capítulo era comprobar la estabilidad y la tendencia de la microestructura martensítica obtenida después del tratamiento térmico, comparada con la del acero experimental sin tratar y la del acero comercial. En los resultados obtenidos se muestra que el tratamiento térmico del acero experimental disminuye ligeramente los valores de su coeficiente de desgaste y de su dispersión respecto de los del acero experimental sin tratar. Sin embargo, esta disminución no es significativa. Por esta razón, hay que pensar en tratamientos térmicos futuros donde se obtengan microestructuras con un mínimo de dureza volumétrica y una dispersión de microfases que aumenten de manera considerable la resistencia al desgaste del acero experimental.

4.4. Conclusiones.

- Para ensayos realizados a una velocidad de 60 revoluciones por minuto (rpm) y una fuerza aplicada de 5 N. El desgaste experimentado en las superficies de las probetas es de tipo oxidativo suave, originado por el desprendimiento de partículas oxidadas durante el periodo de ensayo. Estas partículas interaccionan de manera abrasiva con otras partículas oxidadas originando nuevos desprendimientos.

- Los coeficientes de fricción obtenidos para las series están comprendidos en un rango entre 0,45 y 0,52, se aproximan al medido por otros autores y, según el valor de sus respectivos errores, no tenían diferencias significativas entre ellos. La estabilidad en los valores se debe, fundamentalmente, a que los registros de los coeficientes de fricción fueron realizados para los últimos 250 m de ensayo, una vez que la interacción entre la bola de alúmina y la superficie de los aceros han entrado en una fase estacionaria.

- El coeficiente de desgaste dimensional calculado para el acero experimental sin tratar es mayor [$7 \pm 2) \cdot 10^{-5}$ $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$] pero no tiene una diferencia significativa con el obtenido para el acero tratado térmicamente [$(4{,}8 \pm 0{,}6) \cdot 10^{-5}$ $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$]. En este caso no se puede asegurar que la mayor dureza, por presencia de martensita en la microestructura, sea el único factor que aumenta la resistencia al desgaste del acero ya que existen otros factores, como la dispersión y heterogeneidad de fases, que mejoran aún más su resistencia al desgaste.

- El coeficiente de desgaste del acero experimental tratado térmicamente sí es menor, de manera significativa, que el obtenido para el acero comercial [$(9 \pm 0{,}03) \cdot 10^{-5}$ $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$]. En este último caso, sí se puede afirmar que la mayor dureza del primero (43 HRC), originada por la presencia de martensita en su microestructura, es la causa del mejor comportamiento al desgaste que el del segundo, cuyo bajo valor de dureza (23 HRC) se debe a una microestructura homogénea con presencia de fase ferrítica y bainítica.

- Aún así, los resultados obtenidos en las series no demuestran una mejora considerable del acero experimental tras ser tratado térmicamente. Por ello, el acero experimental debería ser sometido, en base a la bibliografía consultada, a tratamientos térmicos donde se obtengan microestructuras con un mínimo de dureza volumétrica y una dispersión de microfases para mejorar considerablemente su resistencia al desgaste.

4.5. Bibliografía.

[1] H. C. Meng, K. C. Ludema, “Wear models and predictive equations: their form and content”, Wear, Vol. 181-183, Parte 2, pp. 443-457, 1995.

[2] A. J. Chmiel, “Finite element simulation methods for dry sliding wear”, Tesis de Master, Graduate School of Engineering and Management, Air Force Institute of Technology, pp. 1-9, 2008.

[3] P. L. Hurricks, “Some metallurgical factors controlling the adhesive and abrasive wear resistance of steels. A review”, Wear, Vol. 26, Nº. 3, pp. 285-304, 1973.

[4] J. A. Williams, “Wear modelling: analytical, computational and mapping: a continuum mechanics approach”, Wear, Vol. 225-229, Parte 1, pp. 1-17, 1999.

[5] J. A. Williams, “Wear and wear particles—some fundamentals”, Tribology International, Vol. 38, Nº 10, pp. 863-870, 2005.

[6] Norma ASTM G99-2010: “Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on Disc Apparatus”, Ed. ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.

[7] J. Larsen-Basse, “Basic Theory of Solid Friction”, “Solid Friction”, ASM Handbook: Friction, Lubrication, and Wear Technology Vol. 18, Ed. ASM International, Russel Township, Estados Unidos, 1992.

[8] M. A. Gómez, “Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros”, Tesis Doctoral, Departament de Física Aplicada i Òptica, Universitat de Barcelona, 2005.

[9] M. Amiri, M. M. Khonsari, “On the Thermodynamics of Friction and Wear—A review”, Entropy, Vol. 12, pp. 1021-1049, 2010.

[10] S. C. Lim, M. F. Ashby, “Overview Nº 55. Wear-Mechanism Maps”, Acta Metallurgica, Vol. 35, Nº 1, pp. 1-24, 1987.

[11] J. F. Archard, “Contact and rubbing of flat surfaces” Journal of Applied Physics, Vol. 24, Nº 9, pp. 981-988, 1953.

[12] J. H. Tylczak, “Abrasive Wear” ASM Handbook: Friction, Lubrication, and Wear Technology Vol. 18, Ed. ASM International, Russel Township, Estados Unidos, 1992.

[13] K. C. Ludema, “Friction, wear, lubrication: a textbook in tribology” Ed. CRC Press LLC, Boca Ratón, Estados Unidos, 1996.

[14] K. H. Zum-Gahr, “Modeling of two-body abrasive wear”, Wear, Vol. 124, Nº 1, p 87-103,1988.

[15] L. Fang, “FEM computation of groove ridge and Monte Carlo simulation in two-body abrasive wear”, Wear, Vol. 258, Nº. 1-4, pp. 265-274, 2005.

[16] M. M. Khrushchov, “Principles of Abrasive Wear”, Wear, Vol. 28, Nº 1, pp. 69-88, 1974.

[17] Norma UNE-EN-ISO-6508-1-3: “Aceros Metálicos: ensayos de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 3: Calibración de los bloques patrón (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)”, Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.

[18] S. C. Lim. “Recent developments in wear-mechanism maps”, Tribology International, Vol. 31, Nº. 1-3, pp. 87-97, 1998.

[19] G. Pintaude, F. G. Bernardes, M. M. Santos, A. Sinatora, E. Albertin, “Mild and severe wear of steels and cast irons in sliding abrasión”, Wear Vol. 267, Nº. 1-4, pp. 19-25, 2009.

[20] K. Kato, “Wear in relation to friction — a review”, Wear, Vol. 241, Nº 2, pp. 151-157, 2000.

[21] N. Candela, A. López, O. A. Ruano, M. Carsí, “Estudio del desgaste de aceros rápidos pulvimetalúrgicos M3/2 reforzados con carburo de niobio mediante el ensayo pin-on-disk”, Revista de.Metalurgia, Vol. 41, Nº. 5, pp. 351-356, 2005.

[22] A. García, Á. Varela, J. L. Mier, C. Camba, F. Barbadillo, “Estudio tribológico de aceros austeníticos tipo Hadfield: influencia del manganeso en su respuesta frente al desgaste” Revista de.Metalurgia, Vol. 46, Nº. Extra, pp. 47-52, 2010.

[23] O. Barrau, C. Boher, C. Vergne, F. Rezai-Aria, “ Investigations of friction and wear mechanisms of hot forging tool steels”, The use of tool steels: experience and research: Proceedings of the 6th international tooling conference, Karlstad Suecia, 10-13 Septiembre de 2002, Eds. J. Bergström,

G. Fredriksson, M. Johansson, O. Kotik, F. Thuvander, Karlstad University, Suecia, , pp. 95-111, 2002.

[24] H. So, D.S. Yu, C.Y. Chuang, “Formation and wear mechanism of tribo-oxides and the regime of oxidational wear of steel”, Wear, Vol. 253, Nº. 9-10, pp. 1004-1015, 2002.

[25] X. Yu, Z. Jiang, D. Yang, D. Wei, Q. Yang, “Precipitation behavior of magnetite in oxide scale during cooling of microalloyed low carbon steel”, Advanced Aceros Research, Vol. 572, pp. 249-254, 2012.

[26] C. Choi, A. Groseclose, T. Altan, “Estimation of plastic deformation and abrasive wear in warm forging dies”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 202, pp. 1742-1752, 2012.

[27] L. J. O'Donnell, G. M. Michal, F. Ernst, H. Kahn; A. H. Heuer, “Wear maps for low temperature carburised 316L austenitic stainless steel sliding against alumina”, Surface Engineering, Vol. 26, Nº. 4, pp. 284-292, 2010.

[28] P. V. Krishna, R. R. Srikant, M. Iqbal, N. Sriram, “Effect of austempering and martempering on the properties of AISI 52100 steel”, ISRN Tribology, Vol. 2013, Articulo Nº ID 515484, pp. 1-6, 2013.

[29] H. Ichinose, J. Takehara, N Iwasaki, M. Ueda, “An investigation on contact fatigue and wear resistance behaviour in rail steels”, Heavy Haul Railways Conference 1978, 18-22 Septiembre 1978, Perth, Australia, Ed. Institution of Engineers, Perth, Australia, pp. 234-243, 1978.

[30] J. Kalousek, D. M. Fegredo, E. E. Laufer, “The wear resistance and worn metallography of pearlite, bainite and tempered martensite rail steel microstructures of high hardness”, Wear, Vol. 105, Nº 3, pp. 199-222, 1985.

[31] V. Gupta, S. Ray, O. P. Pandey, “Dry sliding wear characteristics of 0.13 wt. % carbon steel”, Materials Science-Poland, Vol. 26, Nº. 3, pp. 617-6 2008.

[32] H. K. D. H Bhadeshia, “Handbook of residual stress and deformation of steel” ASM International, Eds. G. Totten, M. Howes y T. Inoue, Ohio, Estados Unidos, pp. 3-4, 2002.

[33] L. Xu , N. F. Kennon, “A study of the abrasive wear of carbon steels”, Wear, Vol. 148, Nº. 1, pp. 101-112, 1991.

[34] C. Pitt, “Wear and microstructure relationships in carbide-free bainitic rail steel”, Tesis Doctoral, Department of Aceros Science and Metallurgy, University of Cambridge, pp. 26-34, 1999.

CAPÍTULO 5

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES DE DEFORMACIÓN A ALTA TEMPERATURA DEL ACERO EXPERIMENTAL

La mejora del rendimiento de los procesos de deformación de determinados tipos de aceros utilizados en la elaboración de herramientas y componentes de matricería ha sido una de las principales líneas de investigación en los últimos años. Un proceso de deformación de rendimiento alto implica que a una determinada temperatura la transformación del acero sea máxima y el riesgo de formación de grietas sea mínimo. Estos dos factores están influenciados por la temperatura, la tensión, la velocidad de deformación y la deformación inicial del acero.

El objetivo es alcanzar el rango de temperaturas mínimo para conseguir una deformación adecuada con el mínimo riesgo de agrietamiento en el acero experimental. Para ello, es necesario estudiar el comportamiento del acero a altas temperaturas y diferentes velocidades de deformación modelizando el comportamiento del material mediante ecuaciones matemáticas que se ajusten a las condiciones de deformación.

5.1. Introducción Teórica.

5.1.1. Movimiento de dislocaciones durante la deformación plástica.

Una dislocación es un defecto lineal donde la coordinación atómica respecto de un eje (línea de dislocación) es diferente a la coordinación existente en el cristal perfecto. La dirección de la dislocación está definida por su vector (**t**) y la magnitud de la dislocación está asociada a su vector de Burgers (**b**). El vector de Burgers es el desplazamiento atómico producido por la dislocación con respecto a la estructura del cristal perfecto. El vector de Burgers puede ser paralelo a la línea de dislocación (dislocación helicoidal), perpendicular (dislocación en arista) o formar una dirección combinada de ambas (dislocación mixta), como se observa en la Figura 5.1 [1].

El movimiento de una dislocación está confinado en el plano de deslizamiento. Estos planos cristalinos preferentes dependen de la estructura cristalográfica y se caracterizan por ser los que tienen una mayor densidad atómica. El plano de deslizamiento contiene la dirección de la dislocación **t** y el vector de Burgers (**b**). El vector de Burgers y el vector de

dirección de una dislocación en arista forman un único plano de deslizamiento. En las dislocaciones helicoidales, el vector Burgers es paralelo al vector dirección de la dislocación y forma un número infinito de planos de deslizamiento. Por ello, una dislocación helicoidal tiene más opciones de deslizamiento que una dislocación en arista.

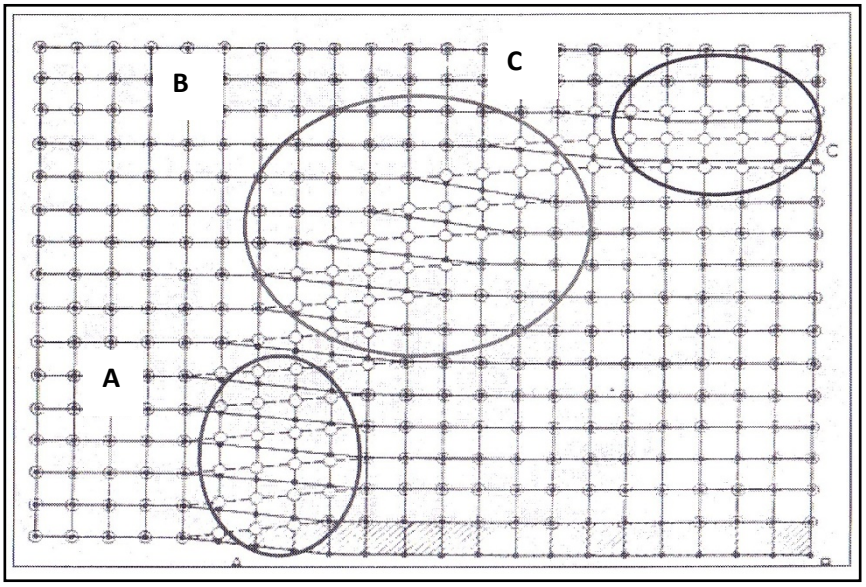

Figura 5.1. Tipos de dislocaciones: A) helicoidal B) mixta y C) en arista (*P. Fernández* [1]).

Las dislocaciones se mueven cuando actúa sobre ellas una fuerza determinada. La dislocación se desliza bajo la acción de una fuerza de cizalla contenida en el plano de deslizamiento y paralela al vector de Burgers. La tensión necesaria para mover una dislocación en su plano de deslizamiento se denomina Tensión de Peierls [2]. Esta tensión crítica τ_c (Ec. 5.1), también denominada Tensión Crítica Resuelta de Cizalla ("Critical Resolved Shear Stress", CRSS), está relacionada con los ángulos que forma la tensión aplicada σ con el plano y la dirección de deslizamiento.

$$CRSS = \tau_R = \sigma \cdot \cos(\phi) \cdot \cos(\lambda) \qquad \text{(Ec. 5.1)}$$

El ángulo ϕ es el formado por la dirección de la tensión aplicada con la normal al plano de deslizamiento. El ángulo λ es el formado entre la dirección e la tensión aplicada y la dirección de deslizamiento (Figura 5.2).

La dislocación siempre se forma en el plano de deslizamiento. Sin embargo, durante su generación se puede encontrar con un obstáculo que obligue a la dislocación a desviarse en otra dirección. Este efecto se denomina movimiento cruzado. El final de la dislocación puede cohabitar en el mismo plano o en un plano paralelo al inicio de la dislocación. En el primer caso, el movimiento cruzado se denomina "kink" y en el segundo caso "jong".

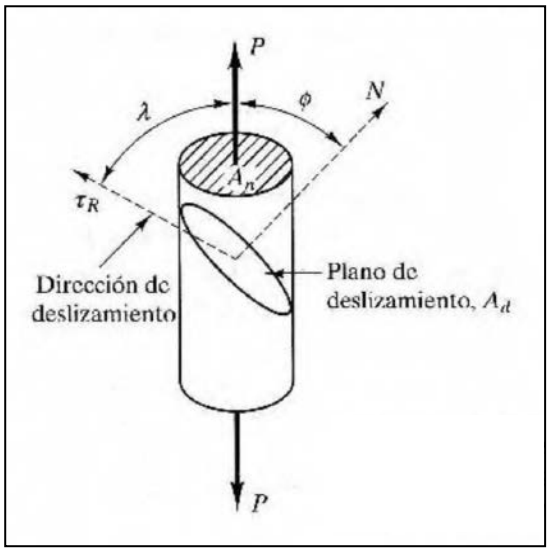

Figura 5.2. Tensión crítica de cizalla. (*P.L. Mangonon.* [2]).

Las dislocaciones interaccionan con obstáculos y otras dislocaciones que las obligan a desviarse o a quedarse bloqueadas. También se puede producir un efecto de aniquilamiento de dislocaciones tras una interacción. El movimiento de dislocaciones está relacionado con los procesos de deformación plástica.

5.1.2. Etapas de la deformación plástica.

La deformación de un material comprende tres etapas distintas: el endurecimiento, ablandamiento o restauración dinámica y la etapa estacionaria. En la etapa de endurecimiento tiene lugar la generación y acumulación de las dislocaciones y los defectos cristalinos. La restauración dinámica se caracteriza por ser una etapa donde se activa la aniquilación y eliminación de dislocaciones y otros defectos. Finalmente, el material alcanza una etapa estacionaria donde se instaura un equilibrio dinámico entre la generación y aniquilación de defectos.

En la Figura 5.3 se muestra un gráfico que representa la tensión verdadera respecto de la deformación verdadera de tres curvas características que representan los tres modos más generales de deformación en un material [3]. En todas las curvas se observan las tres etapas de un proceso de deformación. La diferencia en cada una de ellas está en la manera en que se produce la transición desde la etapa de endurecimiento hasta la etapa de estabilidad. Los modos de deformación se diferencian por el comportamiento del material durante la segunda etapa o etapa de restauración dinámica.

En el primer modo (curva A) se observa una primera fase o estadio donde la tensión varía de manera lineal con la deformación. A medida que la deformación aumenta, en el material se

produce un proceso de restauración dinámica mediante una transición suave y continua hasta alcanzar una tensión estable σ_s.

En la curva B se observa la misma etapa inicial de endurecimiento. Sin embargo, cuando el material se deforma a un valor de ε_P, el material alcanza un máximo de tensión σ_p. A partir de este momento, se activa en el material un proceso de recristalización dinámica que se caracteriza por una bajada brusca de la tensión hasta alcanzar un valor estable σ_{ss}, como se observa en la curva. Este modo se denomina proceso de deformación con recristalización dinámica de pico simple, produciéndose un único ablandamiento. En la curva C se observan sucesivos ablandamientos relacionados con varios procesos de recristalización hasta alcanzar el valor estacionario σ_{ss}. Se trata de un proceso de deformación con recristalización dinámica y comportamiento cíclico.

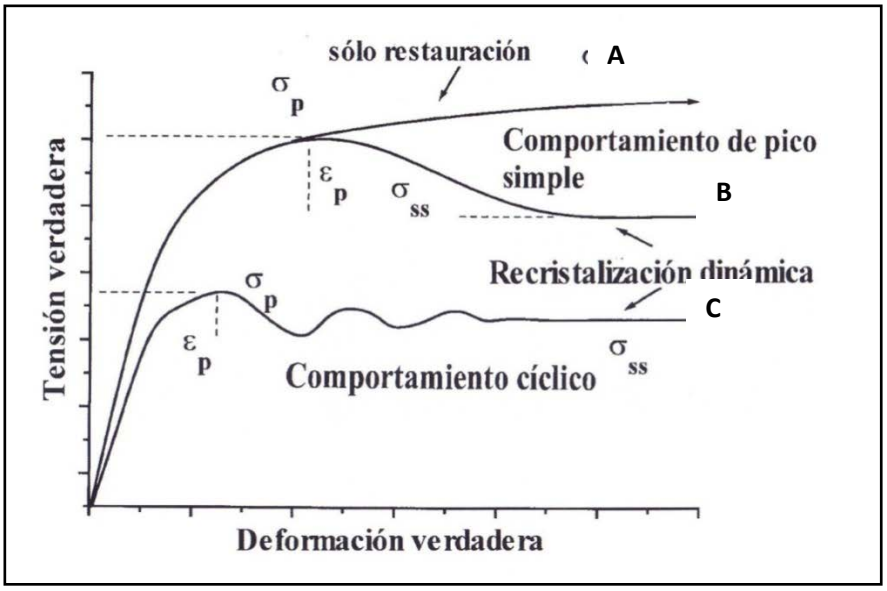

Figura 5.3. Etapas durante la deformación en caliente de un material. A) Deformación con sólo restauración dinámica, B) con recristalización dinámica de pico simple, y C) con recristalización dinámica con comportamiento cíclico (*E. Wahabi.* [3]).

El comportamiento del material durante un proceso de deformación está relacionado con algunas propiedades intrínsecas del material como la naturaleza, la densidad o el comportamiento de los defectos microscópicos. En las siguientes secciones se describen la influencia de los procesos microscópicos en cada una de las etapas de un proceso de deformación.

5.1.2.1. Etapa de endurecimiento.

La etapa de endurecimiento es la primera etapa de la deformación plástica. Se caracteriza por una multiplicación de dislocaciones como consecuencia del acomodo de la red cristalina

con la deformación plástica del material. Las dislocaciones se mueven por la red por deslizamiento y por escalada. A temperaturas bajas, predomina el movimiento de las dislocaciones por deslizamiento sobre los planos más densamente poblados de la estructura cristalográfica (movimiento conservativo). A temperaturas altas, se activa el movimiento de las dislocaciones por difusión de vacantes en direcciones perpendiculares al plano de deslizamiento (movimiento no-conservativo). Ambos mecanismos pueden coexistir a temperaturas altas [3].

5.1.2.2. Restauración dinámica.

Como se ha visto en Figura 5.3, las curvas de tensión y deformación verdadera alcanzan un valor máximo que indica la activación de mecanismos de ablandamiento que se oponen a la creación de dislocaciones y compensan el endurecimiento causado por las mismas.

Los fenómenos de ablandamiento durante el proceso de deformación son la restauración dinámica y la recristalización. El factor que determina la aparición de uno u otro fenómeno es la Energía de Falla de Apilamiento (EFA), cuyas unidades son $mJ \cdot m^{-2}$. Este factor, que es propio de la naturaleza del material, se define como la permisividad de un material al movimiento de dislocaciones a lo largo de su red cristalina. La EFA se calcula a partir del análisis de patrones obtenidos mediante técnicas de difracción [4].

En materiales con una EFA alta (> 90 $mJ \cdot m^{-2}$), característicos de todos los materiales con una estructura cristalina BCC, no se aprecia ninguna bajada de tensión cuando alcanza la tensión máxima. A partir de este punto, el material muestra un comportamiento asintótico hasta alcanzar un valor estable de estado estacionario. Se dice que el material está sometido a un proceso de restauración dinámica. Este proceso se caracteriza por activarse, de manera muy rápida, en el material la aniquilación y el reordenamiento de las dislocaciones, y la formación de subgranos. Los subgranos son estructuras con una densidad de dislocaciones muy bajas que están rodeadas de zonas donde la densidad es mucho más elevada [5]. Los subgranos no tienen estructura de granos cristalinos, por lo que no se puede hablar de una nueva recristalización.

5.1.2.3. Recristalización dinámica.

En los materiales con un valor de EFA por debajo de 10 $mJ \cdot m^{-2}$ [3], que es característico de materiales con una estructura FCC (por ejemplo, la estructura de la austenita en los aceros) se activan procesos de recristalización dinámica. En estos materiales los mecanismos de ablandamiento producidos por la aniquilación de dislocaciones progresan de manera más lenta que los de endurecimiento. Por este motivo, durante la deformación se generan zonas

de alta y baja densidad de dislocaciones que energéticamente favorecen la nucleación y el crecimiento de nuevos granos.

La recristalización dinámica se inicia cuando el material alcanza una deformación crítica (ε_c) que es ligeramente inferior a la tensión de pico ε_p. Según el tipo de acero y del tipo de ensayo (tensión o compresión) el valor (ε_c / ε_p) varía entre 0,61 y 0,72 [3]. En la curva tensión-deformación verdadera, la recristalización se caracteriza por la aparición de una bajada de tensión una vez que se alcanzan la tensión (σ_p) y deformación (ε_p) máximas de pico, como se observaba en las curvas B y C de la Figura 5.3, respectivamente.

La recristalización puede ser de pico simple, curva B de la Figura 5.3, o con comportamiento cíclico, curva C de la Figura 5.3. La razón por la que se produce uno u otro tipo de recristalización fue explicada a partir de los análisis de Luton y Sellars [5,6]. En estos estudios se demostró que la recristalización con comportamiento cíclico se formaba en los materiales cuya deformación necesaria para la activación de la recristalización (ε_c), era mayor que la deformación adicional necesaria para que se complete la recristalización dinámica (ε_x). Todos los granos han completado su crecimiento de manera simultánea y los propios granos recristalizados vuelven a sufrir sucesivos procesos de recristalización cuando se vuelva a alcanzar la deformación crítica ε_c.

En la Figura 5.4.A, obtenida del trabajo de J. M. Cabrera [5] se representa una curva tensión ("stress")-deformación ("strain") verdaderas de un proceso con comportamiento cíclico donde durante el primer ciclo, y a una deformación total ε_s (ε_c + ε_x) se ha completado casi la totalidad de la recristalización (98 %). En la parte inferior se observa un segundo gráfico donde se muestra la variación de la fracción recristalizada ("fraction recrystallised") del material (eje ordenadas) en función de la deformación (eje abscisas). Se observan numerosas curvas que indican como los granos generados completan su recristalización (fracción 1,0) antes de ser sometidos a sucesivos procesos de recristalización.

La recristalización con pico simple se forma cuando ε_c es menor que ε_x. En este caso, la recristalización no se completa de manera simultánea para todos los granos. Antes que se complete la recristalización, las zonas que primero cristalizaron alcanzan una deformación ε_c para iniciar una segunda cristalización. De esta manera, en el material hay más de un ciclo de recristalización activado en etapas diferentes. El valor promedio da lugar a un único pico máximo y a un único ablandamiento. En la Figura 5.4.B se observa un gráfico tensión-deformación verdadero donde se muestra una deformación con pico simple que finaliza cuando se alcanza una deformación total (ε_s) del 98 %.

En la parte inferior del gráfico se muestran, al igual que en la Figura 5.4.A, las curvas correspondientes a fracción de recristalización del material en función de la deformación. Se observa que aun no habiéndose completado la recristalización total (deformación ε_x) se activan nuevos procesos de recristalización a deformaciones ε_c. El proceso final es un

promedio de todos estos estados de recristalización en el material dando lugar a un único pico de ablandamiento. Desde el punto de vista microscópico, la nucleación de la recristalización dinámica tiene lugar de manera idéntica en el caso que sea una recristalización de pico simple o de comportamiento cíclico. Sin embargo, se ha observado que la recristalización de pico simple afina el tamaño de grano, mientras que la de comportamiento cíclico agranda el valor del tamaño de grano original. En la recristalización dinámica de pico simple, la situación energética más favorable corresponde a una situación en el que el tamaño de grano estable, después de la recristalización, debe ser menor que el tamaño de grano inicial. Sin embargo, en el caso de la recristalización con comportamiento cíclico, el tamaño de grano estable es mayor que el inicial.

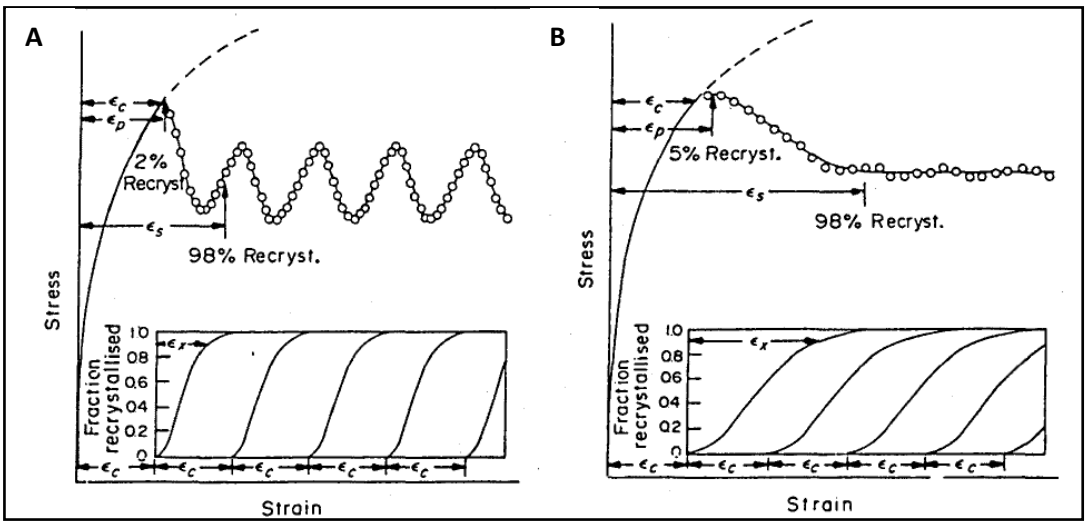

Figura 5.4. Causas de la recristalización dinámica A) con comportamiento cíclico ($\varepsilon_c > \varepsilon_x$) y B) pico simple ($\varepsilon_c < \varepsilon_x$) (*J.M. Cabrera* [5]).

En el caso de la recristalización dinámica de pico simple, la nucleación es a lo largo de las fronteras de grano presentes previamente en el material. A esta tipo de nucleación se le conoce como nucleación en forma de collar ("necklace"), como se muestra en la Figura 5.5. En esta situación, cuando se alcanza la deformación crítica ε_c crece hasta un cierto tamaño. Sin embargo, estos granos se ven parados por el efecto de las dislocaciones generadas durante el endurecimiento. A su vez, se van generando nuevos "necklaces" en zonas del grano sin recristalizar cuando alcanzan la deformación ε_c. La recristalización finaliza cuando se ha alcanzado una deformación total $\varepsilon_s = (\varepsilon_c+\varepsilon_x) \approx \varepsilon_x$.

En el mismo trabajo de J.M. Cabrera, se observa en la Figura 5.6 una nueva curva tensión-deformación verdadera de pico simple donde, en la parte inferior y de manera agrandada, se muestra una curva que representa la reducción del tamaño original del grano (eje de ordenadas) durante el tiempo que dura la recristalización total. Al final, se observa la formación de numerosos frentes de "necklace" logrando reducir el tamaño inicial de grano. En

esta situación, la recristalización es controlada por el factor que ralentiza el proceso, en este caso, el crecimiento de los diferentes “necklaces”.

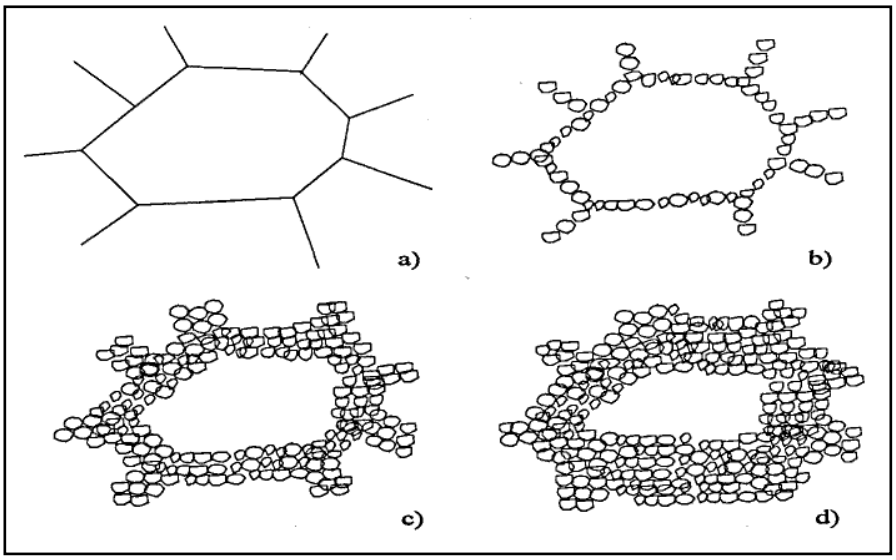

Figura 5.5. Mecanismo de recristalización en pico simple. Formación y evolución (a-d) de los “necklace” durante la recristalización (*J.M. Cabrera.* [5]).

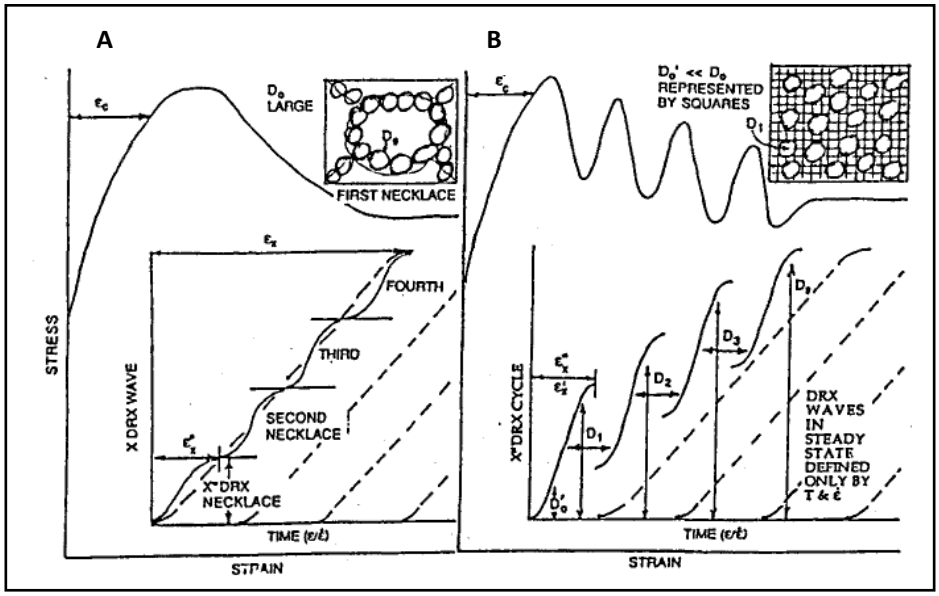

Figura 5.6. Mecanismos de recristalización dinámica A) pico simple: formación de “necklace” y B) comportamiento cíclico, con crecimiento de grano (*J. M. Cabrera.*[5]).

En el caso de la recristalización con comportamiento cíclico, la velocidad de nucleación es muy rápida y los granos recristalizados terminan su crecimiento cuando chocan entre ellos, completándose la primera recristalización total. Una vez recristalizados, y cuando el material alcanza de nuevo la deformación ε_c, se inicia un segundo proceso de nucleación de igual forma que el primero. Como consecuencia, el tamaño de grano va aumentando hasta que alcanza el valor correspondiente al estado estable dando lugar al fin de los ciclos de

recristalización. En la Figura 5.6.B, que corresponde a una curva de un proceso de deformación de comportamiento cíclico, se observa en la parte inferior un gráfico que representa como el tamaño medio de grano (eje de ordenadas) va aumentando a medida que pasa el tiempo (eje de abscisas) y se completan los ciclos de recristalización. En este caso, el tamaño de grano inicial (D_0') es menor al tamaño de grano estable después de la recristalización (D_0) y la nucleación es el factor que ralentiza la recristalización y, por consiguiente, controla el proceso.

5.1.2.4. Etapa de estado estacionario.

El estado estacionario tiene lugar cuando los procesos de endurecimiento se equilibran con los procesos de ablandamiento del material. Se establece un equilibrio dinámico entre la generación y la aniquilación de las dislocaciones, lo cual da lugar a que en el material alcance una tensión estable (σ_{ss}), como se muestra en las Figuras 5.3.B y 5.3.C. Durante esta etapa, a nivel macroscópico el tamaño promedio del grano recristalizado permanece constante, aunque a nivel microscópico siga habiendo crecimientos o afinamiento de granos cristalográficos.

El comportamiento del material durante la etapa estacionaria se puede modelizar matemáticamente por medio de ecuaciones que midan la variación y la relación de las distintas variables del material durante el proceso de deformación. De esta manera, se obtiene información sobre los mecanismos microscópicos de deformación activos en el material, los cuales están relacionados con el campo de tensiones, temperaturas, deformaciones y velocidades de deformación aplicados en el material.

5.1.3. Modelo y mecanismo de deformación asociado a una ley potencial.

Uno de los objetivos principales en el estudio de la deformación de un material a alta temperatura es el análisis de la relación entre las principales variables del proceso con el fin de relacionar los mecanismos de deformación microscópica con leyes generales que den información o base física sobre el proceso de deformación. El principal inconveniente que se presenta es la cantidad de variables y parámetros externos e intrínsecos al material que interaccionan de manera acoplada en el proceso de deformación, no pudiéndose analizar de manera separada la influencia de cada variable.

Para elaborar un determinado modelo matemático es necesario conocer los procesos microscópicos que tienen lugar en el material durante su deformación a alta temperatura. Hasta el momento se sabe que el proceso de deformación está relacionado con la capacidad de las dislocaciones para superar obstáculos. En materiales metálicos policristalinos existen

un gran número de defectos y de grupos de obstáculos que se oponen al avance de otras dislocaciones y que son aniquilados a medida que avanza la deformación, Figura 5.7. Esta aniquilación se produce por dislocaciones que interactúan entre sí mediante dos mecanismos diferentes. El primer mecanismo consiste en un trepado de dislocaciones (generalmente en arista) en el cual el factor que controla el proceso es la difusión de vacantes. El segundo mecanismo es el deslizamiento cruzado de dislocaciones (generalmente helicoidales) y el factor de control es la velocidad de deslizamiento de las dislocaciones. Ambos mecanismos son de restauración dinámica, ya que eliminan dislocaciones, y pueden actuar de manera simultánea. Sin embargo, el primer mecanismo está vinculado con procesos cuya velocidad de deformación está relacionada con la tensión mediante una ley potencial. El segundo mecanismo es característico de procesos cuya velocidad de deformación sigue una ley exponencial respecto de la tensión. A continuación se explican de forma más específica cada uno de los dos modelos.

Durante la deformación a alta temperatura, la ecuación que describe mecanismos microscópicos asociados a escalada de dislocaciones y controlados por la difusión es de tipo potencial y tiene la siguiente expresión (Ec. 5.2)

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^{n}e^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)} \qquad \text{(Ec. 5.2)}$$

donde A es una constante propia del material, Q es una energía de activación, R la constante de los gases y n el exponente para una ley potencial. El valor de la energía Q y el exponente n son los factores que dan información más precisa sobre el mecanismo de deformación y el tipo de difusión dominante de los átomos durante el proceso de deformación del material [7].

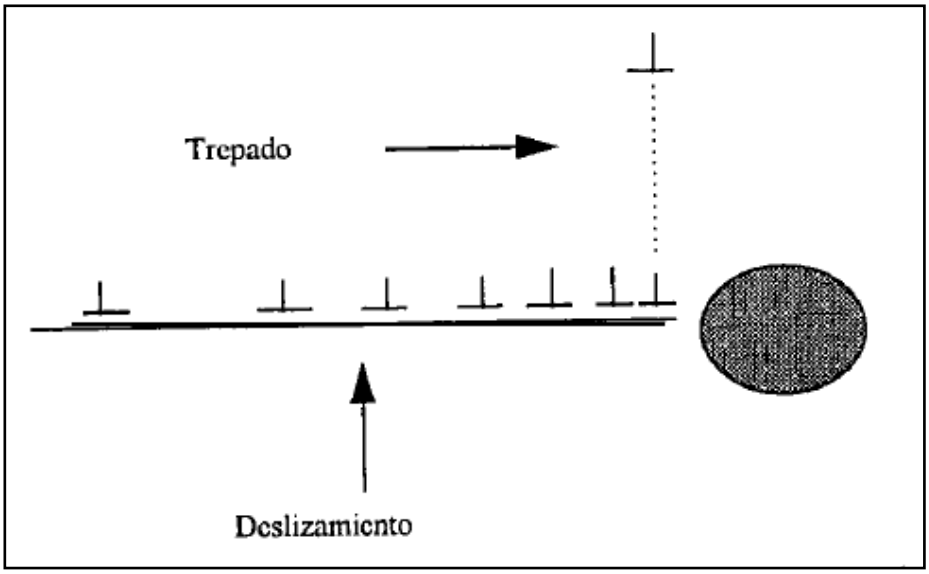

Figura 5.7. Trepado de dislocaciones como consecuencia de la interacción con un obstáculo (*I. Rieiro.* [11]).

Hay mecanismos de deformación asociados a otros procesos físicos diferentes del movimiento de dislocaciones como fluencia difusional o deslizamiento de fronteras de grano. De igual forma, el tipo de difusión está asociada a la difusión de material en los bordes de grano, a través de los defectos lineales o extensivos (“pipedifusion”) o a través de la red cristalina. Cada uno de estos mecanismos y formas difusivas son explicados a continuación [6,7].

5.1.3.1. Fluencia difusional. Mecanismo de Nabarro-Herring.

La fluencia difusional se fundamenta en el mecanismo de Nabarro-Herring, Figura 5.8, y se genera cuando se activan estados de tensión y compresión en dos fronteras de grano continuas, respectivamente. Debido a ello, los átomos emigran desde el grano sometido al esfuerzo de compresión hacia el grano sometido a un esfuerzo de tracción. De igual manera, las vacantes realizan la migración en sentido contrario a los átomos. Este mecanismo es característico en deformaciones a tensiones bajas.

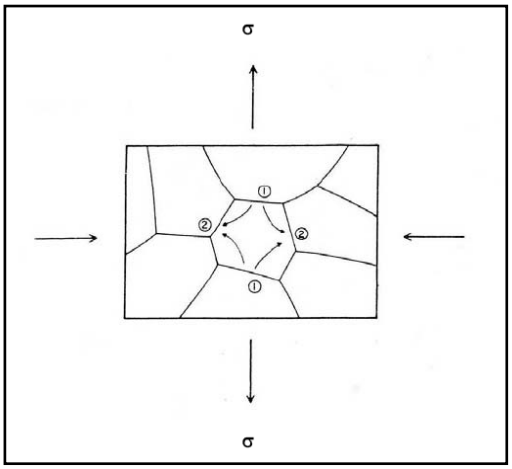

Figura 5.8. Movimiento difusional de vacantes por el mecanismo de Nabarro-Herring (*A. Fernández* [7]).

5.1.3.2. Mecanismo de deslizamiento por fronteras de grano.

Este mecanismo consiste en el deslizamiento de dos granos adyacentes a lo largo de una frontera común. El rango tensiones donde se activa este mecanismo es del mismo orden de magnitud que el correspondiente a mecanismos de fluencia difusional.

El mecanismo está asociado a procesos de superplasticidad y su activación se ve favorecida por un tamaño pequeño de grano (< 10 μm), principalmente. Por otra parte, este mecanismo también se ve favorecido por la distribución uniforme de partículas de segunda fases, carburos fundamentalmente, en el límite de grano y por fronteras de grano de ángulo alto en el material. En este último caso, las fronteras de ángulo alto son zonas de alta

inestabilidad debido a que el ajuste entre los dos granos es prácticamente nulo ya que los enlaces están rotos o fuertemente distorsionados. Esto implica una menor energía para activar el deslizamiento [8].

Existen tres tipos de deslizamiento de frontera de grano. En la Figura 5.9 [9] se observa los tres tipos de deslizamiento entre frontera de grano. A partir de un par de granos estables A y B (A), se observa que las líneas de puntos que conectan el grano a y el grano b se han desplazado por deformación (B), por translación (C) o por rotación (D).

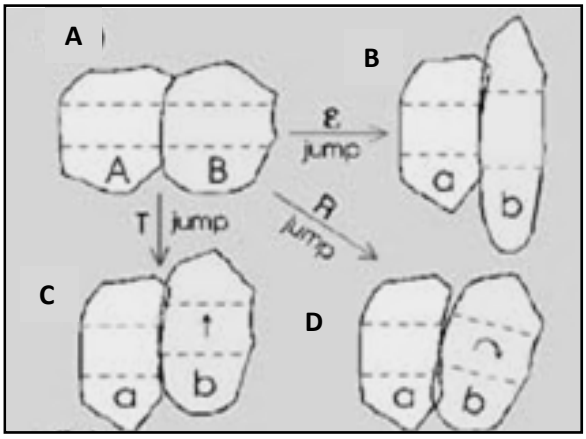

Figura 5.9. Mecanismos de deslizamiento por frontera de grano desde la posición inicial (A) por deformación (B), translación (C) y rotación (D) (*J. H. Ree* [9]).

5.1.3.3. Mecanismo de fluencia por restauración. Movimiento de dislocaciones.

El mecanismo se caracteriza por un proceso inicial de endurecimiento del material por la generación de dislocaciones seguido de la aniquilación y recombinación de estas equilibrando el proceso inicial. La explicación microscópica de este mecanismo está asociada al movimiento combinado de deslizamiento y escalada de dislocaciones por su interacción con obstáculos fijos u otras dislocaciones, como se observa la Figura 5.10.

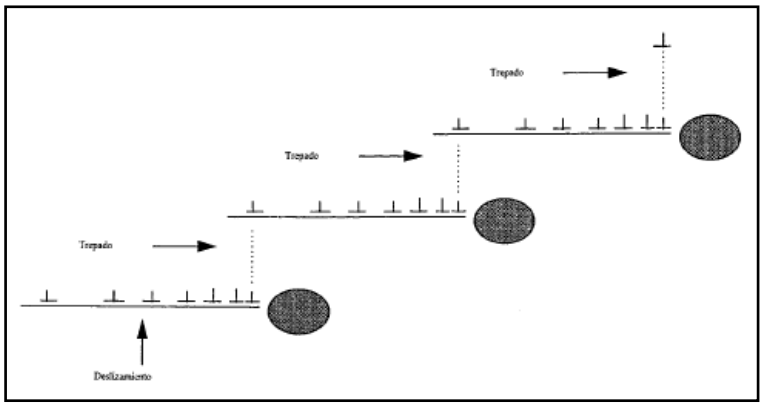

Figura 5.10. Movimiento combinado de trepado y deslizamiento de dislocaciones (*I. Rieiro* [11]).

En el material existe una concentración media de elementos que impiden el avance de dislocaciones e inducen a formar apilamientos de dislocaciones en torno a ellos. Estos apilamientos generan, a su vez, nuevas dislocaciones que interaccionan con las ya existentes formando dislocaciones inmóviles de Lomer-Cotrell [10]. Estas dislocaciones inmóviles actúan de barrera bloqueando el movimiento de las dislocaciones libres. Por otra parte, el apilamiento de dislocaciones genera una tensión perpendicular al plano de deslizamiento que favorece el movimiento de vacantes y átomos a lo largo de dicha dirección, originando un movimiento no-conservativo para las dislocaciones en arista. Este movimiento se caracteriza por localizarse en planos perpendiculares al plano de deslizamiento, definido por la línea de dislocación y por el vector de Burgers de la dislocación, y se denomina trepado o “climbing” de las dislocaciones. La velocidad de deformación está controlada por la velocidad de este trepado de las dislocaciones de arista cuando se encuentran con un obstáculo. Este mecanismo se activa a un rango de tensiones mayor que el requerido para los procesos de fluencia difusional y deslizamiento de grano.

La velocidad de trepado está relacionada con los procesos difusivos de vacantes expresados por el coeficiente de difusión D. Este coeficiente sigue una ley tipo de Arrhenius (Ec. 5.3), donde D_0 es la constante pre-exponencial y Q es la energía de activación asociada a cada proceso de difusión.

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \qquad \text{(Ec. 5.3)}$$

Cuanto mayor sea el valor de Q, menor es la velocidad de difusión para una misma temperatura. Si la difusión atómica se realiza a través de la red, la velocidad de deformación queda determinada por una nueva expresión (Ec. 5.4).

$$\dot{\varepsilon} = 10^{11} \left(\frac{D_R}{b^2}\right) \left(\frac{\sigma}{E}\right)^5 \qquad \text{(Ec. 5.4)}$$

El factor D_R es el coeficiente de autodifusión de los átomos en la red, b es el tamaño del subgrano y E el módulo de Young del material. Si la difusión tiene lugar a través de los núcleos de las dislocaciones (“pipedifusión”), la velocidad de deformación para estos mecanismos se expresa por la siguiente ecuación (Ec. 5.5).

$$\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{12} \left(\frac{D_d}{b^2}\right) \left(\frac{\sigma}{E}\right)^7 \qquad \text{(Ec. 5.5)}$$

En esta ecuación el factor D_d es el coeficiente de difusión a través de las dislocaciones. Se observa que el valor del exponente en la ecuación anterior aumenta en dos unidades respecto al valor del exponente en la ecuación que expresa difusión a través de la red (Ec. 5.4). Esto

significa que, para alcanzar una misma tensión, un proceso de difusión a través del núcleo de las dislocaciones requiere menos velocidad de deformación que un proceso difusivo a través de la red. Cuando la difusión tiene lugar a través de los núcleos de dislocación, el índice n de la ecuación aumenta dos unidades respecto al índice de la ecuación que representa la difusión a través de la red. Por otra parte, la energía de activación Q para procesos de difusión a través del núcleo de dislocaciones tiene un valor más bajo la energía Q para procesos difusivos a través de la red [7] y, por lo tanto, se activarán a menor temperatura que los segundos.

5.1.4. Modelo y mecanismo de deformación asociado a una ley exponencial.

Las leyes potenciales tienen validez hasta un determinado rango de tensiones. A medida que en el material se aumenta su tensión interna se van activando diferentes mecanismos de deformación plástico. A partir de una tensión determinada, la velocidad de deformación no se expresa de forma potencial. Esto significa que se induce un cambio del mecanismo de deformación caracterizado por la ley potencial, denominado “ruptura de la ley potencial”. A tensiones muy elevadas, la expresión que relaciona la velocidad de deformación con la tensión deja de tener forma de ley potencial. La expresión que relaciona la velocidad de deformación con la tensión pasa a ser de tipo exponencial (Ec. 5.6)

$$\dot{\varepsilon} = A' e^{\alpha\sigma} e^{-\left(\frac{Q'}{RT}\right)} \qquad \text{(Ec. 5.6)}$$

donde A’ y α’ son constantes propias del material y Q’ es la energía de activación del proceso de deformación para una ley exponencial. La relación exponencial entre la velocidad de deformación y la tensión implica un cambio en el mecanismo de deformación, que deja de estar controlado por difusión o deslizamiento de grano y pasa a estarlo por deslizamiento cruzado de dislocaciones [11].

Cuando en el material alcanza una tensión determinada, se activa un nuevo mecanismo de deformación controlado por procesos de deslizamiento cruzado de dislocaciones, como se observa en la Figura 5.11. Una dislocación en arista se desliza a través de un plano (P_1) que contienen al vector de Burgers de la dislocación. Cuando la dislocación interacciona con un obstáculo pequeño, el cambio en la tensión obliga a la dislocación a deslizarse por un plano adyacente (P_2) al anterior que también contiene al vector de Burgers de la dislocación. El deslizamiento cruzado requiere una energía de activación mayor que la requerida para procesos difusivos.

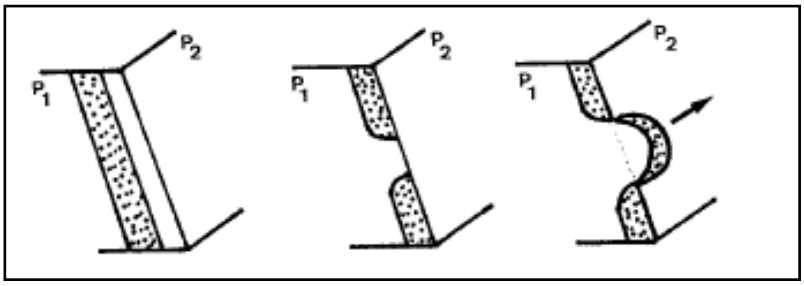

Figura 5.11. Deslizamiento cruzado de una dislocación en arista (*I. Rieiro* [11]).

5.1.5. Modelo de aproximación a una ley de tipo seno hiperbólico (Ecuación de Garofalo).

La dependencia del mecanismo de deformación con el campo de tensiones activado en el material hace necesario encontrar una ecuación que abarque el estudio de la deformación en un rango amplio de tensiones. Por ello, durante los últimos años se han desarrollado varios modelos con el objetivo de encontrar una ecuación que relacione, con una fiabilidad alta y para un rango amplio de valores, la velocidad de deformación con la tensión. Entre todos los modelos destaca el que propuso F. Garofalo [3,5,11,12] para un rango elevado de tensiones (Ec. 5.7).

$$\dot{\varepsilon} = A'' \left[[\mathrm{senh}(\alpha\sigma)]^{n_G} e^{\left(\frac{-Q''}{RT}\right)} \right] \qquad \text{(Ec. 5.7)}$$

El valor Q'' es la energía de activación del proceso. Su valor indica la energía promedio necesaria para activar un determinado mecanismo microscópico. Bajo determinadas condiciones, su valor se aproxima al de la energía de activación necesario para la autodifusión de los átomos en el material. Para ajustar esta ecuación es posible utilizar la tensión pico σ_p correspondiente a la tensión máxima durante la deformación cuando tiene lugar un proceso de recristalización dinámica y el régimen estacionario se alcanza a deformaciones relativamente bajas [13]. El parámetro n_G es el exponente de la ecuación de Garofalo, y no coincide con el exponente n correspondiente a una ley de tipo potencial. El exponente n_G no ofrece, de manera explícita, información sobre el tipo de mecanismo de deformación durante el proceso de deformación del material, al contrario de lo que ocurría con el exponente n de la ley potencial. Los factores A'' y α son constantes propias del material, relacionadas de forma compleja con propiedades características del mismo como factores de estructura o constantes mecánicas [6,11]. El factor α determina la tensión límite donde la ecuación de Garofalo se puede aproximar a una ley potencial o a una ley exponencial con un determinado error.

La ecuación de Garofalo (Ec. 5.7) relaciona la velocidad de deformación con la tensión y la temperatura. En muchos ensayos de deformación, la velocidad de deformación y la temperatura son parámetros que se controlan externamente. Por ello, es útil buscar una función para la deformación que contenga como variables explícitas la velocidad de deformación y la temperatura y así poder analizar de manera directa el efecto que tienen la variación de ambas sobre la deformación. Si en la ecuación de Garofalo se despeja el término exponencial al lado izquierdo de la ecuación, se obtiene una nueva expresión denominada parámetro de Zener-Hollomon (Z) (Ec. 5.8) que tiene como variables explícitas la velocidad de deformación ε̇ y la temperatura T del material.

$$Z = \dot{\varepsilon} e^{Q''/RT} = A''[\mathrm{senh}(\alpha\sigma)]^{n_G} \qquad \text{(Ec. 5.8)}$$

5.1.5.1. Aproximación de la ecuación de Garofalo a una ley potencial.

La necesidad de obtener una ecuación que englobe rangos amplios de tensiones es el objetivo del uso de la ecuación de Garofalo, descrita anteriormente (Ec. 5.7). La característica de esta ecuación es que se puede aproximar a una ley potencial para tensiones bajas y a una ley exponencial para tensiones altas [11]. La explicación está en el hecho de que el término senh($\alpha\sigma$) se puede desarrollar en forma de serie de potencias con un radio de convergencia (Ec. 5.9). Los primeros términos de la serie son únicamente significativos para bajas tensiones ($\alpha\sigma \rightarrow 0$). Si se eligen los dos primeros términos de la serie (Ecs. 5.10 y 5.11) y se desprecian los demás, la velocidad de deformación se aproxima a una nueva función. Para esta nueva función, el valor Q'' se anota como Q y el valor A'' como A.

$$\mathrm{senh}(\alpha\sigma) = \sum_{k=0}^{k=\infty} \frac{(\alpha\sigma)^{2k+1}}{(2k+1)!} \rightarrow \gamma|\alpha\sigma| \qquad \text{(Ec. 5.9)}$$

$$\dot{\varepsilon}_0 = A(\alpha\sigma)^{n_G}\left[e^{-\left(\frac{Q}{RT}\right)}\right] \qquad \text{(Ec. 5.10)}$$

$$\dot{\varepsilon}_1 = A\left[(\alpha\sigma)^{n_G} + n_G\left(\frac{1}{6}\right)(\alpha\sigma)^{n_G+2}\right]\left(e^{-\left(\frac{Q}{RT}\right)}\right) \qquad \text{(Ec. 5.11)}$$

El error inferior relativo E_{ri} (Ec. 5.12) se establece de manera arbitraria para un valor máximo del 5 %. Desarrollando esta expresión, despejando el factor ($\alpha\sigma$) y para un error relativo menor que el 5% ($E_{ri} < 0{,}05$), se obtiene la condición que tienen que cumplir las tensiones para que la ecuación de Garofalo se pueda aproximar a una ley potencial (Ecs. 5.13-5.14).

$$E_{ri} = \left(\frac{\dot{\varepsilon}_1 - \dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}_1}\right) \qquad \text{(Ec. 5.12)}$$

$$E_{ri} = \left(\frac{\dot{\varepsilon}_1 - \dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}_1}\right) = \left[\frac{n_G (\alpha\sigma)^2}{6+n_G(\alpha\sigma)^2}\right] \quad \text{(Ec. 5.13)}$$

$$(\alpha\sigma) < \sqrt{\left[\frac{6E_{ri}}{n_G(1-E_{ri})}\right]} \rightarrow (\alpha\sigma) \leq \sqrt{\left[\frac{0,3}{0,95n_G}\right]} \quad \text{(Ec. 5.14)}$$

Se observa que el valor límite para la tensión depende del índice n_G y del coeficiente α obtenido en el ajuste de los datos experimentales. En esta aproximación el índice n_G sí se puede relacionar con el exponente n de una ley potencial cuyo valor sí tiene un significado físico que está asociado a los mecanismos de deformación [14].

5.1.5.2. Aproximación de la ecuación de Garofalo a una ley exponencial.

La ecuación de Garofalo (Ec. 5.7) se aproxima a una ley exponencial (Ec. 5.6) para un rango de tensiones elevadas. Ahora los valores Q'' y A'' son los que se denotan como Q y A, respectivamente. Si el valor del término senh($\alpha\sigma$) se iguala a su expresión característica en forma exponencial, la velocidad de deformación se aproxima a un término exponencial y el error superior relativo (E_{rs}) se fija, de manera arbitraria, para un 5 % (Ecs. 5.15-5.19), la condición que tienen que cumplir las tensiones para que la ecuación de Garofalo se aproxime a una ley exponencial se obtienen despejando el factor $\alpha\sigma$ de la expresión resultante (Ec. 5.20).

$$\text{senh}(\alpha\sigma) = \frac{e^{\alpha\sigma} - e^{-(\alpha\sigma)}}{2} \quad \text{(Ec. 5.15)}$$

$$\dot{\varepsilon} = A\left[\frac{e^{\alpha\sigma} - e^{-(\alpha\sigma)}}{2}\right]^{n_G}\left(e^{\frac{-Q}{RT}}\right) \quad \text{(Ec. 5.16)}$$

$$\text{senh}(\alpha\sigma) \approx \left[\frac{e^{\alpha\sigma}}{2}\right] \quad \text{(Ec. 5.17)}$$

$$\dot{\varepsilon}'_0 = A\left[\frac{e^{\alpha\sigma}}{2}\right]^{n_G}\left(e^{\frac{-Q}{RT}}\right) \quad \text{(Ec. 5.18)}$$

$$E_{rs} = \frac{(\dot{\varepsilon}'_0 - \dot{\varepsilon})}{\dot{\varepsilon}} = \frac{-\left(\left[1-e^{-2\alpha\sigma}\right]^{n_G}\right)+1}{\left[1-e^{-2\alpha\sigma}\right]^{n_G}} \quad \text{(Ec. 5.19)}$$

$$\alpha\sigma > \ln\sqrt{\frac{1}{\left[1-\frac{1}{\sqrt[n_G]{1+E_{rs}}}\right]}} = \ln\sqrt{\frac{1}{\left[1-\frac{1}{\sqrt[n_G]{1,05}}\right]}} \quad \text{(Ec. 5.20)}$$

5.1.6. Criterios para la elaboración de mapas de estabilidad.

El proceso de deformación de un material depende del control de las variables de trabajo (velocidad de deformación, temperatura, tensión, deformación) y del diseño de las diferentes etapas y secuencias de trabajo. El proceso se ve amenazado por la aparición de inestabilidades plásticas (fluencia localizada, cavidades, bandas de cizalladura o agrietamiento intergranular, por ejemplo) si la selección de las variables de trabajo no es óptima [15]. Se hace necesario disponer de criterios energéticos para determinar que rangos de variables son los más óptimos para el proceso de deformación.

5.1.6.1. Criterios energéticos e integrales G y J. Factores de eficiencia η_G y η_J.

La estabilidad plástica de un material se determina a partir de criterios energéticos que tienen como base el uso de las integrales G y J, ya que estas integrales están relacionadas con la energía utilizada por el material durante el proceso de deformación.

La integral G, o contenido disipador (Ec. 5.21), es la energía por unidad de tiempo asociada al propio movimiento de las dislocaciones durante la deformación. Estos movimientos no producen cambios microestructurales en el material, pero si generan calor que se disipa a través del material. La integral se calcula desde cero hasta una velocidad de deformación promedio $\bar{\dot{\varepsilon}}$.

$$G = \int_0^{\bar{\dot{\varepsilon}}} \sigma d\dot{\varepsilon} \qquad \text{(Ec. 5.21)}$$

La energía por unidad de tiempo asociada con cambios microestructurales internos del material (fluencia difusional, cambios de fase inducida por tensión, formación de cavidades) está relacionada con la integral J o co-contenido disipador. Su integral, calculada desde cero hasta un valor promedio $\bar{\sigma}$ (Ec. 5.22).

$$J = \int_0^{\bar{\sigma}} \dot{\varepsilon}\, d\sigma \qquad \text{(Ec. 5.22)}$$

Los valores G y J se normalizan para obtener factores que describan la importancia de cada integral respecto de la energía total aplicada, ya que la suma de ambos términos da la energía total por unidad de tiempo suministrada al sistema. Los factores de eficiencia η_G y η_J miden el porcentaje de la energía total aplicada utilizada para el movimiento de dislocaciones y los cambios microestructurales, respectivamente (Ecs. 5.23 y 5.24).

$$\eta_G = \frac{G}{G+J} \qquad \text{(Ec. 5.23)}$$

$$\eta_J = \frac{J}{G+J} \qquad \text{(Ec. 5.24)}$$

El valor del factor η_J indica la eficiencia durante el proceso de deformación y su valor máximo está acotado superiormente. Esto es debido a que el valor máximo de la integral J (J_{max}) sólo puede igualarse al valor mínimo de la integral G (G_{min}), ya que la velocidad de disipación de defectos y dislocaciones no puede ser mayor que la velocidad de generación de dislocaciones [3,14,15]. Cuando se alcanza el valor J_{max}, la generación de cambios microestructurales internos (cambios de fase o formación de cavidades, por ejemplo) es máxima (Ec. 5.25). En consecuencia, los procesos de deformación realizados para una determinada velocidad de deformación, temperatura y tensión serán más eficientes cuanto más se aproxime el valor del factor η_J al 50 %.

$$\eta_{J máx} = \frac{J_{máx}}{G_{min} + J_{máx}} \leq \frac{1}{2} \qquad \text{(Ec. 5.25)}$$

El factor η_J define la eficiencia en el proceso de deformación desde un punto de vista energético. Sin embargo, es necesario disponer de criterios de estabilidad mecánica para determinar los rangos de tensiones, temperaturas y velocidades de deformación que minimicen el riesgo de aparición de grietas y defectos durante la deformación.

5.1.6.2. Criterios de estabilidad mecánica de Liapunov. Factores m y s.

Los criterios de estabilidad mecánica indican el rango de velocidades de deformación y temperaturas donde el material no presenta riesgo de rotura durante la deformación. El origen de la inestabilidad tiene una naturaleza mecánica y otra térmica, por lo que se han desarrollado funciones que estudian la influencia de la velocidad de deformación y de la temperatura durante el proceso de deformación. Estas funciones son el coeficiente de sensibilidad (m) y el factor de entropía (s) (Ecs. 5.26 y 5.27, respectivamente).

$$m = \frac{(\partial \ln \sigma)}{\partial \dot{\varepsilon}}_{T,\varepsilon} = \left(\frac{\partial J}{\partial G}\right)_{T,\varepsilon} = \left(\frac{1}{n}\right) \qquad \text{(Ec. 5.26)}$$

$$s = \frac{S^{producida}}{S^{aportada}} = \left(\frac{1}{T}\right)\left[\frac{\partial \ln \sigma}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)}\right] \qquad \text{(Ec. 5.27)}$$

El coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación m indica la variación del campo de tensiones de un material respecto a su velocidad de deformación. El factor m también es

igual a la derivada de la integral J respecto de la integral G a temperatura y deformación constantes (Ec. 5.26). Este coeficiente determina la influencia de la velocidad de deformación sobre la capacidad de transformación interna del material y la estabilidad mecánica del material. En la ecuación se observa que el exponente n, característico de las ecuaciones que siguen una ley potencial, está relacionado con este factor. El factor o función de entropía s es la relación entra la entropía producida y la entropía aportada al sistema durante el proceso de deformación (Ec. 5.27), y su valor depende del valor inverso de la temperatura. Su análisis sirve para evaluar la influencia de la temperatura sobre la estabilidad mecánica del material. En situación estacionaria, el valor de la función s tiene que ser siempre mayor que la unidad [14].

Las funciones m y s responden a los criterios de estabilidad de Liapunov [16,17]. Los criterios establecen que las variaciones en la velocidad de deformación implican una disminución del valor de las funciones m y s en el entorno de un punto estable. Por lo tanto, a medida que aumente la estabilidad mecánica de la zona de trabajo, los valores de las derivadas de ambas funciones respecto de la velocidad de deformación tenderán a ser más negativos. El análisis matemático de estas funciones determina las zonas de máxima estabilidad mecánica del material durante el proceso de deformación.

El Primer Criterio de Liapunov determina las temperaturas y velocidades que minimizan la inestabilidad mecánica relacionada con la activación del propio campo de velocidades de deformación en el material. Este criterio se expresa a partir del factor m (Ec. 5.28).

$$\frac{\delta m}{\delta \ln \dot{\varepsilon}} < 0 \qquad \text{(Ec. 5.28)}$$

El Segundo Criterio de Liapunov determina las temperaturas y velocidades que minimizan la inestabilidad mecánica asociada a la variación térmica en el material durante el proceso de deformación. En este caso se utiliza como función de Liapunov el factor s (Ec. 5.29).

$$\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}} < 0 \qquad \text{(Ec. 5.29)}$$

5.1.7. Aplicación de la ecuación de Garofalo al estudio de la eficiencia energética y estabilidad mecánica.

El estudio de la eficiencia energética y la estabilidad mecánica de un material durante su proceso de deformación utiliza las ecuaciones que relacionan la velocidad de deformación, la deformación, la temperatura y la tensión. Entre todas ellas, la ecuación de Garofalo es muy útil para determinar criterios de eficiencia energética y estabilidad mecánica ya que engloba un rango amplio de tensiones, mucho mayor que los rangos donde son válidas la ley potencial

y la ley exponencial. Por eso, a la hora de estudiar las zonas de máxima eficiencia y estabilidad durante el proceso de deformación, se utiliza la ecuación de Garofalo para calcular las integrales G y J y sus factores η_G y η_J . De igual forma se utiliza la ecuación de Garofalo para obtener los valores m y s y poder determinar, mediante los criterios de Liapunov, las zonas de estabilidad mecánica durante el proceso de deformación del material.

La integral asociada a los cambios microestructurales durante el proceso de deformación es la integral J. Si se introduce en ella la ecuación de Garofalo, la integral J adquiere una nueva forma (Ec. 5.30).

$$J = \int_0^{\sigma} \dot{\varepsilon}\, d\sigma = \int_0^{\sigma} A\left[[\mathrm{senh}(\sigma)]^{n_G} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)\right] d\sigma \qquad \text{(Ec. 5.30)}$$

El valor del factor de eficiencia η_J indica la cantidad de energía que se ha invertido en producir cambios microestructurales en el material respecto de la cantidad total necesaria para el proceso de deformación. Si la velocidad de deformación del material obedece a una ley de Garofalo, el factor de eficiencia η_J y el valor de la sensibilidad diferencial m_G también adquieren nuevas formas (Ecs. 5.31-5.32, respectivamente).

$$\eta_J = \frac{1}{\dot{\varepsilon} n_G \mathrm{arcsenh}[(\dot{\varepsilon} e^{Q/RT}/A)^{1/n_G}]} \int_0^{\dot{\varepsilon}} \frac{1}{\sqrt{1+\left(\frac{\dot{\varepsilon} e^{Q/RT}}{A}\right)^{-2/n_G}}} d\varepsilon \qquad \text{(Ec. 5.31)}$$

$$m_G = \frac{(\partial \ln \sigma)}{\partial \dot{\varepsilon}}_{T,\varepsilon} = \left(\frac{\partial J}{\partial G}\right)_{T,\varepsilon} = \left(\frac{1}{n_G}\right)\frac{\tanh(\alpha\sigma)}{\alpha\sigma} \qquad \text{(Ec. 5.32)}$$

Se observa que el inverso del factor n_G aparece multiplicando a un término tangencial. El valor tangencial tiende a cero cuando el producto ($\alpha\sigma$) tiende a cero (bajas tensiones). Si el valor tangencial tiende a cero, entonces la sensibilidad diferencial m se aproxima al valor inverso del coeficiente n_G (Ec. 5.33).

$$\lim_{\alpha\sigma \to 0} m_G = \left(\frac{1}{n_G}\right) \qquad \text{(Ec. 5.33)}$$

El valor de la entropía o coeficiente s es una función que indica cómo afecta a la estabilidad energética del material los efectos térmicos que tienen lugar durante un proceso termomecánico. En un material cuyo comportamiento durante la deformación responda a una ley de Garofalo, el valor del coeficiente correspondiente s_G adopta también una nueva expresión (Ec. 5.34). Se observa como aparece en la función s_G el inverso de la temperatura.

$$s_G = \left(\frac{Q''}{n_G RT}\right)\left(\frac{\tanh(\alpha\sigma)}{\alpha\sigma}\right) \qquad \text{(Ec. 5.34)}$$

Una vez obtenidos las funciones m_G y s_G, se aplican los dos criterios de Liapunov descritos en la sección anterior con el fin de obtener los rangos de velocidades de deformación y temperaturas donde el proceso de deformación sea más estable. De esta forma, se obtiene la seguridad de que no van a aparecer grietas ni ningún otro defecto que amenacen la estabilidad del acero durante su proceso de deformación a alta temperatura.

5.2. Desarrollo experimental y análisis de resultados.

5.2.1. Desarrollo experimental de los ensayos de compresión y tracción a alta temperatura.

Los ensayos de compresión y tracción a alta temperatura se describieron en el apartado 9 del capítulo correspondiente al Método Experimental de esta tesis doctoral. A modo de resumen, este tipo de ensayos simulan condiciones de deformación y temperatura características de procesos de deformación como forja, extrusión o laminación en caliente. Por otra parte, durante los ensayos hay variaciones de temperatura que pueden afectar al carácter isotérmico de la deformación, por lo que hay que realizar, si procede, correcciones de los datos obtenidos.

Un aspecto importante en el ensayo compresión es el control de la velocidad de deformación. El dispositivo de compresión avanza una distancia $\Delta h = h_0 - h$, donde h_0 y h son las longitudes inicial e instantánea de la probeta, respectivamente, por lo que se obtiene la expresión final que relaciona el movimiento externo del pistón de compresión con la velocidad de deformación (Ecs. 5.35-5.37).

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h}{h_0}\right) = \ln\left(\frac{h_0-\Delta h}{h_0}\right) \qquad \text{(Ec. 5.35)}$$

$$\varepsilon = \dot{\varepsilon}\, t \qquad \text{(Ec. 5.36)}$$

$$\Delta h = h_0\left[1-e^{\dot{\varepsilon}t}\right] \qquad \text{(Ec. 5.37)}$$

Como se ha mencionado anteriormente, en este tipo de ensayos la estabilidad de la temperatura programada se ve afectada por subidas y bajadas. Las subidas se deben, principalmente, al calor adiabático producido por la deformación y las bajadas a una mayor disipación del calor como consecuencia del aumento de las áreas deformadas de la probeta. Por estos motivos, hay que realizar correcciones en los valores obtenidos de tensión (Ec. 5.38). En esta expresión se obtiene el valor corregido σ' respecto del experimental ($\sigma_{exp.}$), siendo T_{exp} la temperatura experimental de la probeta y ΔT la variación con respecto de la

temperatura prefijada de ensayo T_0 para una deformación y velocidad de deformación constante.

$$\sigma_{exp.} - \sigma' = \Delta\sigma = \left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{\varepsilon,\dot{\varepsilon}} (T_0 - T_{exp}) = \left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{\varepsilon,\dot{\varepsilon}} \Delta T \qquad \text{(Ec. 5.38)}$$

Los ensayos de tracción a alta temperatura, a diferencia de los de compresión, se realizan a velocidades de deformación más bajas. Estos ensayos son isotérmicos y la velocidad de control $V_{control}$ viene dada por la ecuación 5.39, donde l_0 es la longitud inicial de la probeta. En estos ensayos el calor disipado es despreciable ya que las velocidades de deformación aplicadas son muy bajas. De esta forma, no se suelen realizan correcciones ni de la temperatura ni de la tensión.

$$V_{control} = \dot{\varepsilon}\, l_0\, e^{-\dot{\varepsilon}t} \qquad \text{(Ec. 5.39)}$$

El material utilizado en los ensayos de compresión y tracción son probetas hechas con el acero experimental. En primer lugar hay que demostrar que el rango de temperaturas utilizado en la realización de los ensayos cumple la relación $(T/T_f) > 0{,}5$, donde T_f es la temperatura de fusión del acero experimental. La temperatura de fusión del acero se ha calculado con la ecuación de Van Laar-Bowen [18]. Para el acero experimental, la aplicación de la ecuación de Van Laar-Bowen determinó una temperatura de fusión de 1769 ºC. Para el rango de temperaturas entre 900 y 1200 ºC, la relación T/T_f está comprendida entre 0,5 y 0,7 respectivamente. Esta relación asegura que los ensayos de tensión y tensión se realizaron, según este criterio, a temperaturas altas.

5.2.2. Ensayos de compresión a alta temperatura a diferentes velocidades.

Las probetas utilizadas en los ensayos de compresión a alta temperatura fueron cilindros de acero experimental. Los ensayos se realizaron en una máquina Geeble® 3800 para unas temperaturas prefijadas de ensayo de 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC y para unas velocidades de deformación de 2, 5, 10 y 20 s^{-1}. Se determinó, en cada tipo de ensayo, el inicio de la deformación y del enfriamiento en función del porcentaje de tiempo de ensayo transcurrido. De igual forma, para cada ensayo fue medido el valor de tensión máxima o tensión de pico σ_p con su correspondiente deformación ε_p, y se registró la temperatura de la probeta a la cual se alcanzó dicho máximo de tensión, con el fin de analizar su variación respecto de la temperatura prefijada del correspondiente ensayo. Los errores directos en el registro de la tensión y de la deformación fueron despreciables en todos los ensayos realizados.

5.2.2.1. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 2\ s^{-1}$.

Para una velocidad de deformación de 2 s^{-1}, Figura 5.12.A-E, se comprueba que para todas las temperaturas prefijadas de ensayo la deformación comienza cuando ha transcurrido un porcentaje de tiempo de ensayo entre el 50 y 60 %. Sin embargo, para temperaturas prefijadas de ensayo de 1000, 1050 y 1100 ºC se observó que el enfriamiento de la probeta comenzó cuando transcurrió un tiempo de ensayo en torno al 65 %, mientras que en los ensayos prefijados a 1100 y 1200 ºC comenzó, prácticamente, con el inicio de la deformación (el desfase se señala en las curvas con una pequeña flecha roja). Los gráficos de la derecha, Figura 5.12.F-J, muestran los tramos de las curvas tensión-deformación donde se alcanza el valor máximo de tensión o tensión de pico σ_p con su correspondiente deformación ε_p. Se observó un decrecimiento del valor máximo de tensión a medida que aumenta la temperatura del ensayo. Los valores obtenidos de tensión máxima σ_p fueron de -174, -150, -127 -107 y -99 MPa para 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC, respectivamente. La deformación ε_p para los valores de tensión máxima no siguió ninguna tendencia determinada. El valor mayor de deformación ε_p (-0,44) fue registrado en el ensayo a 1000 ºC. A partir de una temperatura de 1050 ºC y hasta 1200 ºC, el valor de la deformación se mantiene estable en torno a 0,31. Por último, únicamente en el ensayo realizado a una temperatura de 1200 ºC se observa un enfriamiento apreciable a medida que aumenta la deformación.

5.2.2.2. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 5\ s^{-1}$.

Para una velocidad de 5 s^{-1}, Figura 5.13.A-E, se observa que el inicio de la deformación se mantuvo estable en torno a 68 % y el inicio del enfriamiento por deformación se estabilizó en torno al 76 % del tiempo transcurrido de ensayo, respectivamente, para todas las temperaturas prefijadas de ensayo. También se observa que en todos los ensayos el desfase entre el inicio de la deformación y el inicio del enfriamiento se mantuvo estable en torno a un valor del 8 %. Los valores máximos de tensión σ_p obtenidos para los ensayos de 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC, Figura 5.13.F-J, fueron -189, -156, -137, -115, -108 MPa, respectivamente, lo que demuestra que el valor máximo de tensión decreció a medida que aumentó la temperatura prefijada de ensayo. En todos los casos, la temperatura de la probeta cuando alcanzó el valor máximo de tensión fue similar a la temperatura prefijada de ensayo. Los valores de deformación ε_p fueron -0,45, -0,41, -0,39, -0,41 y -0,45 sin que se apreciase ninguna tendencia de crecimiento o decrecimiento en función de la temperatura prefijada de ensayo.

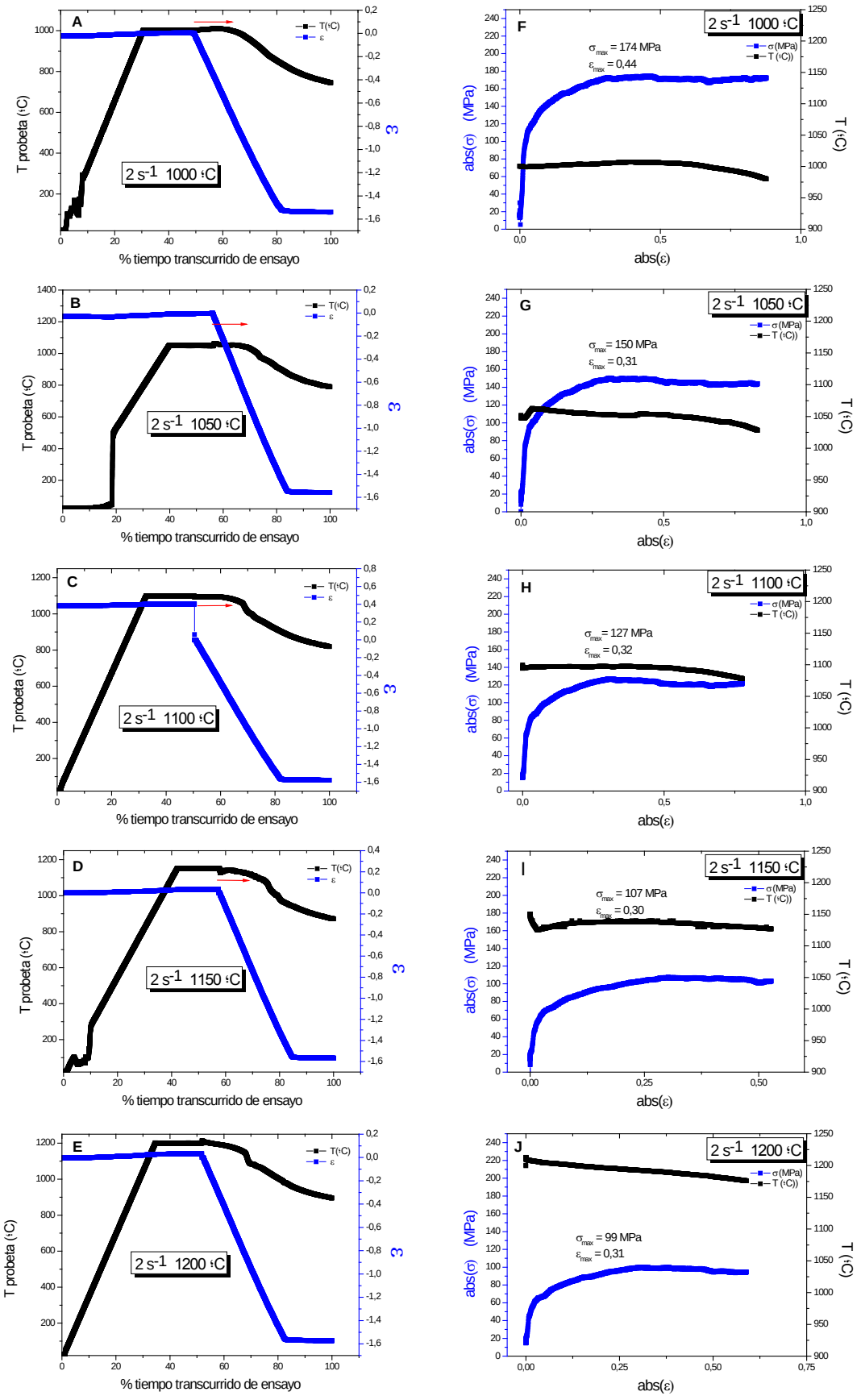

Figura 5.12. Gráficos obtenidas de los ensayos a $\dot{\varepsilon} = 2\ s^{-1}$ para diferentes temperaturas.

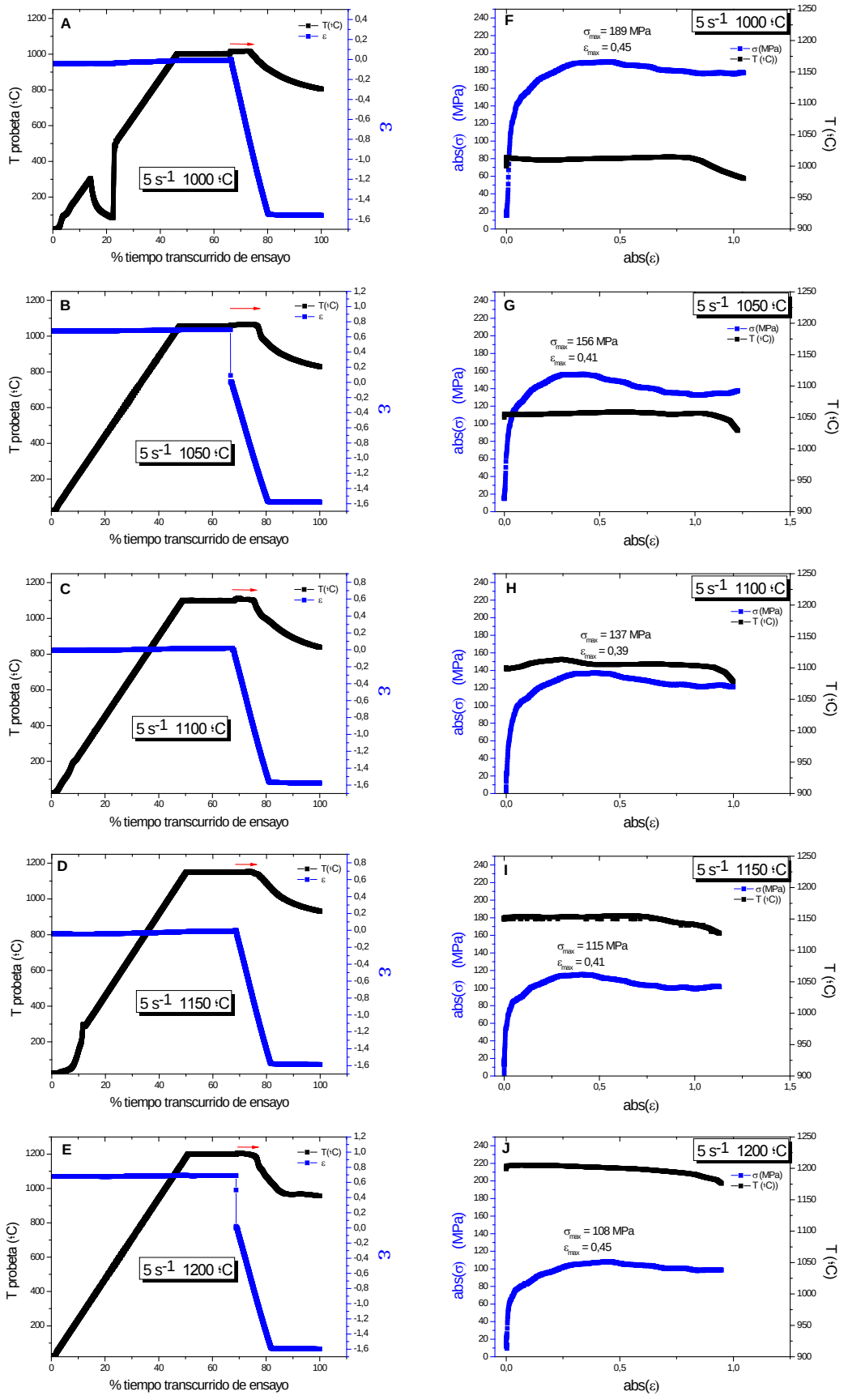

Figura 5.13. Gráficos obtenidos de los ensayos de compresión a $\dot{\varepsilon} = 5\ s^{-1}$ para diferentes temperaturas.

5.2.2.3. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 10\ s^{-1}$.

En los ensayos realizados a 10 s^{-1}, Figura 5.14 A-E, se observó que para todas las temperaturas prefijadas de ensayo el inicio de la deformación permaneció estable en torno a 73 % del tiempo transcurrido de ensayo, mientras que el inicio del enfriamiento de la probeta permaneció estable en el 77 %. En las Figura 5.14 F-J se observó que los valores de tensión máxima fueron -194, -172, -144, -124 y -113 MPa para las temperaturas de 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC respectivamente. De nuevo se vuelve a observar una disminución del valor máximo de la tensión a medida que aumenta la temperatura de ensayo. De igual forma, y para todos los ensayos, la temperatura registrada en la probeta en el punto de tensión máxima fue muy próxima a la correspondiente temperatura prefijada en el ensayo. Los valores de deformación ε_p asociados a los valores de tensión fueron -0,44, -0,40, -0,39, -0,36 y -0,46, respectivamente. No se observó ninguna pauta de crecimiento ni de decrecimiento en función de la temperatura.

5.2.2.4. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 20\ s^{-1}$.

Para la velocidad de deformación de 20 s^{-1}, Figura 5.15.A-E, se observó para todos los ensayos que el inicio de la deformación y del enfriamiento de la probeta comienza, de forma simultánea, aproximadamente a un 81 % del tiempo transcurrido de ensayo. No aparece desfase entre los tiempos de inicio de la deformación y del enfriamiento. Para esta velocidad de deformación, y según lo observado en la Figura 5.15.F-J, se obtuvo el valor más elevado de tensión máxima del acero experimental de todos los ensayos realizados, siendo este valor de -230 MPa y registrado en el ensayo realizado a una temperatura de 1000 ºC. Para los ensayos hechos a temperaturas prefijadas de 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC las tensiones fueron de -196, -171, -171, -148 y -138 MPa, respectivamente. En todos los ensayos, la temperatura registrada de la probeta cuando alcanzó el punto máximo de tensión fue muy parecida a la temperatura prefijada en todos los ensayos. Por último, las deformaciones correspondientes a estas tensiones fueron -0,38, -0,38, -0,38, -0,40 y -0,41, respectivamente, siendo valores muy estables en torno al valor promedio de -0,39.

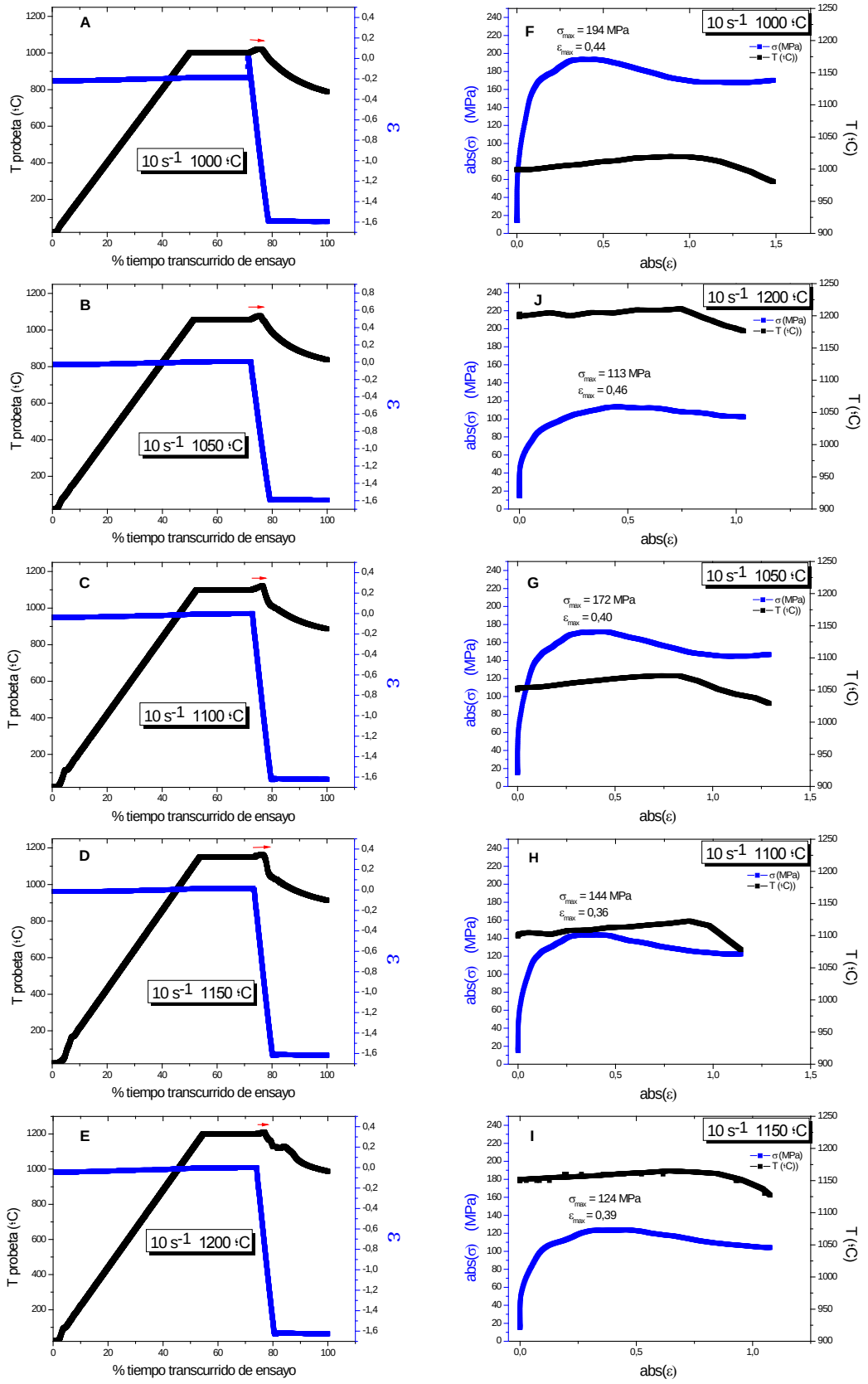

Figura 5.14. Curvas obtenidas de los ensayos a una velocidad $\dot{\varepsilon} = 10\ s^{-1}$ para diferentes temperaturas.

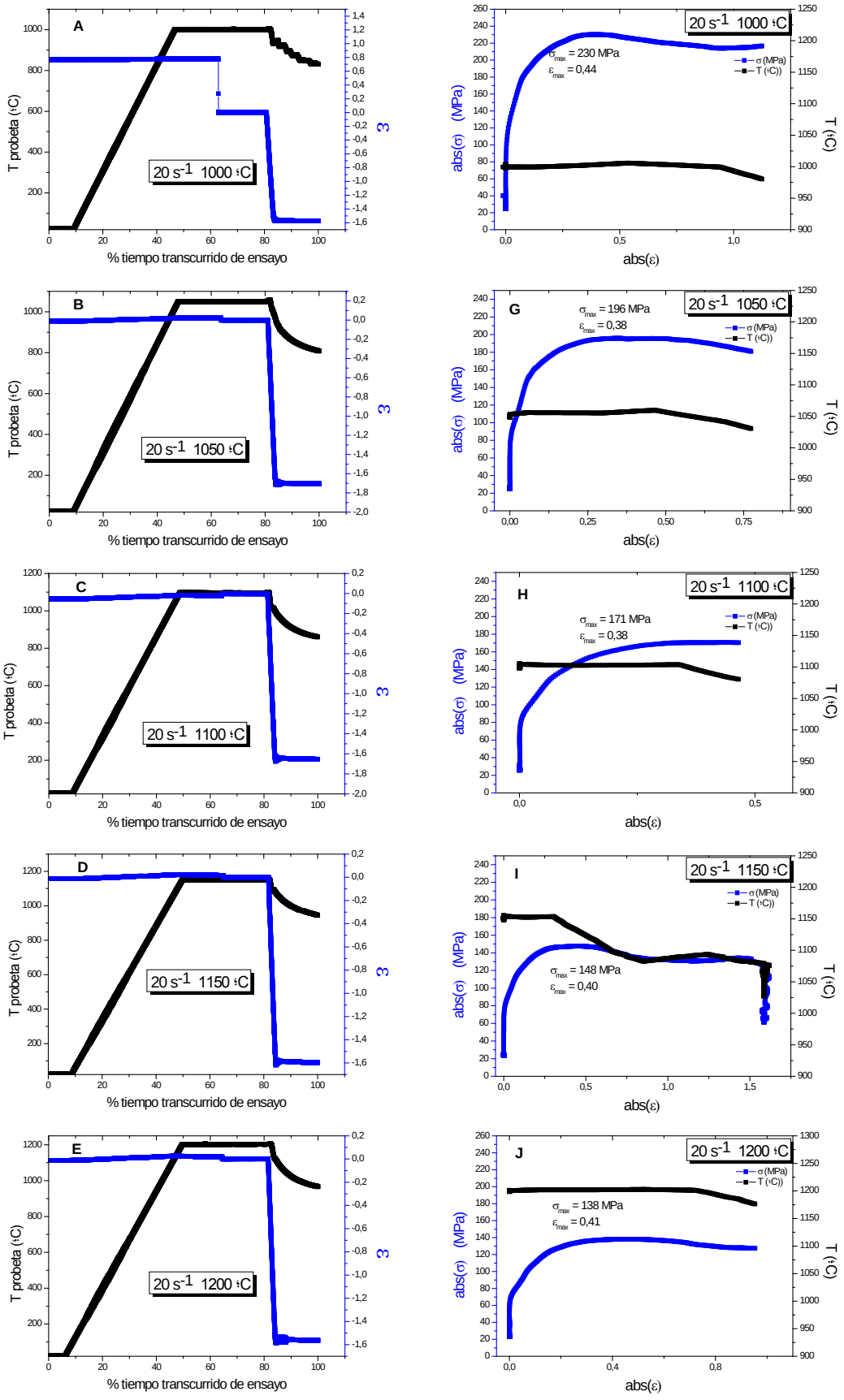

Figura 5.15. Curvas obtenidas de los ensayos a una velocidad $\dot{\varepsilon}$ = 20 s^{-1}para diferentes temperaturas.

5.2.2.5. Resumen de los resultados obtenidos.

En los gráficos de las Figuras 5.16.A y 5.16.B se representan, en valor absoluto y de manera respectiva, los valores de tensión máxima, y deformación ε_p obtenidos en todos los ensayos. En la Figura 5.16.A se muestran claramente dos tendencias. En primer lugar se observa un aumento del valor de la tensión a medida que aumenta la velocidad de deformación a cualquier temperatura prefijada de ensayo. En segundo lugar, se muestra una disminución de los valores máximos de tensión a medida que aumenta la temperatura a cualquier velocidad de deformación. Siguiendo estas dos tendencias, el valor máximo de tensión corresponde al ensayo hecho a mayor velocidad de deformación y menor temperatura. Efectivamente, la tensión σ_p obtenida en el ensayo de 1000 ºC (temperatura menor de todos los ensayos) y a una velocidad de 20 s^{-1} (velocidad de deformación mayor de todos los ensayos) es la mayor tensión máxima obtenida de todos los ensayos (-230 MPa).

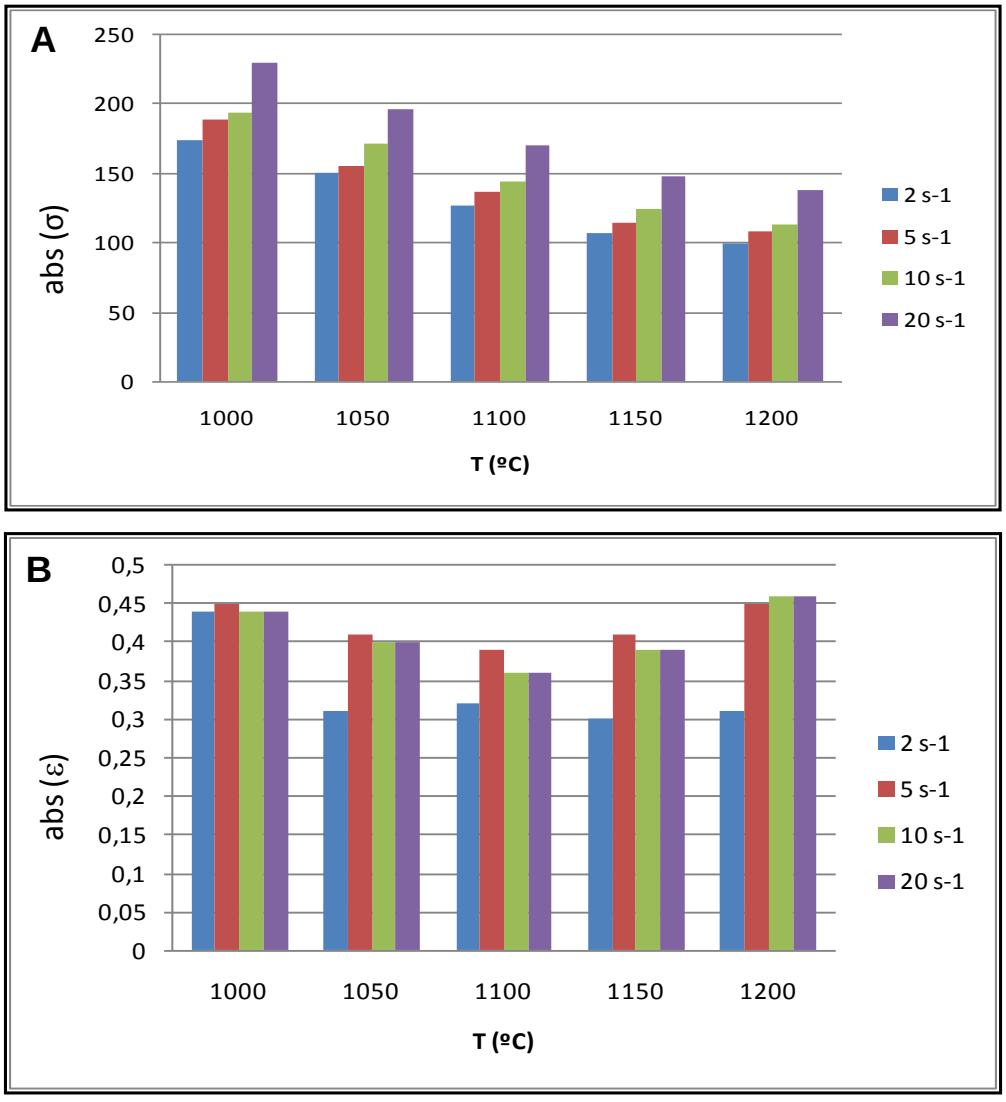

Figura 5.16. Valores de A) tensión máxima (σ_p) y B) deformación (ε_p) para los ensayos de compresión.

Si se analiza el comportamiento de las deformaciones ε_p, Figura 5.16.B, se observa que para una temperatura de 1000 ºC los valores de deformación permanecen muy estables en torno a -0,44 sin que se aprecie variación a medida que aumenta la velocidad de deformación. Sin embargo, a medida que aumenta las temperaturas de ensayo se observa que las deformaciones ε_p registradas a una velocidad de 2 s^{-1} fueron menores que las registradas a 5, 10 y 20 s^{-1}. De igual forma, se observa que para las temperaturas prefijadas de ensayo de 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC los valores de deformación obtenidos para una velocidad de 2 s^{-1} fueron de -0,31, -0,32, -0,30 y -0,31, respectivamente, pero las deformaciones obtenidas para velocidades de 5, 10 y 20 s^{-1} se mantuvieron estables para unos valores respectivos de -0,40, -0,31, -0,40 y -0,46. Aún así, los valores de deformación no siguen ninguna tendencia ni en función de la temperatura de ensayo ni en función de la velocidad de deformación.

5.2.2.6. Corrección de los valores experimentales.

Como se ha explicado en el apartado anterior, las temperaturas de la probetas cuando alcanzaron los valores de tensión máxima no se desviaron, de manera significativa, de los valores de temperaturas prefijados correspondientes. Aún así, es necesario realizar una serie de correcciones de los valores de tensión obtenidos ($\Delta\sigma$). En todos los ensayos, cuando la probeta alcanzó el valor máximo de tensión, la temperatura de la misma se registró con un valor T_{exp} y una variación ΔT respecto de la temperatura prefijada T_0, a una deformación ε y velocidad de deformación constante $\dot{\varepsilon}$. Haciendo uso de la ecuación citada anteriormente (Ec. 5.38), se pueden realizar las correcciones correspondientes.

$$\sigma_{p\,(exp).} - \sigma'_p = \Delta\sigma_p = \left(\frac{\partial\sigma_p}{\partial T}\right)_{\varepsilon,\dot{\varepsilon}} (T_0 - T_{exp}) = \left(\frac{\partial\sigma_p}{\partial T}\right)_{\varepsilon,\dot{\varepsilon}} \Delta T \qquad \text{(Ec. 5.38)}$$

En la obtención de los valores corregidos σ'_p hay que tener en cuenta que la corrección se debe realizar a una deformación y velocidad de deformación constantes. Como se observó en el apartado anterior, los valores de deformación ε_p correspondientes a la tensión máxima eran distintos en cada ensayo. De esta forma para 2 s^{-1}, por ejemplo, se obtenían unas deformaciones ε_p de -0,44, -0,31,-0,32, -0,30 y -0,31 para 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 ºC respectivamente. De esta manera, no se puede ajustar aplicando directamente la ecuación anterior. Por esta razón, se buscó un método alternativo: por ejemplo, en la serie de ensayos realizados a una velocidad de 2 s^{-1} para ajustar el valor de tensión máxima obtenido en el ensayo a 1000 ºC (-174 Mpa) se fijó su deformación ε_p correspondiente (-0,44) y se buscaron los valores de tensión registrados a 1050 ºC, 1100 ºC, 1150 ºC y 1200 ºC para esta

deformación de -0,44. De esta forma, se obtiene una variación de tensión respecto de la temperatura a una deformación (-0,44) y velocidad de deformación (2 s^{-1}) constantes. Una vez representado el gráfico T-σ, se calculó el valor de la pendiente $\left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{-0,44,\ 2\ s^{-1}}$ que corresponde al par (1000, -174), mientras que el valor de ΔT se obtuvo directamente de los datos del ensayo. Una vez obtenido estos dos valores, se calculó la desviación $\Delta\sigma_p \,{}^{2\ s^{-1}}_{1000\ ºC}$. Todo este proceso se realizó para todos los valores de tensión máxima obtenidos en los ensayos. Como consecuencia de ello se obtuvieron, para cada velocidad de deformación, las curvas mostradas en la Figura 5.17.A-D. En el eje de ordenadas se representan los valores de tensión máxima σ_p, y tensión máxima corregida σ'_p y en el eje de abscisas se representa la temperatura. La curva sólida corresponde a los valores de tensión máxima σ_p obtenidos directamente de las curvas de ensayo. La curva punteada corresponde a los valores de tensión σ_p' corregidos. En los ensayos realizados a 2 s^{-1}, Figura 5.17.A, se aprecia que ambas curvas son muy parecidas. Para los ensayos realizados a 5 s^{-1}, mostrados en la Figura 5.17.B, si se aprecia una ligera disminución de la desviación $\Delta\sigma_p$ a medida que aumenta la temperatura ya que la corrección máxima se obtiene a 1000 ºC mientras que para los valores de 1150 y 1200 ºC, la corrección es prácticamente nula. En los ensayos realizados a 10 s^{-1}, mostrados en la Figura 5.17.C, la tendencia es similar a la observada para los ensayos a 5 s^{-1}, y también se observa una disminución de la desviación a medida que aumenta la temperatura, obteniéndose para esta velocidad y para una temperatura de 1050 ºC la mayor corrección $\Delta\sigma$ que fue de 7 MPa. Por último, para una velocidad de 20 s^{-1}, Figura 5.17.D, se observa que la desviación $\Delta\sigma$ tiende prácticamente a cero para todas las temperaturas.

De manera resumida, se observa que la corrección de los valores de tensión máximo obtenidos en los ensayos no ha sido significativa. No se observa, de manera clara, un patrón de comportamiento de la desviación a medida que aumenta la temperatura y la velocidad de deformación. En la Tabla 5.1 se muestran los valores de tensión máxima σ_p y sus correspondientes valores corregidos σ'_p. Se comprueba que la diferencia entre estos valores es muy baja. Las tensiones máximas se alcanzan para deformaciones lo suficientemente bajas donde no influyen los efectos producidos por el enfriamiento. Por consiguiente, el efecto del enfriamiento por deformación no ha afectado prácticamente a los valores obtenidos en los ensayos.

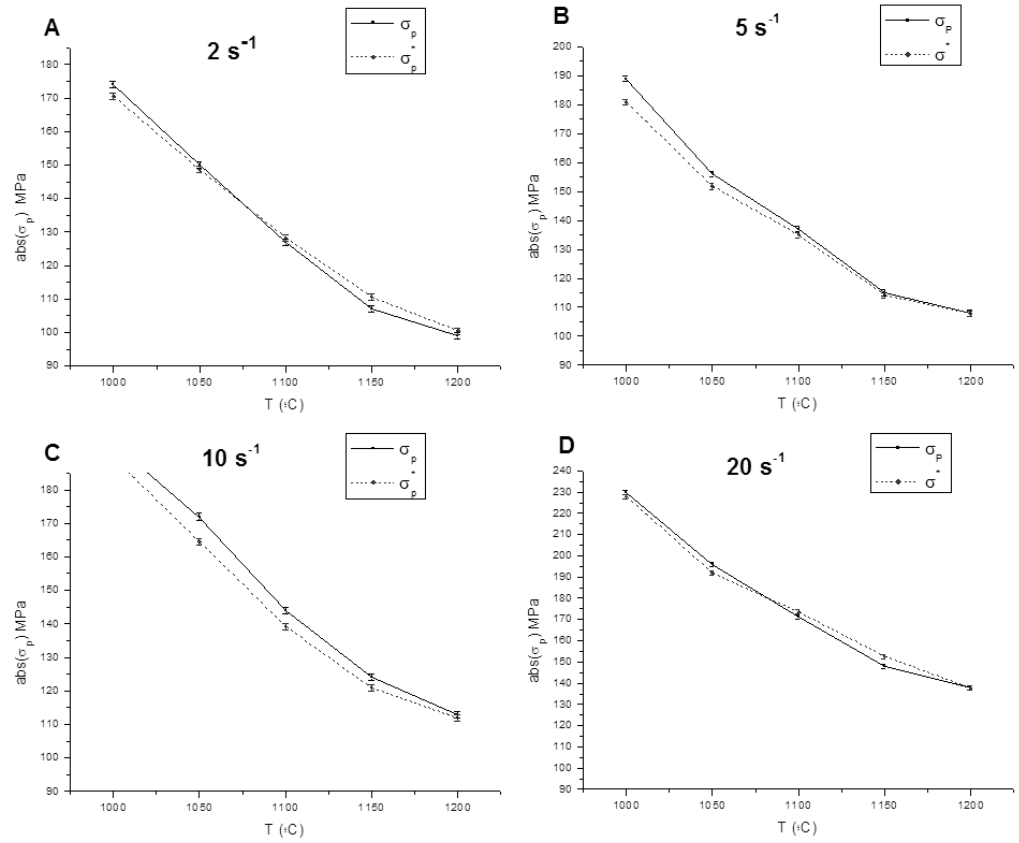

Figura 5.17. Curvas de tensión experimental σ_p y tensión corregida σ^*_p en función de la temperatura de ensayo para velocidades de deformación de A) 2 s^{-1} B) 5 s^{-1} C) 10 s^{-1} y D) 20 s^{-1}.

Tabla 5.1. Valores registrados y corregidos en los ensayos de compresión para el acero experimental.

T (ºC)	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})							
	2 s^{-1}		5 s^{-1}		10 s^{-1}		20 s^{-1}	
	σ_P (MPa)	σ'_P (MPa)	σ_P (MPa)	σ'_P (MPa)	σ_P (MPa)	σ'_P (MPa)	σ_P (MPa)	σ'_P (MPa)
1000	-174	-171	-189	-181	-194	-190	-230	-228
1050	-150	-149	-156	-152	-172	-165	-196	-192
1100	-127	-128	-137	-135	-144	-139	-171	-173
1150	-107	-110	-115	-114	-124	-121	-148	-153
1200	-99	-100	-108	-108	-113	-112	-138	-138

5.2.3. Ensayos de tracción a alta temperatura.

Una vez analizados los datos de los ensayos de compresión, se realizó el estudio de las curva σ-ε para ensayos de tracción a alta temperatura. El estudio del comportamiento del acero experimental bajo otro modo de carga, en este caso de tracción, y con unas deformaciones más bajas añadió nuevos datos a los ya obtenidos, pudiéndose ampliar el

rango de velocidades de deformación para mejorar la bondad del ajuste a una ley matemática concreta. Los ensayos se realizaron para unas temperaturas de 900, 950, 1000 y 1050 ºC, y para velocidades de deformación de 10^{-3}, $5 \cdot 10^{-3}$, 10^{-2} y $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1} en una máquina de tracción a alta temperatura [19]. Estos valores bajos de velocidad de deformación implican que no se tenga en cuenta el efecto del enfriamiento por deformación (al contrario de lo que sucedía en los ensayos de compresión) y, por tanto, no haya que realizar ninguna corrección de los datos obtenidos. En las Figuras 5.18-5.21 se muestran las curvas correspondientes a los ensayos de tracción a alta temperatura. En el eje de ordenadas se representa la tensión verdadera respecto de la deformación, representada en el eje de abscisas, a una temperatura y velocidad de deformación constante. Al igual que ocurría con los ensayos de compresión, fueron seleccionadas las tensiones máximas con sus correspondientes deformaciones, que corresponden al punto más alto de cada curva.

5.2.3.1. Ensayos realizados a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1}.

Para una velocidad de ensayo de 10^{-3} s^{-1} sólo se realizó un único ensayo a una temperatura de 1050 ºC, mostrado en la Figura 5.18. En la gráfica se muestra el valor máximo, que corresponde a un valor de 31 MPa. El valor de la deformación correspondiente a esta tensión máxima es de 0,15. Los errores, tanto para la tensión como para la deformación, fueron despreciables, en este y en los demás ensayos realizados.

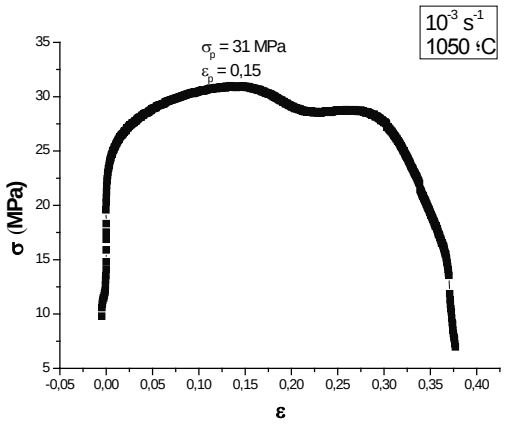

Figura 5.18. Curva σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} y a una temperatura de 1050 ºC.

5.2.3.2. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-3} s^{-1}$.

La siguiente serie de ensayos se realizaron para una velocidad de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-3}$ s^{-1} y unas temperaturas de 900, 950, 1000 y 1050 ºC, cuyos resultados se muestran en las curvas de la Figura 5.19 A-D, respectivamente. De igual forma que para la velocidad $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$ s^{-1}, se

representaron los valores de tensión máxima σ_p y sus correspondientes valores de deformación ε_p.

En las curvas se obtuvieron unos valores de tensión máxima σ_p de 88, 70, 56 y 44 MPa para 900, 950, 1000 y 1050 ºC, respectivamente. Se observa claramente una tendencia decreciente en el valor de la tensión máxima a medida que aumenta la temperatura. Sin embargo, los valores de la deformación ε_p obtenidos fueron de 0,18, 0,19, 018 y 0,17 para 900, 950, 1000 y 1050 ºC, respectivamente. La deformación del acero experimental al alcanzar la tensión máxima se mantiene estable en torno a un valor promedio deformación ε_p = 0,18, y se observa que no hay ninguna pauta, ni creciente ni decreciente, a medida que aumenta la temperatura.

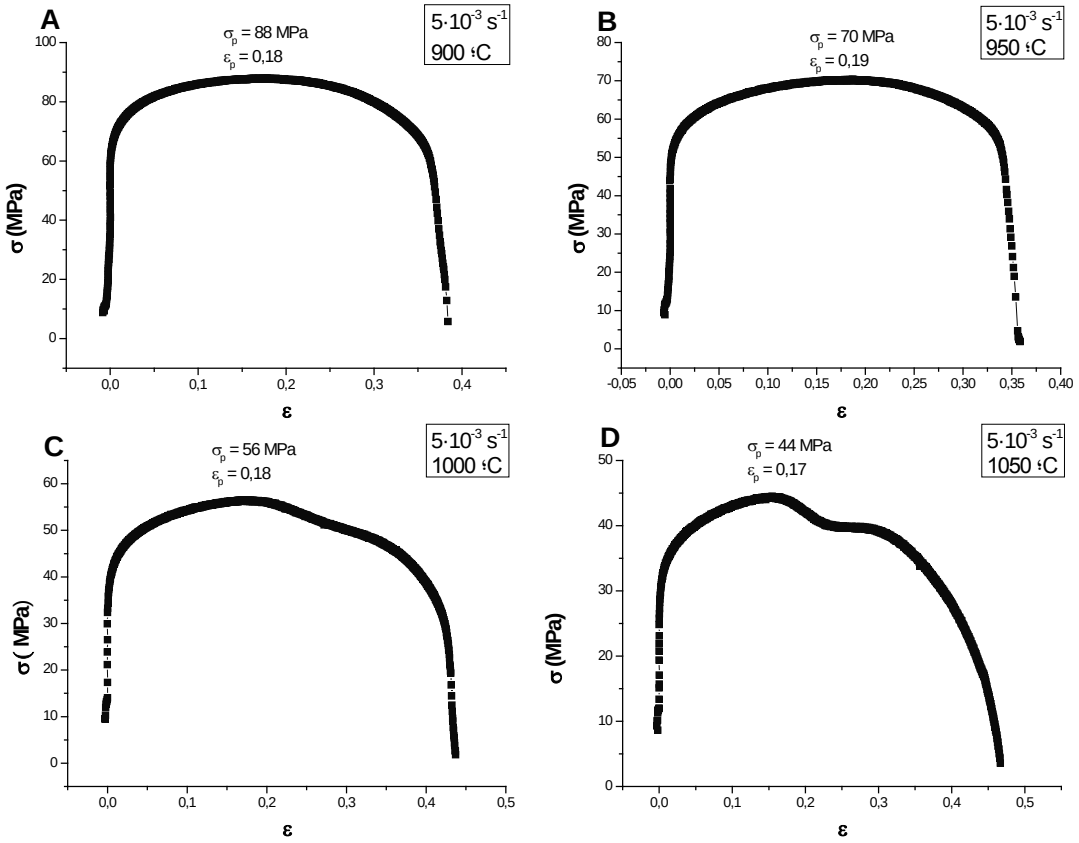

Figura 5.19. Curvas σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-3}$ s^{-1} y a una temperatura de A) 900 ºC B) 950 ºC C) 1000 ºC y D) 1050 ºC.

5.2.3.3. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}.

Para la siguiente serie de ensayos se aumentó la velocidad de deformación hasta $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}. De nuevo se realizaron ensayos para unas temperaturas de 900, 950, 1000 y 1000 ºC. Una vez realizados los ensayos, se representaron las correspondientes curvas σ-ε mostradas en la Figura 5.20.A-D.

Los puntos de tensión máxima obtenidos para 900, 950, 1000 y 1050 ºC son 102, 76, 62 y 54 MPa, respectivamente. De nuevo, se aprecia un decrecimiento en el valor de la tensión máxima a medida que aumenta la temperatura. Comparado con los datos obtenidos para el ensayo a $5 \cdot 10^{-3}$ s^{-1}, se observa que los valores de tensión son ligeramente mayores. Los valores de deformación ε_p vuelven a demostrar una alta estabilidad en función de la temperatura. Apenas hay variaciones, obteniéndose unos valores de 0,19, 0,19, 0,19 y 0,17 para 900, 950, 1000 y 1050 ºC, respectivamente. Los valores se desvían ligeramente de un valor promedio de 0,18. Tampoco se aprecia una variación significativa con las deformaciones obtenidas a las velocidades de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-3}$ s^{-1} y $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}.

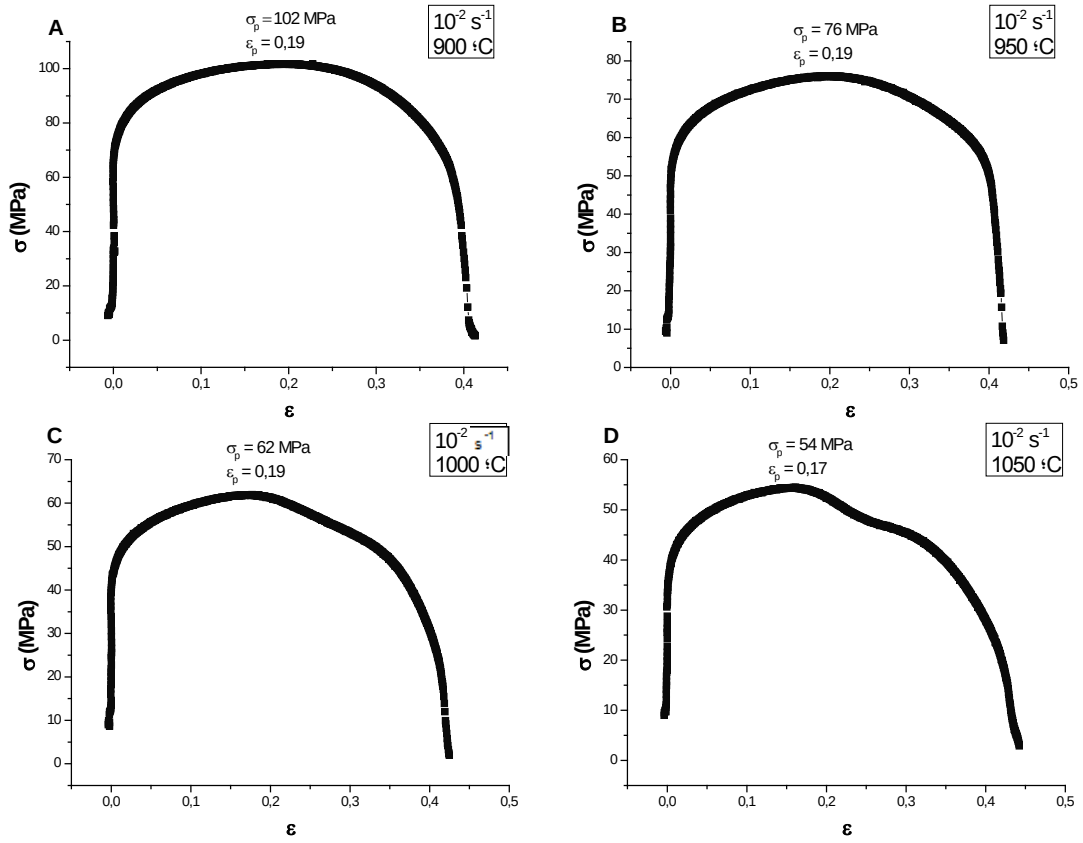

Figura 5.20. Curvas σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} y a una temperatura de A) 900 ºC B) 950 ºC C) 1000 ºC y D) 1050 ºC.

5.2.3.4. Ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-2} s^{-1}$.

La última serie de ensayos se realizó para una velocidad $\dot{\varepsilon}$ de $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1}. Las curvas correspondientes a los ensayos realizados a temperaturas de 900, 950, 1000 y 1050 ºC se observan en las Figuras 5.21.A-5-21.D. Los valores de tensión máxima σ_p siguen mostrando la misma tendencia decreciente a medida que aumenta la temperatura. Sin embargo, se observa que para la temperatura de 950 ºC y 1000 ºC se obtiene la misma tensión máxima

(85 MPa). El valor mayor de tensión máxima para la serie se produce a una temperatura de 900 ºC (125 MPa) y el valor mínimo de tensión máxima se obtuvo en el ensayo realizado a una temperatura de 1050 ºC.

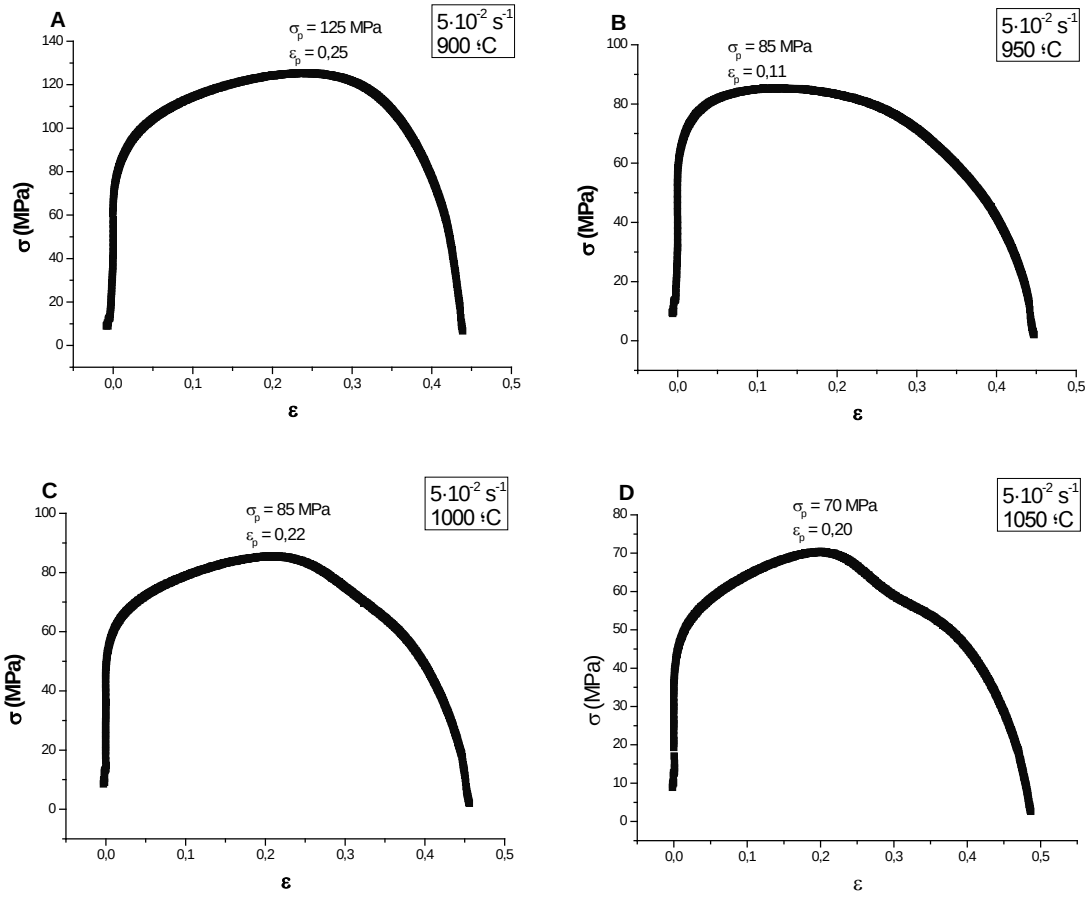

Figura 5.21. Curvas σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de $5{\cdot}10^{-2}$ s^{-1} y a una temperatura de A) 900 ºC B) 950 ºC C) 1000 ºC y D) 1050 ºC.

Los valores de deformación ε_p no se muestran tan estables en torno a un valor central como en las anteriores series de ensayos. Sin embargo, para 950 ºC se obtiene el valor menor de ε_p de esta serie (0,11) que rompe la tendencia estable de la deformación respecto de la temperatura.

5.2.3.5. Resumen de los resultados obtenidos.

De manera resumida, se realizaron unos nuevos gráficos con los valores de tensión máxima y deformación obtenidas en cada ensayo, mostrados en las Figuras 5.22.A y 5.22.B. En el gráfico representado en la Figura 5.22.A se muestran los valores de la tensión máxima σ_p para cada velocidad de deformación y temperatura de ensayo. Por otra parte, en la Figura

5.22.B se representan los valores de deformación ε_p para cada temperatura y velocidad de deformación.

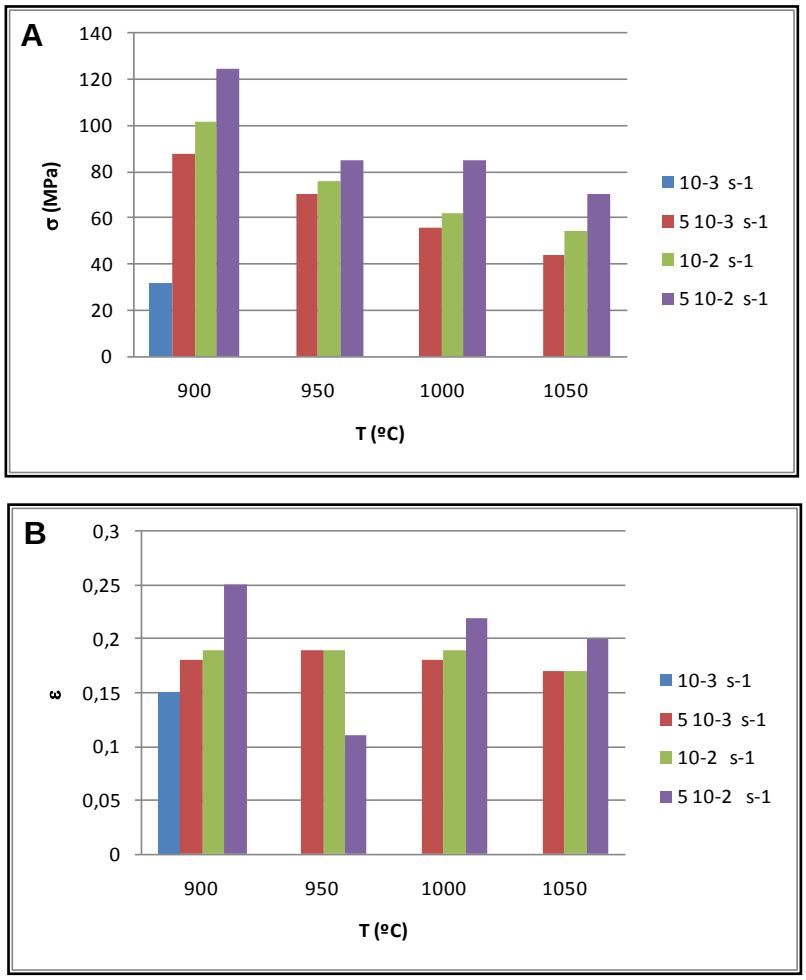

Figura 5.22. Valores de A) tensión máxima (σ_P) y B) deformación (ε_P) para los ensayos de tracción a alta temperatura.

En la Figura 5.22.A se observan claramente dos tendencias. En primer lugar, la tensión σ_p aumenta a medida que lo hace la velocidad de deformación para todas las temperaturas de ensayo. Los valores máximos de tensión se obtuvieron para una velocidad de deformación de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1} y fueron de 125, 85, 85 y 70 MPa para las temperaturas de 900, 950, 1000 y 1050 ºC, respectivamente. Por otro lado, la tensión σ_p aumenta a medida que disminuye la temperatura para todas las velocidades de deformación. De este modo, y siguiendo esta segunda tendencia, los valores más elevados de tensión σ_p fueron de 31, 88, 102 y 125 MPa obtenidos a una temperatura de 1050 ºC, el primero, y a una temperatura de 900 ºC las tres siguientes, para unas velocidades de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$, $5 \cdot 10^{-3}$, 10^{-2} y $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1}, respectivamente. Según muestran estas dos tendencias, la tensión σ_p máxima tiene que corresponder a la tensión obtenida en el ensayo realizado a mayor velocidad de deformación ($5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1}) y menor

temperatura (900 ºC). En este ensayo el valor de obtenido fue de σ_p = 125 MPa y es, efectivamente, el mayor valor para todos los ensayos realizados.

En la Figura 5.22.B se muestra las deformaciones ε_p obtenidas en todos los ensayos. Se muestra que en los ensayos realizados a una temperatura de 950 ºC la deformación permanece estable para $5 \cdot 10^{-3}$ y 10^{-2} s^{-1} con un valor de 0,19 pero decrece, de manera sensible, hasta 0,11 para una velocidad de $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1}. En los ensayos realizados a 1000 ºC la deformación permanece estable para unas velocidades de $5 \cdot 10^{-3}$ y 10^{-2} s^{-1} en torno a un valor de 0,19 pero, a diferencia de los ensayos realizados a 950 ºC, el valor de la deformación aumenta ligeramente hasta 0,22 para una velocidad de de $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1}. Por último, para una temperatura de 1050 ºC, la tendencia es similar al caso anterior. Para velocidades de $5 \cdot 10^{-3}$ y 10^{-2} s^{-1} la deformación se mantiene estable en un valor de 0,17 aumentando hasta 0,20 en el ensayo realizado a una velocidad de $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1}.

Si se mantiene fija la velocidad de deformación no se aprecia ninguna tendencia clara entre los valores de deformación ε_p y la temperatura. La relación entre la deformación y la temperatura es diferente según sea la velocidad de ensayo. Para una velocidad de 10^{-3} s^{-1} sólo se realizó un ensayo a 1050 ºC y la deformación ε_p obtenida fue de 0,15. Sin embargo, para unas velocidades de $5 \cdot 10^{-3}$ y 10^{-2} s^{-1} las deformaciones se mantienen estables en torno a un valor promedio de 0,18. Para una velocidad de $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1} no se aprecia ninguna tendencia de aumento o decrecimiento de la deformación a medida que aumenta la temperatura, alcanzándose una deformación de 0,11 a una temperatura de 950 ºC. Esta deformación fue la más pequeña de entre todas las deformaciones ε_p obtenidas en los ensayos realizados.

5.2.4. Ajuste de los datos obtenidos a una ley potencial.

Los datos obtenidos los ensayos de tracción y en los ensayos de compresión fueron utilizados para realizar un ajuste y obtener así una expresión matemática que relacione la velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$ con la tensión σ a una temperatura determinada. Los datos obtenidos en los ensayos de tracción eran de dos órdenes de magnitud inferiores a los registrados en los ensayos de compresión, por lo que aumentó considerablemente el rango de velocidades de deformación para que la expresión matemática obtenida fuese representativa y la bondad del ajuste fuese elevada.

La Figura 5.23 muestra los valores de tensión máxima σ_p obtenidos en los ensayos de compresión y tracción. En el eje ordenadas se representa la velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$ y en el eje de abscisas se representan el valor absoluto de las tensiones máximas σ_p obtenidas en los ensayos. En la gráfica se observan un bloque de puntos situados en la zona correspondiente a bajas velocidades de deformación (ensayos de tracción) y otro bloque situado en la zona correspondiente a velocidades de deformación más elevadas (ensayos de

compresión). El orden de magnitud de las velocidades de deformación abarca un rango desde 10^{-3} hasta 20 s^{-1} y las temperaturas están comprendidas en un rango desde 900 ºC hasta 1200 ºC.

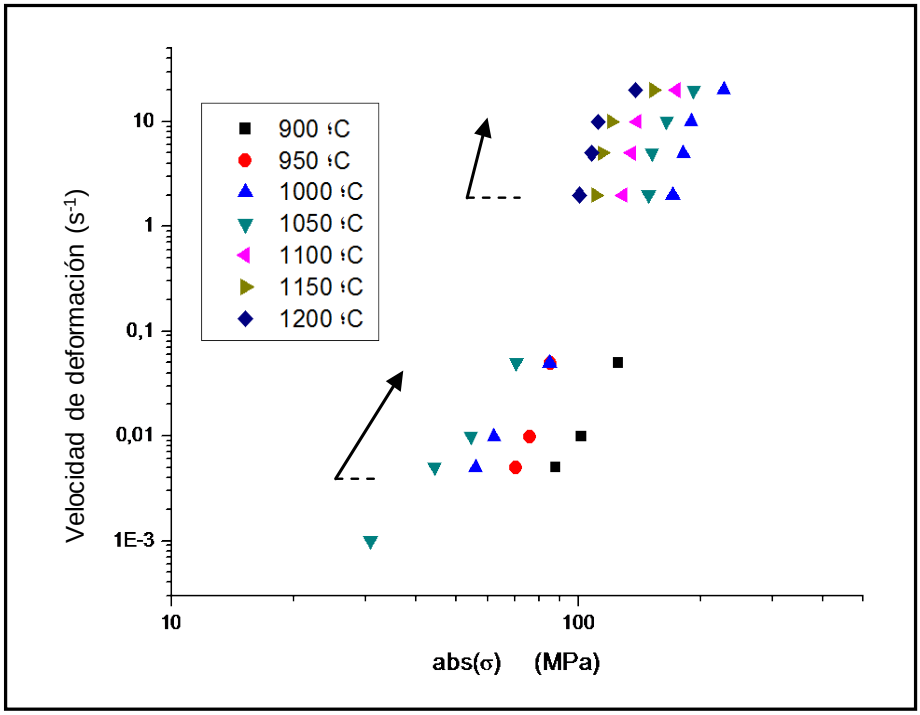

Figura 5.23. Valores tensión máxima en los ensayos de tracción y compresión a altas temperaturas para el acero experimental.

En el apartado anterior se había demostrado que la tensión máxima σ_p aumentaba a medida que lo hacía la velocidad de deformación del ensayo. Esta tendencia se repetía para todas las temperaturas de ensayo. Si se observa la variación de la tensión σ_p respecto de la velocidad de deformación a una temperatura determinada, se muestran dos zonas claramente diferenciadas. Los valores de tensión obtenidos a velocidades de deformación bajas (ensayos de tracción) muestran una tendencia lineal con una pendiente, marcada por la flecha negra, más baja que la obtenida para velocidades de deformación mayores (ensayos de compresión). Una pendiente más baja, en este caso, indica que un pequeño aumento de la velocidad de deformación implica un aumento significativo de la tensión máxima σ_p. Sin embargo, a medida que aumenta la velocidad de deformación la tensión máxima σ_p disminuye su ritmo de crecimiento. Este comportamiento se observa en todas las temperaturas de ensayo.

En la Tabla 5.2 se muestran los valores calculados del exponente n, relacionado directamente con el valor de la pendiente, a una temperatura determinada y en función del orden de magnitud de la velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$. Para analizar el valor del exponente n se ha fijado la velocidad de 1 s^{-1} como valor de transición de bajas a altas velocidades de deformación. Se observa que tanto a velocidades por debajo como por encima de 1 s^{-1} el

exponente n decrece con la temperatura. A velocidades menores que 1 s^{-1} el exponente n disminuye desde un valor de 6,8, a una temperatura de 900 ºC, hasta un valor de 4,9, a una temperatura 1050 ºC. De igual forma, para velocidades mayores que 1 s^{-1} el exponente decrece desde un valor de 8,8, a una temperatura de 1000 ºC, hasta un valor de 7,2, a una temperatura de 1200 ºC.

Tabla 5.2. Diferentes valores de n dependientes de la temperatura y la velocidad de deformación.

T (ºC)	n $\dot{\varepsilon} < 1\ s^{-1}$	n $\dot{\varepsilon} > 1\ s^{-1}$	n (valor medio)
900	6,8	-	-
950	5,9	-	-
1000	5,3	8,8	6,2
1050	4,9	8,4	5,9
1100	-	8,0	-
1150	-	7,1	-
1200	-	7,2	-

La razón de este comportamiento se fundamenta en la forma de las ecuaciones potenciales. El exponente n de la ley potencial viene expresado en una ecuación (Ec. 5.40) que relaciona la velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$, la tensión σ y el coeficiente de difusión D (Ec. 5.6). Este último factor sigue una ley potencial de Arrhenius, que depende del valor Q (kJ), que es la energía de activación del proceso de difusión. El parámetro K es una constante de dimensiones y E es el límite elástico del material.

$$\dot{\varepsilon} = KD \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \qquad \text{(Ec. 5.40)}$$

En esta expresión la velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$ depende de la difusión D, que es un parámetro asociado a la temperatura, y la tensión σ. Al aumentar la temperatura aumentará el coeficiente de difusión en el material de manera exponencial. Si en una serie de ensayos se mantiene constante la velocidad de deformación, el aumento exponencial del coeficiente de difusión tiene que ser contrarrestado por una disminución del término $\left(\frac{\sigma}{E}\right)^n$. El factor E es un factor propio del material y su variación es mínima. Si sólo variase la tensión σ manteniéndose el exponente n constante, la disminución del factor $\left(\frac{\sigma}{E}\right)^n$ no podría contrarrestar el aumento exponencial del factor $D = D_0 e^{-\left(\frac{Q}{RT}\right)}$. Esto implica que también debe disminuir el exponente n para contrarrestar el aumento del factor exponencial.

Por otra parte, cuando la velocidad de deformación supera el valor de 1 s^{-1} se observa como el valor del exponente n aumenta desde un valor de 5,3 a un valor de 8,8, para una

temperatura constante de 1000 ºC, y desde un valor de 4,9 a uno de 8,4, para una temperatura constante de 1050 ºC. Esto significa que el valor del exponente aumenta sensiblemente desde velocidades de deformación bajas a velocidades de deformación altas manteniéndose constante la temperatura.

Para diferentes temperaturas también se observa una variabilidad elevada del exponente n. Para velocidades menores que 1 s^{-1}, el exponente varía desde un valor de 6,8 hasta un valor de 4,9 en un intervalo de 150 ºC. De igual forma, para velocidades mayores que 1 s^{-1}, el exponente varía de un valor de 8,8 a un valor de 7,2 en un intervalo neto de temperaturas de 200 ºC. Todo esto indica una variación considerable del exponente en un rango pequeño de temperaturas y por ello los datos no se podían ajustar de manera fiable a una ley potencial. Por lo tanto, este ajuste quedó descartado.

5.2.5. Ajuste de los datos obtenidos a una ley exponencial.

Como se vio anteriormente, la expresión que relaciona la velocidad de deformación con la tensión deja de tener forma de ley potencial cuando el valor de la tensión aumenta. Se produce un cambio del mecanismo de deformación denominado “ruptura de la ley potencial”, y la expresión que relaciona la velocidad de deformación con la tensión pasa a ser de tipo exponencial. Si se representa el logaritmo neperiano de $\dot{\varepsilon}$ respecto de la tensión σ (Ec. 5.41), el valor de la pendiente está relacionado con el parámetro α’, que es una constante propia del material.

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A' + \alpha' \sigma - \left(\frac{Q}{RT}\right) \qquad \text{(Ec. 5.41)}$$

Si los datos obtenidos se ajustan a una ley exponencial, el valor de la pendiente debe mantenerse constante en todo el rango de tensiones. Para ello se representan los datos en una nueva gráfica mostrada en la Figura 5.24. La gráfica muestra, al igual que la gráfica de la Figura 5.23, los valores obtenidos de tensión máxima de los ensayos de compresión y de tensión a diferentes velocidades de deformación y temperaturas. La diferencia está en que el eje de abscisas muestra los valores absolutos de las tensiones máximas en escala lineal a diferencia de la gráfica de la Figura 5.23, donde la escala era logarítmica. El eje de ordenadas, donde se representa la velocidad $\dot{\varepsilon}$, sigue estando en escala logarítmica. En la gráfica se observan un bloque de datos obtenidos a bajas velocidades de deformación, característicos de los ensayos de tensión, y otro bloque de datos situado en la zona superior de la gráfica para velocidades de deformación más elevadas, propias de ensayos de compresión.

El ajuste a una ley exponencial implica que los valores del logaritmo neperiano de la velocidad de deformación $(\ln(\dot{\varepsilon}))$ deben estar relacionados con la tensión σ por medio de la constante α'. El ajuste realizado a cada serie de datos a una temperatura determinada muestra los siguientes valores de α', expresados en la Tabla 5.3.

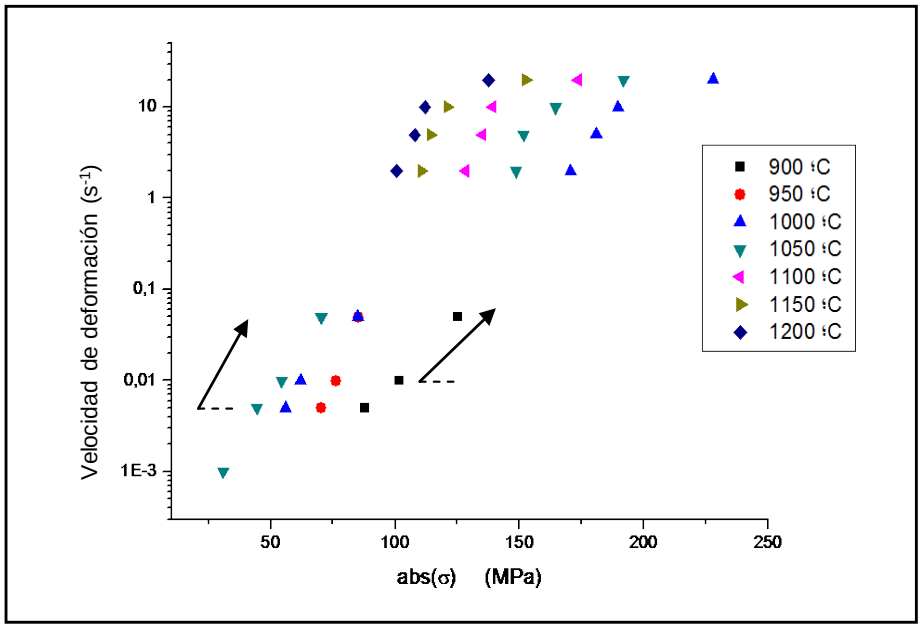

Figura 5.24. Valores tensión máxima en los ensayos de tensión y compresión a altas temperaturas para el acero experimental.

Tabla 5.3. Valor del parámetro α' para cada serie de ensayos a diferentes temperaturas.

T (ºC)	α' (MPa^{-1}) $\dot{\varepsilon} < 1$ s^{-1}	α' (MPa)$^{-1}$ $\dot{\varepsilon} > 1$ s^{-1}	α' (MPa)$^{-1}$ (valor medio)
900	0,062	-	-
950	0,153	-	-
1000	0,076	0,036	0,056
1050	0,097	0,045	0,071
1100	-	0,043	-
1150	-	0,044	-
1200	-	0,055	-

Para velocidades de deformación por debajo de 1 s^{-1} el valor α' no muestra ninguna estabilidad ni ninguna tendencia de crecimiento o decrecimiento con respecto al aumento de la temperatura, oscilando de manera aleatoria para cada una de las temperaturas registradas, como muestra la flecha negra. Se observan variaciones que van desde un valor de α' = 0,062 MPa^{-1}, a una temperatura de 900 ºC, hasta un valor de α' = 0,153 MPa^{-1}, a una temperatura de 950 ºC. Para velocidades de deformación mayores que 1 s^{-1} el valor α' aumenta su valor desde 0,036 MPa^{-1} a 0,055 MPa^{-1} en un intervalo de temperaturas de 200 ºC. Esto demuestra

que el ajuste de los datos obtenidos a una ley exponencial tampoco era fiable, sobre todo para velocidades de deformación bajas. Por eso este ajuste también fue descartado.

5.2.6. Ajuste de los datos obtenidos a una ley sinusoidal (Ecuación de Garofalo).

Se hizo un ajuste a la ecuación de Garofalo (Ec. 5.7) con el fin de obtener una expresión que describa de manera fiable la deformación del acero experimental a altas y bajas velocidades de deformación a partir de los datos obtenidos en los ensayos de compresión y tracción a altas temperaturas. La obtención de los parámetros característicos de la ecuación de Garofalo se ha conseguido por medio del método Rieiro-Carsí-Ruano [20,21] que consiste en la aplicación sucesiva de dos tipos de algoritmos matemáticos. A partir de los datos experimentales $\{\dot{\varepsilon}_i, T_i, \sigma_i\}$ obtenidos en los ensayos se obtiene una primera aproximación de los parámetros de la ecuación de Garofalo $\{A_o, Q_0, n_{G_0}, \alpha_0\}$. Una vez estimado estos valores iniciales, se aplica un segundo algoritmo que ajusta los valores iniciales $\{A_o, Q_0, n_{G_0}, \alpha_0\}$ a los valores finales $\{A, Q, n_G\ \alpha\}$ garantizando así la fiabilidad de los resultados obtenidos.

En la Figura 5.25 se muestran los parámetros estimados para la ecuación de Garofalo del acero experimental junto con los datos estadísticos (un factor r = 0,997 de correlación y un factor F-Snedecor igual a 4623) utilizados en el ajuste. En el eje de abscisas se representa el logaritmo neperiano del valor senh ($\alpha\sigma$) y en el eje de ordenadas el logaritmo neperiano del factor Z de Zener-Hollomon, citado con anterioridad (Ec. 5.8) y que es una función característica que tiene como variables explícitas la velocidad de deformación y la temperatura. El gráfico compara los valores del logaritmo neperiano del parámetro de Zener-Hollomon, donde está incluido el parámetro Q, frente a los valores del logaritmo neperiano del valor senh ($\alpha\sigma$), donde están incluidos los parámetros A, α y el exponente n. De esta forma se comprueban si los puntos correspondientes al parámetro de Zener-Hollomon coinciden o se aproximan a los valores de la recta central observada en la Figura 5.25. Se observa que todos los puntos representativos están dentro de la región comprendida entre las dos líneas continuas, superior e inferior, que indican el límite del 95 % para la fiabilidad del ajuste. En el ajuste se obtuvieron los cuatro parámetros Q, n, A y α que determinaron la ecuación de Garofalo del acero experimental (Ec. 5.42).

$$\dot{\varepsilon} = 2{,}37\cdot 10^{10}\left[[\operatorname{senh}(0{,}009\sigma)]^{4,4} e^{\left(\frac{-277}{RT}\right)}\right] \qquad \text{(Ec. 5.42)}$$

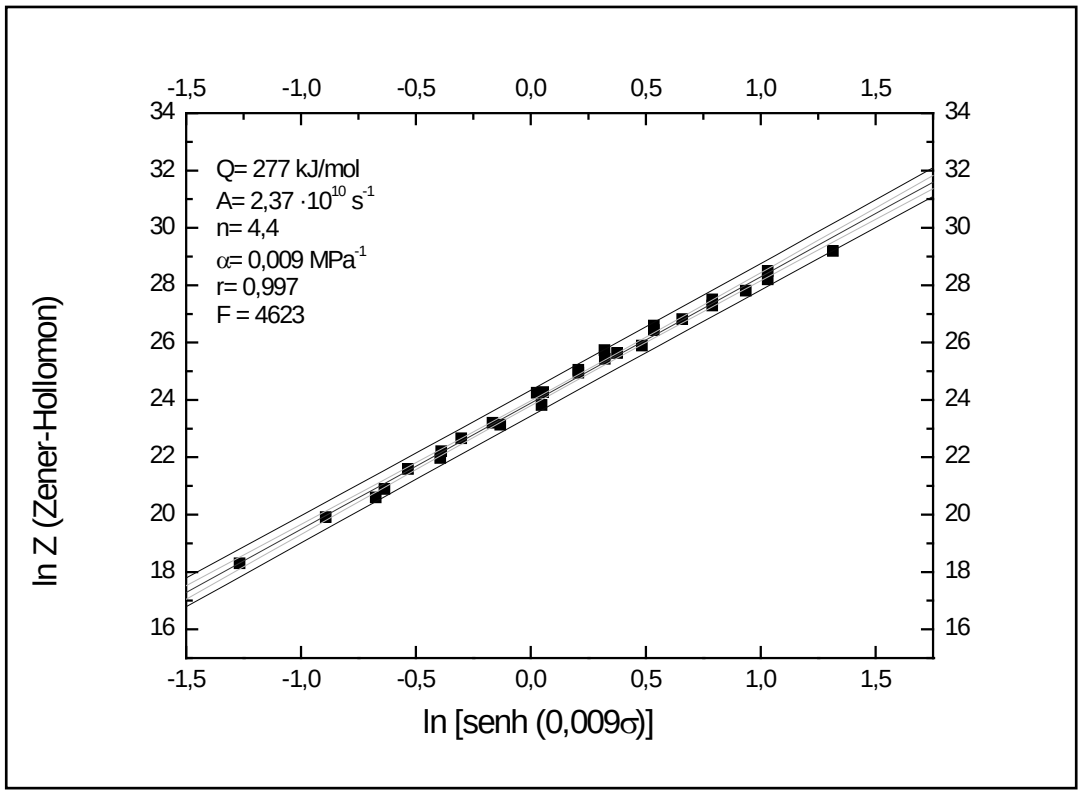

Figura 5.25. Ajuste a la ecuación de Garofalo para el acero experimental a partir de los datos obtenidos en los ensayos de compresión y tensión a altas temperaturas.

Los factores Q, n, A y α obtenidos del ajuste son similares a los obtenidos para otros aceros similares [22]. El valor Q corresponde a la energía de activación y es igual a 277 kJ mol^{-1}, que es un valor muy aproximado al valor de energía de autodifusión del hierro en austenita (Fe_γ) que es en torno a 270 kJ mol^{-1} [23]. El valor de este parámetro está relacionado con la energía necesaria para iniciar el proceso de deformación. Respecto a los otros parámetros de la ecuación de Garofalo, el valor del exponente n_G = 4,4 es muy parecido al valor promedio de los exponentes obtenidos para otros aceros [13,22]. Su valor también está asociado, junto con la energía de activación Q, a los mecanismos de deformación del material [24]. De forma más precisa, I. Rieiro [11] relaciona el valor del exponente n con el número de átomos que se desplazan de sus posiciones de equilibrio cuando son sometidos a una tensión crítica, generando así una dislocación que da lugar al inicio de la deformación. El parámetro A = $2{,}37 \cdot 10^{10}$ s^{-1} es una constante del material y su valor está relacionado con factores microscópicos y atómicos como el tamaño de grano medio del acero, la probabilidad de oscilación de los átomos, el valor del parámetro de red o la frecuencia térmica de vibración. Su logaritmo neperiano es igual a 23,89, del mismo orden de magnitud que los obtenidos en el estudio de aceros con características similares [22]. Finalmente, el parámetro α = 0,009 $(MPa)^{-1}$ es un factor importante para hallar los rango de tensiones para los cuales la ecuación

de Garofalo se puede aproximar a una ley potencial y exponencial, como se verá a continuación.

5.2.6.1. Determinación de los rangos de tensiones para la aproximación de la ecuación de Garofalo a una ley potencial y a una ley exponencial.

La ecuación de Garofalo puede ser aproximada a una ley potencial mediante el desarrollo matemático de los términos de la ecuación para bajas y altas tensiones (Ec. 5.14). En concreto, utilizando los parámetros obtenidos en el ajuste de la ecuación de Garofalo y para un E_{ri} del 5 %, se obtuvo que la condición de tensión para la cual la ecuación de Garofalo del acero experimental podría aproximarse a una ley potencial, con un error máximo del 5 %, fuera para tensiones menores que 30 MPa (Ec. 5.43).

$$\sigma < \frac{1}{0{,}009}\sqrt{\left[\frac{6(0{,}05)}{4{,}4(1-0{,}05)}\right]} \rightarrow \sigma < 29{,}72 \text{ MPa} \approx 30 \text{ MPa} \qquad \text{(Ec. 5.43)}$$

También se desarrolló la expresión matemática (Ec. 5.20) que describía las condiciones de tensión para las cuales la ecuación de Garofalo se podía aproximar a una ley de tipo exponencial, con un rango máximo de error del 5 %. Con los valores de los parámetros obtenidos en el ajuste se obtuvo que el rango de tensiones para el cual la ecuación de Garofalo podría aproximarse a una ley exponencial, con un error máximo del 5 %, fuera superior a un valor de 250 MPa (Ec. 5.44).

$$\sigma > \frac{1}{0{,}009}\ln\sqrt{\frac{1}{\left[1-\frac{1}{\sqrt[4{,}4]{1{,}05}}\right]}} > 250{,}41 \text{ MPa} \approx 250 \text{ MPa} \qquad \text{(Ec. 5.44)}$$

En resumen, si las tensiones originadas en la deformación se encuentran en un rango aproximado entre 30 y 250 MPa para temperaturas mayores que 885 ºC ($T > 0{,}5 \cdot T_F$ donde T_F = 1769 ºC es la temperatura de fusión del acero experimental, según la ecuación de Van Laar-Bowen [18]), la relación entre la velocidad de deformación y la tensión podía ser expresada mediante una ecuación de Garofalo con los parámetros obtenidos en el ajuste y con un porcentaje de fiabilidad del 95 %.

5.2.7. Estudio de la eficiencia energética y estabilidad mecánica del acero experimental.

Una vez obtenido el ajuste de la ecuación de Garofalo se realizó el estudio de la eficiencia energética y la estabilidad mecánica para los procesos de deformación del acero experimental

a altas temperaturas. Como se vio en la Introducción teórica de este capítulo, había tres funciones que servían para el estudio de la variación microestructural interna del acero y de su estabilidad mecánica. Estas funciones eran la eficiencia energética η_J, la sensibilidad diferencial m y la entropía s. La primera función determinaba el rango de velocidades de deformación y temperaturas de máxima eficiencia energética durante el proceso de deformación. Las funciones m y s, mediante la aplicación del Primer y Segundo Principio de Liapunov, respectivamente, determinaban el rango de temperaturas y velocidades de deformación donde el material alcanzaba su máxima estabilidad mecánica debido al propio efecto de la deformación (función m) y de la temperatura (función s). En particular, se vio que para un material cuyo comportamiento mecánico a altas deformaciones y temperaturas se expresa por medio de una ecuación de Garofalo, se obtenían tres funciones características para la eficiencia energética, la sensibilidad diferencial y la entropía (Ecs. 5.31, 5.32 y 5.34). En ellas aparecen todos los parámetros característicos de la ecuación de Garofalo, como son el parámetro A, el exponente n_G y la energía de activación Q_G, que a partir de este punto serán denotados como A, n, y Q, respectivamente.

5.2.7.1. Estudio de la eficiencia energética (función η_J).

Para el estudio de la función η_J se elaboró un mapa (Figura 5.26) en cuyo eje de ordenadas se representa el logaritmo neperiano de la velocidad de deformación y en cuyo eje de abscisas se representa los valores de temperatura en escala Kelvin [K]. Las líneas que se observan son líneas para un mismo valor de η_J. Cada par de puntos ($\ln \dot{\varepsilon}$, T), correspondiente a una velocidad de deformación y a una temperatura, originan un valor determinado η_J para un proceso de deformación a alta temperatura del acero experimental (Ec. 5.31). De esta forma cada línea conecta los pares de puntos ($\ln \dot{\varepsilon}$, T) que tienen un mismo valor η_J.

En el mapa representado en la Figura 5.26 se observa que el valor de η_J aumenta a medida que aumenta la temperatura y disminuye la velocidad de deformación del proceso. El recuadro punteado del mapa representa la zona de máxima eficiencia. El valor máximo de η_J que se observa es de 0,17 y es característico de procesos que se realizan desde una temperatura de 1418 K hasta una temperatura de 1523 K (desde 1145 ºC hasta 1250 ºC), y para valores de logaritmo de velocidades de deformación de, aproximadamente, ln (0,37 s^{-1}) ≈ -1 y ln (1,82 s^{-1}) ≈ 0,6. Desde un punto de vista metalúrgico significa que a medida que el proceso de deformación aumente su temperatura hasta 1250 ºC y disminuya su velocidad de deformación a ln(0,37 s^{-1}) ≈ -1, aumentarán los procesos microscópicos de disipación en el interior del acero y se alcanzará la zona de máxima eficiencia (delimitada por el recuadro punteado negro) del proceso caracterizada por producirse en ella la mayor transformación interna irreversible en el acero. Esto último es importante, ya que en cualquier proceso de

deformación a alta temperatura siempre se buscan cambios microestructurales en el material que mejoren las propiedades físicas del mismo. Cuanto mayor valor tenga la función η_J mayor será la probabilidad de que haya ocurrido una transformación microestructural irreversible. En este caso, aunque el mapa no indica de manera precisa qué cambios microestructurales han tenido lugar, sí indica que la mayor probabilidad de cambios internos microestructurales tendrá lugar a medida que aumente la temperatura y disminuya la velocidad de deformación del proceso termomecánico.

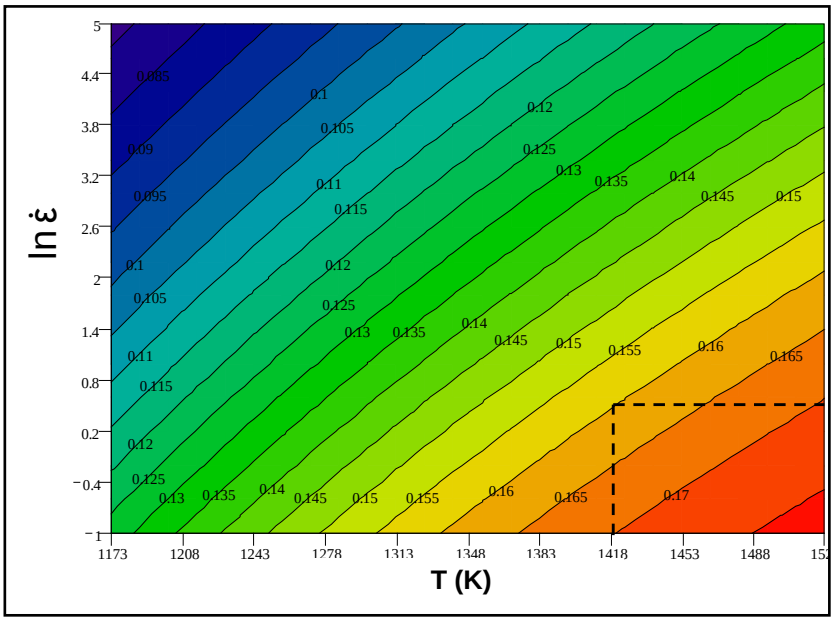

Figura 5.26. Mapa que representa el valor η_J respecto de ln ε̇ y de T (K) del acero experimental.

5.2.7.2. Estudio de la estabilidad mecánica: aplicación del Primer Criterio de Liapunov.

La estabilidad mecánica del acero experimental producido por el propio efecto de la deformación se analizó aplicando el Primer Criterio de Liapunov (Ec. 5.28). El criterio establece que a medida que aumente la estabilidad mecánica del acero durante la deformación, el valor de la derivada de la función m respecto de la velocidad de deformación (Ec. 5.32) tiende a ser más negativo. Para aplicar el Primer Criterio se elaboró el mapa mostrado en la Figura 5.27. En el eje de ordenadas se representa el logaritmo neperiano de la velocidad de deformación y en el eje de abscisas se representa la temperatura en escala Kelvin. Se observan unas líneas con unos valores determinados que corresponden a los valores $\frac{\delta m}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$. Cuanto más negativo sea este valor, la deformación del acero experimental será más estable mecánicamente y el efecto de la propia deformación no inducirá a crear zonas de nucleación de grietas. Según se observa en la Figura 5.27, los valores del factor $\frac{\delta m}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ muestran

un comportamiento simétrico respecto de la región comprendida entre las líneas con valores de -0,013, siendo esta última la zona de máxima estabilidad.

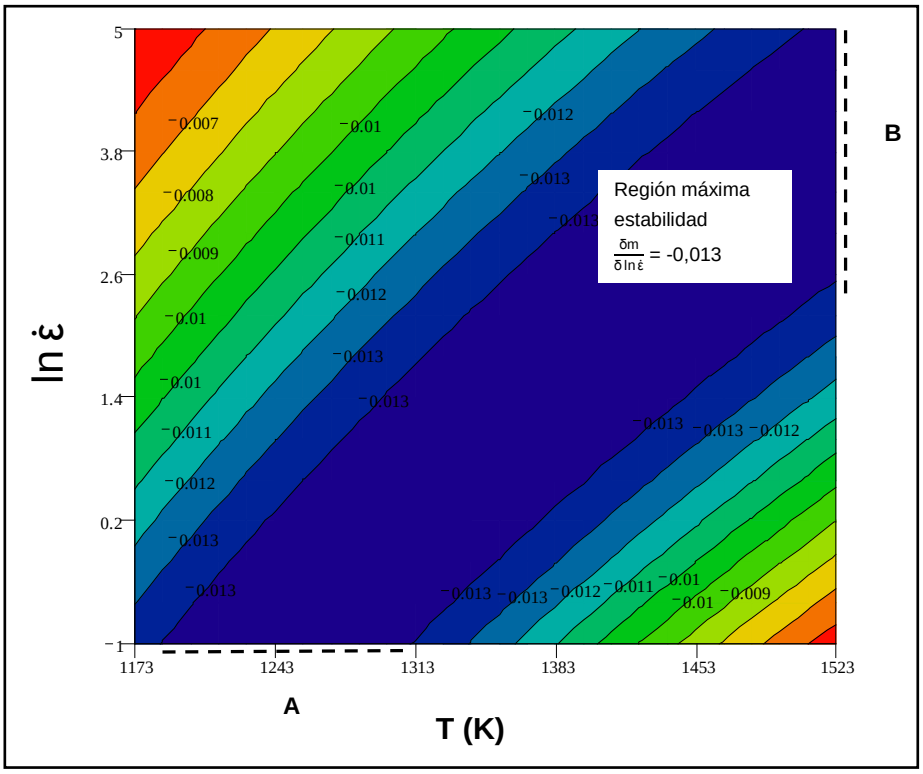

Figura 5.27. Mapa que representa el valor $\frac{\delta m}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ respecto de $\ln \dot{\varepsilon}$ y de T (K) del acero experimental.

Otra tendencia observada es que a medida que aumenta la temperatura del proceso, la zona de mayor estabilidad se encuentra en un rango mayor de velocidades de deformación. De esta forma, para un rango de temperaturas entre 1173 K (900 ºC) y 1313 K (1040 ºC) la zona de máxima estabilidad, delimitada por la recta discontinua **A**, se encuentra para un logaritmo de velocidad igual a ln (0,37 s^{-1}) ≈ -1. Sin embargo, para temperaturas próximas a 1523 K (1250 ºC), la estabilidad máxima del proceso se obtiene para un rango de velocidades entre ln (13,46 s^{-1}) ≈ 2,6 y ln (148, 41 s^{-1}) ≈ 5, según muestra la recta discontinua **B**.

5.2.7.3. Estudio de la estabilidad mecánica: aplicación del Segundo Criterio de Liapunov.

La temperatura también afecta a la estabilidad mecánica del acero experimental durante el proceso de deformación. Se observó que aplicando el Segundo Criterio de Liapunov (Ec. 5.29), se determinaban los rangos de velocidades de deformación y temperaturas a los cuales el calor emitido o absorbido durante el proceso no afectaba a la estabilidad del mismo. La función relacionada con el efecto térmico sobre la estabilidad mecánica era la función entropía

s. (Ec. 5.34). De la misma forma que ocurría con la deformación, la mayor estabilidad del proceso termomecánico está asociado a un valor $\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ más negativo (Ec. 5.29).

En la Figura 5.28, y al igual que en las Figuras 5.26 y 5.27, el eje de ordenadas representa los valores de la velocidad de deformación y el eje de las abscisas la temperatura. En el gráfico se observa que el valor de $\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ es cada vez menos negativo a medida que aumentan la temperatura y la velocidad de deformación.

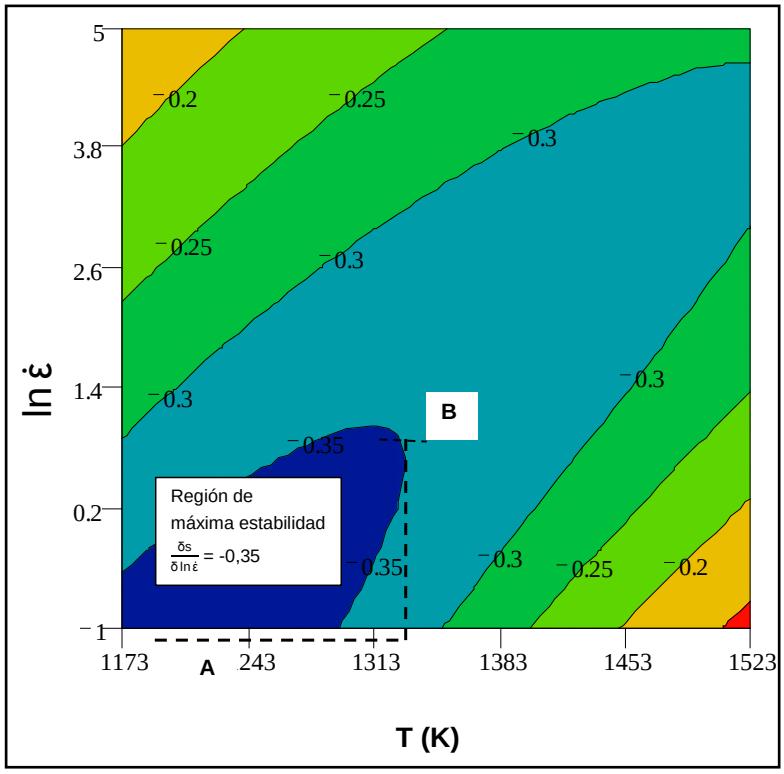

Figura 5.28. Mapa que representa el valor $\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ respecto de $\ln \dot{\varepsilon}$ y de T (K) del acero experimental.

En el gráfico se observa que las temperaturas que aseguran una estabilidad mayor para velocidades de deformación bajas, en torno a ln (0,37 s^{-1}) ≈ -1, están comprendidas en el rango entre 1173 K (900 ºC) y 1330 K (1057 ºC), señaladas en el gráfico con una recta discontínua **A**. El rango de temperaturas que determina la zona más estable se va estrechando a medida que aumenta la velocidad de deformación. Cuando se alcanza una velocidad de ln (2,7 s^{-1}) ≈ 1, aproximadamente, se llega al límite de la zona de máxima estabilidad, señalada con una recta discontínua **B**.

5.2.7.4. Estudio de la estabilidad y eficiencia del proceso de deformación a una velocidad de deformación de 10 s^{-1}.

La elaboración de estos mapas de procesado sirve para predecir el comportamiento y la estabilidad del acero cuando se pretenden realizar procesos de deformación a velocidades y temperaturas fijas. Si se mantiene constante una velocidad de deformación, se observa el rango de temperaturas a los cuales el acero está sometido a mayores cambios microestructurales y tiene mayor estabilidad mecánica. Por este motivo, estos mapas son herramientas de mucha ayuda para determinar los rangos de temperaturas más óptimos para una velocidad de deformación fija. En los procesos de deformación característicos de aceros a alta temperatura, las velocidades son del orden de 14 s^{-1} [25]. Por eso, es interesante realizar un estudio de los rangos de temperatura óptimos para un proceso de deformación del acero experimental a una velocidad constante de 10 s^{-1}.

En primer lugar, en el mapa para el valor η_J de la Figura 5.29.A se observa que para una velocidad de 10 s^{-1} la energía máxima invertida para producir transformaciones microestructurales irreversibles corresponde a un valor $\eta_J = 0,15$. Este valor no pertenecía a la región de máxima eficiencia descrita en la Figura 5.26, que era igual a $\eta_J = 0,17$. Sin embargo, es el valor más próximo a él y define el rango de temperaturas con mayor eficiencia posible a una velocidad de ln (10 s^{-1}) = 2,3. Haciendo los cálculos correspondientes, este rango de temperaturas abarca desde 1423 K (1150 ºC) hasta 1473 K (1200 ºC) aproximadamente. Estos valores van a estar en consonancia con los rangos calculados para la estabilidad mecánica.

A continuación, se fijan los rangos de temperaturas donde el procesado del acero es más estable. En primer lugar, se observa la gráfica correspondiente al Primer Principio de Liapunov, en la Figura 5.29.B. En el apartado anterior se determinó que la zona de máxima estabilidad correspondía a la región comprendida entre las líneas de valor = -0,013. Si se fija una velocidad de deformación de 10 s^{-1}, y se hacen los cálculos correspondientes, la zona de máxima estabilidad abarca desde una temperatura de 1373 K (1100 ºC) hasta una temperatura de 1473 K (1200 ºC), aproximadamente.

Por último, según se observa en la gráfica correspondiente al Segundo Principio de Liapunov, mostrada en la Figura 5.29.C, la zona de máxima estabilidad mecánica corresponde a la región donde la función $\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ alcanzaba un valor igual o menor que -0,35. Si se fija una velocidad de deformación de ln (10 s^{-1}) = 2,30, se observa que no hay ningún rango de temperatura que para el cual la estabilidad máxima tenga un valor igual o menor de -0,35. La zona de mayor estabilidad para cualquier rango de temperaturas a una velocidad de 10 s^{-1} corresponde a un valor de -0,30. La región que abarca valores de $\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ igual a -0,30 a

ln (10 s^{-1}) = 2,3 comienza a una temperatura de 1263 K (990 ºC) y alcanza un valor máximo a una temperatura de 1450 K (1177 ºC), aproximadamente.

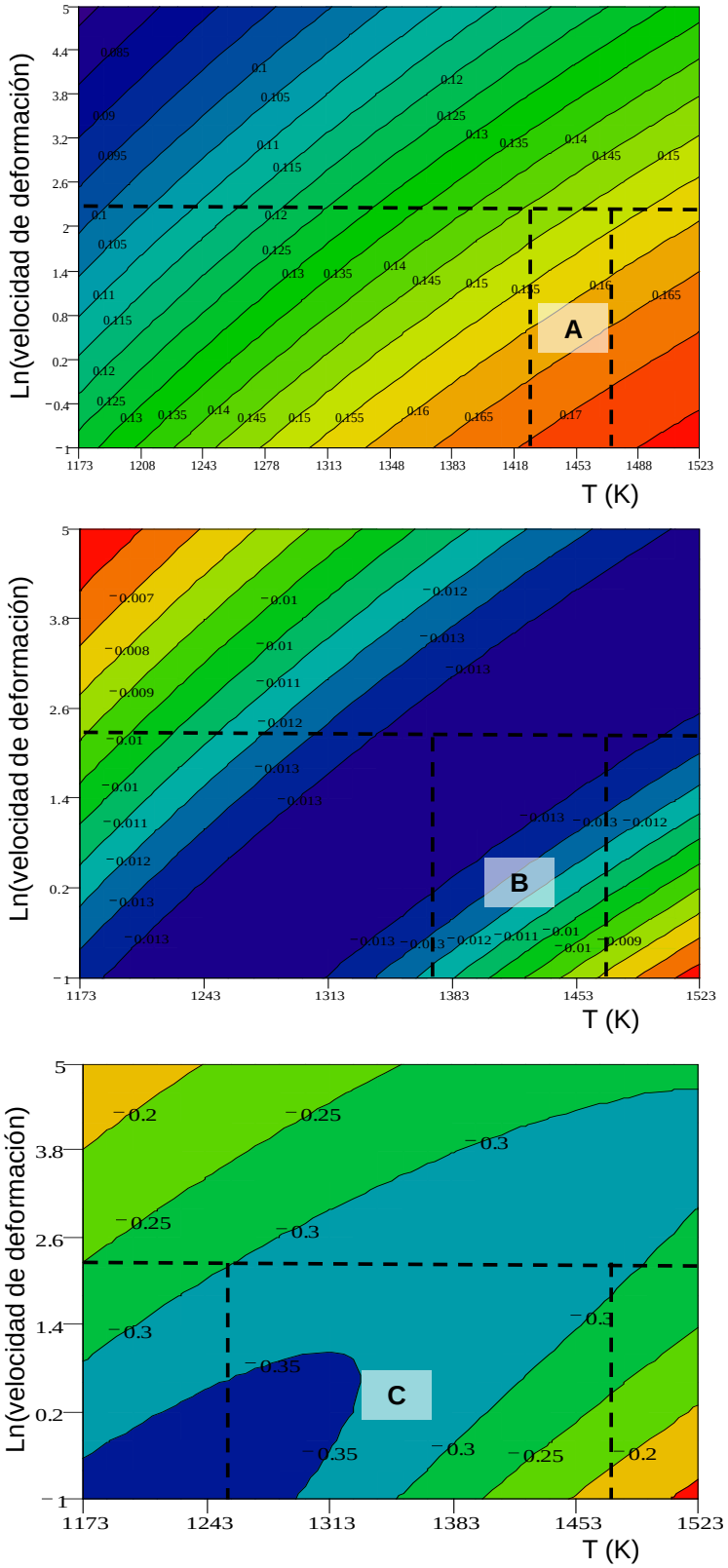

Figura 5.29. Rangos de temperatura obtenidos para A) máxima eficiencia B) Primer Criterio de Liapunov y C) Segundo Criterio de Liapunov del acero experimental a $\dot{\varepsilon}$ = 10 s^{-1}.

Sin embargo, la estabilidad mecánica hasta 1473 K (1200 ºC) es alta. De esta forma, se puede elegir esta temperatura como límite superior para ambos criterios de estabilidad mecánica.

Una vez hecho el análisis para cada gráfico, hay que seleccionar el rango de temperaturas donde el proceso de deformación del acero experimental alcanza mayor estabilidad mecánica y mayor eficiencia en las transformaciones microestructurales del acero. En la Tabla 5.4 se muestra un resumen de los resultados obtenidos.

Tabla 5.4. Cuadro-resumen rango de temperaturas a $\dot{\varepsilon} = 10\ s^{-1}$ para procesos de máxima eficiencia y estabilidad mecánica para el acero experimental.

$\dot{\varepsilon} = 10\ s^{-1}$		
Función	**Valor de la función**	**Rango de temperaturas (ºC)**
η_J	0,15	1150-1200
$\frac{\delta m}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$	-0,013	1100-1200
$\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$	-0,30	990-1200

La intersección de los rangos de temperatura obtenidos en la región de máxima estabilidad mecánica, definida por los dos criterios de Liapunov, junto con la región de máxima eficiencia de deformación, muestra que el rango de temperaturas desde 1150 ºC hasta 1200 ºC es el más óptimo para asegurar un proceso con la máxima eficiencia posible y la máxima estabilidad mecánica.

5.3. Discusión de los resultados obtenidos.

5.3.1. Influencia de los elementos de aleación sobre el valor de la energía de activación Q.

Todo el estudio realizado de la deformación del acero experimental a alta temperatura se ha fundamentado en el uso de su ecuación de Garofalo, cuyos factores fueron ajustados con los resultados obtenidos de los ensayos de compresión y tracción a alta temperatura. Esta ecuación sirvió de base para la elaboración de los mapas de estabilidad mecánica y eficiencia energética, que a su vez estaban relacionados con las propiedades de deformación del acero a altas temperaturas. Esto demuestra que un ajuste óptimo de la ecuación de Garofalo implica una mejor selección de las zonas de máxima estabilidad y eficiencia energética del acero, por lo que resulta conveniente conocer la influencia que tienen sobre los parámetros de la ecuación de Garofalo los factores relacionados con la composición y la microestructura del acero.

En este sentido, la energía de activación Q está influenciada por la composición del acero, el tamaño de grano y la dispersión de partículas precipitadas como los carburos, que a su vez están relacionados con la presencia de niobio y vanadio. En la composición del acero experimental se observó la presencia de niobio (0,08 %, en peso), vanadio (0,12 %), cromo (1,12 %), además de níquel (3,85 %). Los tres primeros elementos son formados de carburos y el cuarto influye de manera notable en el efecto de arrastre de soluto [26]. La precipitación de estos carburos pueden afectar al crecimiento de grano durante la recristalización dinámica, retrasando el avance de las fronteras de grano y provocando una reducción del tamaño medio del grano austenítico [3,13,27] aumentado sus propiedades mecánicas. De igual forma, también pueden influir en la cinética de la recristalización dinámica, llegando incluso a reducirla [3,28]. De todo esto se deduce que la presencia de ciertos tipos de elementos en la composición del acero va a influir, a priori, en el valor de la energía de activación Q durante la deformación a altas temperaturas. Según la tesis de I. Rieiro [11], el valor Q está asociado a la probabilidad de los átomos del núcleo de una dislocación para superar una determinada barrera de potencial en su desplazamiento en el interior del grano a una temperatura y bajo la acción de una fuerza exterior, y los elementos de aleación influyen en el valor de esa probabilidad. Todos los elementos de aleación presentes en el acero experimental, exceptuando el carbono, aumentan la energía de activación formando carburos precipitados en el interior de grano a temperaturas bajas [29] o disueltos en la matriz austenítica a temperaturas más altas [13,30]. Esto último indica que el valor de la energía de activación Q está asociado al proceso difusivo que controla el mecanismo de deformación. Si el mecanismo está controlado por un proceso de difusión de vacantes a través de la red, el valor se acercará a la energía de autodifusión en austenita del elemento con mayor concentración en el acero, que es el hierro. Si el mecanismo está controlado por difusión de vacantes a través de dislocaciones y fronteras de grano, el valor obtenido para Q será más bajo [7].

Por ello, resulta muy útil analizar la relación de la energía de activación Q con los distintos elementos de aleación presentes en el acero, al ser la composición un factor de más fácil control en el diseño de aceros nuevos. En los estudios de S. F. Medina y C. A. Hernández [13] se demostró que los elementos microaleados como el niobio y, en menor medida, el vanadio aumentaban la energía de activación y, sin embargo, la presencia de carbono reducía su valor. En este estudio se desarrolló una expresión (Ec. 5.45) que relacionaba el valor de la energía de activación Q con la composición, en porcentaje en peso, del acero. Esta expresión fue obtenida a partir del ajuste de los datos obtenidos con diversos tipos de aceros.

$$Q_{\text{Medina-Hernández}}\ (\text{J mol}^{-1}) = 267000 - 2535{,}52\ (x_C) + 1010\ (x_{Mn}) + 33620{,}76\ (x_{Si}) + \\ + 35651{,}28\ (x_{Mo}) + 93680{,}52\ (x_{Ti})^{0{,}5919} + 31673{,}46\ (x_V) + 70729{,}85\ (x_{Nb})^{0{,}5649} \qquad \text{(Ec. 5.45)}$$

En la ecuación se observa que la presencia de elementos de aleación (V y, sobre todo, Nb) contrarresta el efecto minimizador de la energía de activación por parte del carbono. De igual forma, también se ha comprobado la expresión desarrollada por A. A. Vasilyev, S. F. Sokolov, N. G. Kolbasnikov, D. F. Sokolov [31,32] (Ec. 5.46), donde el término y_i es la concentración molar porcentual del elemento correspondiente. En este caso, se observan diferencias respecto a la anterior ecuación. En primer lugar, los autores han tenido en cuenta el efecto del níquel, que es un elemento que reduce el valor final de la energía de activación. La otra diferencia radica en el papel que desempeña el vanadio.

$$Q_{.[Vasilyev]}\ (J\ mol^{-1}) = 311691 - 278242\left(1-e^{(-0,394y_C)}\right) + 88752(y_{Mn})^{0,31} + 22801(y_{Si}) + \\ + 84864(y_{Mo})^{0,65} - 38575(y_{Ni})^{0,3} - 7298(y_V) + 132594(y_{Nb})^{0,263} + 82128(y_{Ti})^{0,401} \qquad \text{(Ec. 5.46)}$$

En la expresión desarrollada por S. F. Medina, el vanadio aumentaba la energía de activación durante la deformación. Sin embargo, en la ecuación de A. A. Vasilyev, el vanadio reduce la energía de activación, al igual que el carbono y el níquel. El análisis del efecto de los microaleantes sobre el valor de la energía de activación no se ha realizado en base a su facilidad para formar carburos precipitados que dificulten el avance de la frontera de grano recristalizado, sino por su efecto sobre las fuerzas de enlace en la austenita. En estudios realizados sobre la distorsión dinámica de la red cristalina de la austenita, se muestra que la adición de Mn, Mo y Nb decrece la amplitud media de las oscilaciones térmicas a una temperatura dada, disminuyendo la probabilidad de rotura de enlace, mientras que el vanadio tiene el efecto contrario.

El valor obtenido experimentalmente para el acero experimental se asemeja a los calculados en los trabajos de S. F. Medina y C. A. Hernández, F. S. Buffington et al. [23], M. Kang et al. [33], H. S. Zurob et al. [34], y J. Castellanos y M.Carsí [35] , como se observa en la Tabla 5.5. El valor obtenido de Q para el acero experimental muestra que el mecanismo de deformación está relacionado con el trepado de dislocaciones y el mecanismo de control es la difusión de vacantes a través de la matriz austenítica, como prueba el hecho de que el valor experimental obtenido (277 $kJ \cdot mol^{-1}$) esté cerca de los valores para la autodifusión del hierro en austenita, mostrados en la Tabla 5.5, y que sea mayor, de manera significativa, que los valores correspondientes a la difusión a través de dislocaciones (164 $kJ \cdot mol^{-1}$ [7]) o a través de fronteras de grano (entre 149 $kJ \cdot mol^{-1}$ [36] y 160 $kJ \cdot mol^{-1}$ [7]).

Sin embargo, llegados a este punto hay que volver a analizar el efecto que otros parámetros estructurales tienen sobre la energía de activación. Las ecuaciones anteriormente descritas sólo muestran una relación directa entre Q y la composición. No pueden considerarse modelos ya que no aparece ninguna referencia a otros factores característicos

que pueden afectar al valor de Q como la deformación y el tamaño de grano inicial. Esto significa que, además de la composición, la selección de las propias variables de trabajo y la microestructura inicial pueden también influir en el valor obtenido Q para un acero determinado.

Tabla 5.5. Valores de Q (kJ/mol) para la autodifusión de los átomos de hierro en austenita.

$Q_{autodifusión\ Fe\text{-}\gamma}$ $(kJ \cdot mol^{-1})$	Referencia
267	S. F. Medina, C. A. Hernández [13]
312	A. A. Vasilyev, et al. [31,32]
270	F. S. Buffington et al. [23]
285	M. Kang et al. [33]
286	H. S. Zurob et al. [34]
260	J. Castellanos, M.Carsí [35]

Hay que recordar que los datos utilizados para realizar el ajuste de la ecuación de Garofalo fueron los correspondientes a la tensión de pico máxima σ_p de cada ensayo. Este valor de σ_p está relacionado con su correspondiente ε_p, que es la deformación necesaria para que se inicie la recristalización dinámica. Por lo tanto, al haber utilizado valores de σ_p para realizar el ajuste a la ecuación de Garofalo, el valor Q obtenido se considera muy próximo al valor de la energía de activación necesaria para el inicio de la recristalización dinámica [37]. Respecto a la relación entre la energía Q y la deformación, se pueden citar diferentes trabajos [38,39] donde se han demostrado una relación que relaciona el valor del parámetro de Zener-Hollomon (Z), donde se encuentra implícita la energía de activación Q, con la deformación pico ε_p obtenida para una tensión máxima σ_p (Ec. 5.47). El coeficiente B y los exponentes p_1 y p_2 son parámetros de ajuste obtenidos para cada tipo de acero. De igual forma, hay que señalar que también se han desarrollado estudios que relacionan el valor de la energía de activación con la deformación ε en el acero por medio de una relación polinómica entre ambos parámetros. [40,41].

$$\varepsilon_p = BD_0^{p_1} Z^{p_2} \qquad \text{(Ec. 5.47)}$$

En cuanto al tamaño inicial de grano, sí hay estudios que han demostrado que tiene una influencia directa sobre la energía de activación. En este sentido, hay que destacar el trabajo llevado a cabo por J. Castellanos y M. Carsí [35], donde se demuestra que para un mismo tipo de acero, el valor obtenido de Q era más pequeño en muestras con tamaño de grano pequeño que el obtenido en muestras con tamaño de grano más grueso. El motivo principal se debía a la ralentización en la recristalización del acero con grano grueso respecto del acero con grano

fino, debido a que las fronteras de grano son sitios preferentes de nucleación, lo que implica una minimización del valor de Q. En este trabajo también se demostró que la mayor estabilidad mecánica y la mayor eficiencia térmica se obtenía para una aleación con un tamaño de grano inicial del orden de 20 μm, respecto de los valores obtenidos para muestras de la misma aleación pero con un tamaño de grano inicial del orden de 100 μm. El acero de tamaño de grano fino tiene una estabilidad 40 % superior a la del acero de tamaño de grano grueso frente a grietas de conformado. De igual forma, el acero de tamaño de grano fino tiene un rendimiento energético 15 % superior al del acero de tamaño de grano grueso. Por último, en este mismo trabajo se observó que los niveles máximos de estabilidad mecánica y eficiencia energética del acero con tamaño de grano pequeño eran muy parecidos a los obtenidos para el acero experimental, Figuras 5.26, 5.27 y 5.28.

De lo anterior se derivan tres hechos importantes. En primer lugar, aceros con tamaño de grano fino tienen unas energías de activación Q menores que las de los aceros con un tamaño de grano grueso. En segundo lugar, un acero con un tamaño de grano pequeño tiene mayor eficiencia y estabilidad mecánica que otro acero con tamaño de grano grueso. Y en tercer lugar, la eficiencia energética y la estabilidad mecánica durante la deformación a alta temperatura del acero experimental es muy parecida a las del acero de grano fino del estudio de J. Castellanos y M. Carsí. De estos tres hechos se llega a la conclusión de que la influencia de los carburos de niobio, que tienen menor solubilidad a altas temperaturas que los de vanadio (apartado 3.3 del capítulo de Introducción Teórica de esta tesis) y por ello un mayor efecto en el control del tamaño de grano inicial del acero experimental, va a ser un factor importante en la optimización de los procesos de deformación a alta temperatura del acero experimental. Por otro lado, la energía de activación Q obtenida del ajuste es, por otro lado, un buen indicador de la capacidad de mejora del rendimiento y de la estabilidad del proceso, dando a entender que para valores más bajos de Q, más eficiente y estable va a ser el proceso de deformación a alta temperatura.

5.3.2. Análisis del rango de temperaturas de trabajo obtenido para el acero experimental.

El rango de temperaturas que asegura, para el acero experimental, una buena eficiencia térmica y una máxima estabilidad mecánica para unas condiciones de deformación (10 s^{-1}) características de un proceso industrial está comprendido entre 1150 y 1200 ºC. La cuestión es saber si este rango es lo suficientemente bajo para considerar que su deformación sea lo suficientemente económica, desde un punto de vista energético y, por lo tanto, económico y medioambiental. Analizando otros aceros utilizados para herramientas, y con una composición coincidente con la del acero experimental, se ha podido comprobar el rango obtenido para el

acero experimental. En el caso del acero 1.2764, cuya composición se muestra en la Tabla 5.6, se ha encontrado que ,en término medio, el rango de temperatura recomendado para deformación en caliente corresponde al intervalo 850-1050 ºC [42].

Tabla 5.6. Composición del acero experimental y del acero 1.2764.

Material	Elemento (% en peso)											
	C	**Mn**	**Si**	**P**	**S**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Cu**	**V**	**Nb**	**Fe**
Acero experimental	0,22	0,19	0,33	0,014	0,010	1,24	3,85	-	0,15	0,12	0,08	Balance
Acero 1.2764	0,19	0,30	0,25	-	-	1,25	4,05	0,20	-	-	-	Balance

Se observa que el rango de temperaturas del acero experimental es ligeramente mayor. Este aumento de temperatura para el proceso de trabajo puede suponer un pequeño aumento en el gasto energético y económico para la deformación del acero experimental respecto al acero 1.2764. Sin embargo, a lo largo de toda esta tesis doctoral se ha verificado el efecto positivo de los elementos de aleación niobio y vanadio para conseguir aceros lo suficientemente duros con una alta estabilidad dimensional y con unas buenas propiedades de estabilidad mecánica y eficiencia energética para su deformación a alta temperatura, con una capacidad de mejora de sus propiedades de resistencia al desgaste. Todo ello compensa ese pequeño aumento de su intervalo de temperaturas de proceso respecto de la del acero 1.2764. Por esta razón, los resultados obtenidos en esta tesis doctoral se han transferido a la industria (proyecto “PET2007_0475_02”) para una posterior mejora de sus capacidades para la elaboración de prototipos y punzones.

5.4. Conclusiones.

- Los valores obtenidos a partir de los ensayos de compresión y tensión a temperaturas altas del acero experimental se ajustan a la ecuación de Garofalo de manera correcta desde un punto de vista estadístico. El uso de esta ecuación es válido para la elaboración de los mapas de eficiencia energética y estabilidad mecánica.

- Los valores de la energía de activación Q fueron de 277 $kJ \cdot mol^{-1}$ y el valor del exponente fue igual a 4,4. Según la comparación realizada con los valores obtenidos en los estudios realizados por otros autores, el valor de Q se aproxima a la energía de autodifusión de los átomos de hierro en la matriz austenítica, y es consistente con un mecanismo de deformación basado en el deslizamiento y escalada de dislocaciones y controlado por difusión en red.

- La precipitación de carburos de niobio precipitados en el acero experimental es un factor importante y que van a influir en el afino del tamaño de grano inicial, justo en el momento en el que alcanza la máxima tensión σ_p, mejorando la eficiencia energética y la estabilidad mecánica del proceso de deformación a altas temperaturas del acero experimental.

- Las temperaturas que aseguran una eficiencia alta y una máxima seguridad mecánica en el proceso de deformación a temperaturas altas y a las velocidades de deformación características en procesos industriales (10 s^{-1}) están entre 1150 ºC y 1200 ºC. El rango de temperatura de trabajo para la deformación a alta temperatura del acero experimental es ligeramente superior al rango de temperatura para el acero 1.2764, de similar composición. Sin embargo, este hecho es compensado por la capacidad que tiene el acero experimental para ser lo suficientemente duro, poder ser enfriado a temperaturas suaves, tener una buena estabilidad dimensional, una capacidad alta de mejora de sus propiedades de resistencia al desgaste, y buenas propiedades de estabilidad mecánica y eficiencia energética para su deformación a alta temperatura. Todo ello es debido al efecto positivo que tienen los elementos niobio y vanadio presentes en la composición química del acero experimental, como se ha comprobado en el estudio realizado a lo largo de esta tesis doctoral.

- Los resultados obtenidos en esta tesis doctoral se han transferido a la industria (proyecto “PET2007_0475_02”) para una posterior mejora de sus capacidades para la elaboración de prototipos y punzones para la estampación en caliente de aluminio-magnesio.

5.5. Bibliografía.

[1] P. Fernández. “Dislocaciones en medios elásticos”, Lecciones de la asignatura “Defectos de Materiales (II)”, Departamento de Ciencia de Materiales, Facultad de Física, Universidad Complutense de Madrid, 2003, http://piloto.fis.ucm.es/paloma1/, 13 de Diciembre de 2013.

[2] P. L. Mangonon, “Ciencia de Materiales: selección y diseño”, 1ª Ed., Pearson Educación, Naucalpán de Juárez,, Méjico, pp. 270-315, 2001.

[3] E. Wahabi, “Caracterización Termomecánica de Aceros Inoxidables AusteníticosAISI-304”. Tesis Doctoral, Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politécnica de Catalunya, Barcelona, pp. 15-35, 2002.

[4] C. Aguilar, J. Marín, S. Ordóñez, D. Celentano, F. Castro, V. Martínez. Rev.Metal”Estudio estructural de polvos Cu-Cr aleados mecánicamente” Vol. 42, Nº 5, pp.334-344, 2006.

[5] J. M. Cabrera, “Caracterización mecánico-metalúrgica de la conformación en caliente del acero microaleado de medio carbono 38MnSiVS5”. Tesis Doctoral. Doctoral. Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politécnica de Catalunya, Barcelona, pp.91-122, 1995.

[6] M. J. Luton, C. M. Sellars, "Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation", Acta Metallurgica, Vol 17, Nº 8, pp. 1033-1043, 1969.

[7] A. Fernández. “Caracterización y optimización tecnológica de un acero hipereutectoide. Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, pp. 4.1-4.13, 2001.

[8] P. Fernández, “Dislocaciones en medios elásticos”. Lecciones de la asignatura “Defectos de Materiales (II)”, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, http://material.fis.ucm.es/paloma/apuntes/_private/notas/extensos/fronterast.pdf, 1 de Diciembre de 2012.

[9] J. H. Ree, “Grain boundary sliding in experimental deformation of octachloropropane”, Journal of the Virtual Explorer, Vol. 2, 2000, http://virtualexplorer.com.au/special/meansvolume/contribs/ree/index.html, (29 de Noviembre de 2012).

[10] J. Weertman, “Theory of steady-state creep based on dislocation climb”, Journal of Applied of Physics, Vol.26, Nº.10, pp.1213-1217, 1955.

[11] I. Rieiro, “Estudio y resolución de la ecuación fenomenológica de Garofalo para la fluencia plástica en estado estacionario de materiales metálicos policristalinos. Determinación de su capacidad de aplicación y base física”. Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, pp. 232-285, 1997.

[12] F. Garofalo, “An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metal”, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 227, Nº 2, pp. 351-355,1963.

[13] S. F. Medina, C. A. Hernández, “General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels”, Acta Materialia, Vol. 44, Nº. 1, pp.137-148, 1996.

[14] I. Rieiro, A. Fernández, A. Martínez, M. Carsí, “Construcción de mapas de estabilidad y eficiencia de procesos de deformación de materiales metálicos policristalinos a partir de la ecuación de Garofalo”, Revista de Metalurgia, Vol. 34, Nº Extra, pp. 355-361, 1998.

[15] A. A. Omar, J. M. Prado, “Criterios de predicción de inestabilidades plásticas en procesos de deformación en caliente. (Parte I: Revisión teórica)”. Revista de Metalurgia, Vol. 46, Nº 2, pp. 143-161, 2010.

[16] H. Frost, M. F. Ashby, “Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics”, http://engineering.dartmouth.edu/defmech/home.htm (12 de Diciembre de 2013).

[17] Y. V. R. K. Prasad, H. L. Gegel, S. M. Doraivelu, J. C. Malas, J. T. Morgan, K. A. Lark, D. R. Barker, “Modeling of dynamic material behavior in hot deformation: forging of Ti-6242”, Metallurgical Transactions,Vol.15A ,pp.1883-1892, 1984.

[18] J. Kavulicova, D. Ivanova, J. Durisin, G. Sucik, M. Skrobian, “Calculation of liquidus temperature for steel by Le Chatelier-Shreder and van Laar-Bowen equations”, Kovove Materialy Metallic Materials, Vol.44, Nº.3, pp.181-184, 2006.

[19] J. A. Jiménez, M. Carsí, F. Peñalba, G. Frommeyer, O. A. Ruano, "Propiedades mecánicas a alta temperatura de nuevos aceros inoxidables austeníticos con bajo contenido de Ni", Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol.S1, Nº.2, pp.793-798, 2009.

[20] I. Rieiro, M. Carsí, F. Peñalba, "Propuesta de un método de ordenador para resolver el ajuste a la ecuación de Zener-Hollomon (Garofalo)", Revista de Metalurgia, Vol. 32, Nº.5, pp.321-328, 1996.

[21] I. Rieiro, O. A. Ruano, M. Eddahabi, M. Carsí, "Integral method from initial values to obtain the best fit of the Garofalo's creep equation", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 78, Nº.1-3, pp. 177-183, 1998.

[22] J. Castellanos, I. Rieiro , M. Carsi, J. Muñoz, O.A. Ruano, "Analysis of several methods for the data conversion and fitting of the Garofalo equation applied to an ultrahigh carbon steel", Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Vol.19, Nº 2, pp.56-63, 2006.

[23] F. S. Buffington, K. Hirano, M. Cohen, "Self diffusion in iron", Acta Metallurgica, Vol. 9, Nº 5, pp. 434-439, 1961.

[24] J. Castellanos, I. Rieiro, M. Carsí, O. A. Ruano, "Analysis of Garofalo equation parameters for an ultrahigh carbon steel", Journal of Materials Science, Vol. 45, Nº. 20, pp. 5522-5527, 2010.

[25] F. Peñalba, M. Carsí, C. García de Andrés, F. Zapirain, M. P. De Andrés, "Characteristics of vanadium and titanium microalloyed steels forged at intermediate (Warm) temperatures through simulation by torsion", ISIJ International, Vol. 32, Nº. 2, pp. 232-240, 1992.

[26] Z. Liu, G. Wang, T. Narita, "Numerical modeling of growth kinetics of pro-eutectoid ferrite transformed from austenite in Fe-C-Sigma X alloys", Journal of Materials Science & Technology, Vol. 21 ,Nº. 6, pp. 795-798, 2005.

[27] A. A. Gorni, "Modelling the effect of alloy elements in the hot strength of steel", International Conference about Engineering Applications of Neural Networks, Estocolmo, pp 143-150, 1997.

[28] R. Kaspar, O. Pawelski, "Austenite grain in the process of thermomechanical treatment", Stahl und Eisen, Vol. 57, pp. 199-206, 1986.

[29] J. Liu, H. Chang, R. Wu, T. Y. Hsu, X. Ruan, "Investigation on hot deformation behavior of AISI T1 high-speed steel", Materials Characterization, Vol. 45, Nº 3, pp.175-186, 2000.

[30] S. Hotta, T. Murakami, T. Narushima, Y. Iguchi, C. Ouchi, "Effects of dynamic recrystallization on gamma grain refinement and improvement of micro segregation of As cast Austenite in 9% Ni steel", ISIJ International, Vol. 45, Nº 3, pp.338-346, 2005.

[31] A. A. Vasilyev, S.F. Sokolov, N. G. Kolbasnikov, D.F. Sokolov, "Effect of alloying on the self-diffusion activation energy in γ-iron", Physics of the Solid State, Vol 53, Nº. 11, pp. 2194-2200, 2011.

[32] A. A. Vasilyev, D. F. Sokolov, N. G. Kolbasnikov, S. F. Sokolov, "Modeling of the $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation in steels", Physics of the Solid State, Vol. 54, Nº 8, pp. 1669-1680, 2012.

[33] M. Kang, M. X. Zhang, F. Liu, M. Zhu, "Kinetics and morphology of isothermal transformations at intermediate temperatures in 15CrMnMoV steel", Materials Transactions, Vol.50, Nº. 1, pp.123-129, 2009.

[34] H. S. Zurob, C. R. Hutchinson, Y. Brechet, G. Purdy."Modeling recrystallization of microalloyed austenite: effect of coupling recovery, precipitation and recrystallization", ActaMaterialia, Vol. 50, Nº 12, pp.3077-3094, 2002.

[35] J. Castellanos, V. Gutiérrez, I. Rieiro, O. A. Ruano, M. Carsí, "Influencia de la microestructura de partida en la ecuación constitutiva para la fluencia del acero", Revista de Metalurgia, Vol. 45, Nº 1, pp. 70-75, 2009.

[36] S. F. Medina, A. Quispe,"Improved model for static recrystallization kinetics of hot deformed austenite in low alloy and Nb/V microalloyed steels", Vol. 41,Nº.7,pp.774-781,2001.

[37] Qii-Ying, Xiao Fu-ren, Zhang Xiao-bing, CaoYa-bin, Liao Bo, "Effects of contents of Nb and C on hot deformation behaviors of high Nb X80 pipeline steels", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 19, pp 1395-1399, 2009.

[38] G. E. San Martín, S. I. Nuñez Pettinari, J. E. Ruzzante, G. F. Merlone, " Prediction of the onset of dynamic recrystalization in different types of steels". Scripta Metallurgica et Materialia", Vol. 26, pp.405-410, 1992.

[39] S. F. Medina, C. A. Hernández, “The Influence of chemical composition on peak strain of deformed austenite in low alloy and microalloyed steels”, Acta Materialia, Vol 44, Nº. 1. pp. 149-154, 1996.

[40] C. Phaniraj, D. Samantaray, S. Mandal, A.K. Bhaduri, “A new relationship between the stress multipliers of Garofalo equation for constitutive analysis of hot deformation in modified 9Cr–1Mo (P91) steel”, Materials Science and Engineering: A, Vol. 528, Nº 18, pp. 6066-6071, 2011.

[41] D. N. Zou, K. Wu, Y. Han, W. Zhang, B. Cheng, G.J. Qiao ,“Deformation characteristic and prediction of flow stress for as-cast 21Cr economical duplex stainless steel under hot compression”, Materials & Design, Vol. 50, pp. 975-982, 2013.

[42] Metalravne®, http://www.metalravne.com/selector/steels/CT183.html (13 de Diciembre de 2013).

IV. CONCLUSIONES GENERALES DE LA TESIS DOCTORAL

Una vez desarrollada esta tesis doctoral, se exponen las conclusiones generales obtenidas.

- Se ha caracterizado un nuevo acero para matricería diseñado previamente con el fin de que sustituya a los ya existentes mejorando sus propiedades mecánicas y reduciendo el costo.

- Mediante el análisis de dureza, metalográfico y dilatométrico, y después de haber comparado los resultados con varios modelos desarrollados por otros autores, se puede afirmar que el acero adquiere una microestructura mayoritariamente martensítica para velocidades de enfriamiento por encima de 1 ºC s^{-1}, lo que prueba la capacidad del acero experimental de obtener microestructuras martensíticas a partir de esa velocidad de enfriamiento.

- Después de haber realizado el estudio de dureza, metalográfico y de estabilidad dimensional se puede afirmar que las distorsiones debidas a la transformación austenita-martensita fueron despreciables (< 0,20 %) y no afectaron a la estabilidad dimensional del acero experimental. Por consiguiente, el acero experimental puede ser sometido a enfriamientos suaves, obtener una microestructura lo suficientemente dura y con una alta estabilidad dimensional en la etapa inicial de fabricación del acero para su posterior uso en la elaboración de dispositivos de matricería.

- Mediante la medida del tamaño de grano realizada al acero experimental después de los tratamientos térmicos, se puede afirmar que los carburos de niobio y vanadio precipitados durante el tratamiento térmico aumentan la dureza y contribuyen a afinar el tamaño de grano final del acero (12 μm). De esta forma, la presencia de niobio y vanadio en la composición del acero experimental ayuda a aumentar la estabilidad dimensional del acero experimental.

- Después de haber realizado el estudio tribológico del acero experimental, se puede afirmar que la resistencia al desgaste del acero experimental, aún teniendo unos valores estables y dentro del orden de magnitud de otros aceros, tiene todavía un amplio margen de mejora si se logra una microestructura con una alta heterogeneidad y dispersión de fases manteniendo una alta dureza volumétrica, por medio de una estructura mayoritariamente martensítica. Por consiguiente, sería interesante desarrollar una línea de investigación que abarcara el estudio de posteriores tratamientos térmicos superficiales que aumentaran la resistencia al desgaste del acero experimental sin perjuicio de las propiedades adquiridas inicialmente.

- En el estudio de las propiedades de deformación a alta temperatura del acero experimental se demostró que para tensiones máximas de deformación su comportamiento podía ser expresado con una alta fiabilidad por medio de una ley de Garofalo, el valor de energía de activación (277 $kJ \cdot mol^{-1}$) se aproxima a la energía de autodifusión de los átomos de hierro en la matriz austenítica , es consistente con un mecanismo de deformación basado en el deslizamiento y escalada de dislocaciones y controlado por difusión en red, está influenciado por la composición y el tamaño de grano inicial en el acero y es un buen indicador de la capacidad de mejora del rendimiento y de la estabilidad de un proceso.

- Al respecto de esto último, y habiendo analizado los estudios de otros autores, se llegó a la conclusión de que la capacidad de obtener una microestructura con un tamaño de grano pequeño, justo en el momento en el que alcanza la máxima tensión σ_p, asegura un proceso de deformación a alta temperatura con una buena eficiencia energética y una buena estabilidad mecánica. Por consiguiente, la precipitación de carburos de niobio precipitados en el acero experimental es un factor importante y que van a influir en el afino del tamaño de grano inicial, mejorando la eficiencia energética y la estabilidad mecánica del proceso de deformación a altas temperaturas del acero experimental.

- Por todo ello, y a lo largo de toda esta tesis descrita, se ha verificado que las propiedades del acero experimental son óptimas para conseguir estructuras lo suficientemente duras con una alta estabilidad dimensional y con unas buenas propiedades de estabilidad mecánica y eficiencia energética para su deformación a alta temperatura, con una capacidad de mejora de sus propiedades de resistencia al desgaste. Todos estos resultados han contribuido a que este conocimiento se haya transferido a la industria para una posterior mejora de sus capacidades para la elaboración de matrices, prototipos y punzones.

V. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

Después de los estudios realizados en esta Tesis Doctoral, se pueden establecer las siguientes líneas futuras:

1. El estudio cuantitativo de las fracciones volumétricas de fase martensítica y bainítica en el acero experimental tras ser sometido a enfriamientos superiores a 10 ºC s^{-1} para determinar la velocidad crítica a la cual la bainita desaparece completamente de la microestructura del acero experimental. De la misma forma, se podría realizar un estudio localizado general, en un rango más amplio de velocidades de enfriamiento para detectar la presencia del tipo y estequiometria de los carburos precipitados durante los respectivos enfriamientos mediante técnicas de difracción por transmisión de electrones (TEM). Todos estos estudios llevarían a enriquecer aún más el mapa CCT para el acero experimental.

2. Estudio de la estabilidad dimensional del acero experimental habiendo sido tratado superficialmente, con tratamientos termoquímicos (cementación), con recubrimientos cerámicos, recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) y de carburos de cromo Cr_2C_3 mediante deposición en fase vapor PVD, recubrimientos por deposición química- CVD o con una mezcla de ambos. El estudio analizaría la relación entre los factores característicos de los recubrimientos (grosor, textura, composición química de la capa) y la variación dimensional (longitudinal y angular) de los mismos.

3. De igual forma, se podría analizar el estudio del comportamiento tribológico (fricción y desgaste) del acero experimental habiendo sido tratados superficialmente con los mismos tratamientos descritos en el punto anterior. En este caso podría estudiarse la mejora en la resistencia al desgaste al aplicar al acero experimental nuevos recubrimientos de tipo simple, doble, multicapa o con gradiente de concentración, estudiando la relación entre el grosor de la capa y los coeficientes de desgaste y fricción.

4. Estudio del control del tamaño de grano para temperaturas mayores de 1000 ºC, y estudiar la temperatura mínima a la cual se produce un crecimiento anormal de grano debido al efecto de des-anclaje de las partículas de niobio precipitadas. De esta forma se pueden limitar y establecer los rangos óptimos para el control de un mejor proceso de optimización en la estabilidad mecánica y la eficiencia energética durante la deformación del acero a altas temperaturas. Esta línea de investigación puede ir asociada a otra cuyo objetivo sea el estudio de la conductividad térmica del acero, a temperaturas por encima de 1000 ºC, ya que a día de hoy se trata de un campo de investigación poco desarrollado.

5. Estudio de la variación en la composición y en el tipo de elementos de aleación del acero experimental para ver su influencia en el control y afino del tamaño de grano.

6. Caracterización de nuevos aceros para herramientas, mediante estudios dilatométricos, de estabilidad dimensional, tribológicos y de deformación a alta temperaturas, con una composición más reducida en níquel (Ni) y una mayor presencia de elementos de aleación y carbono, con el fin de no depender de un elemento geo-estratégico como níquel y obtener microestructuras con una dureza considerable.

7. Aplicación de técnicas de redes neuronales (RNA) para el estudio de la influencia sobre el coeficiente de desgaste dimensional de la variación de la velocidad, distancia de deslizamiento y fuerza aplicada, simultáneamente con técnicas de diseño de experimentos con el objetivo de desarrollar un mapa completo de desgaste para un rango amplio de velocidades de deslizamiento y fuerza aplicando minimizando el número de ensayos de desgaste.

8. Desarrollo de técnicas basadas en métodos estocásticos (Monte Carlo) junto de elementos finitos (MEF) para simular interacciones y efectos físicos de los procesos de recubrimientos mediante deposición en fase vapor PVD, recubrimientos por deposición química CVD o con una mezcla de ambos, de capas simples, múltiples, mixtas o graduales, con recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) y de carburos de cromo (Cr2C3), sobre la superficie del acero experimental.

9. Colaboración con la industria de automoción para diseñar coladas industriales, con el fin de estudiar el rendimiento, a escala industrial, en la fabricación del acero experimental.

10. Estudio y fabricación de prototipos de matriz para constatar todas las mejoras previstas.

APORTACIONES A LA TESIS

Como aportaciones principales a esta tesis doctoral hay que mencionar:

- G. Conejero, N. Candela, M. Pichel, R. Barea, M. Carsí, Artículo en revista de JCR "Influencia de la transformación austenita-martensita en la estabilidad dimensional de un nuevo acero para herramientas aleados con niobio (0,08 %) y vanadio (0,12 %)". Revista de Metalurgia (*aceptado para su publicación en 2014*).

- M. Pichel, N. Candela, R. Barea, G. Conejero, M. Carsí, Artículo en revista JCR. "Recubrimientos de TiN depositados mediante ACPVD sobre aleaciones de magnesio AM60". Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, Vol. 52, Nº. 3, pp. 118-126, 2013.

- R. Barea, G. Conejero, N. Candela, M. Carsí. Artículo en revista de JCR: "Hot forming of a new steel used in stamping dies and tooling", International Journal of Materials Research, Vol. 104, Nº. 3, pp. 281-285, 2013.

- R. Barea, J. L. González, B. Achiaga, M. Pichel, N. Candela, G. Conejero. FEMS Euromat, Sevilla, España, 8 a 13 de Septiembre de 2013. Póster titulado "Steel alloy compression and torsion test performed with finite element analysis (FEA), using Garofalo Equation and automatic remeshing".

- G. Conejero, M. Pichel, R. Barea, N. Candela, M. Carsí. FEMS Euromat, Sevilla, España, 8 a 13 de Septiembre de 2013. Póster titulado "Analysis of wear of new steel used in stamping dies and tooling".

- N. Candela, G. Conejero, R. Barea, M. Carsí. XII Congreso Nacional de Materiales // XII Congreso IBEROMAT, Alicante, España, 31 de Mayo a 1 de Junio de 2012. Póster titulado. ""Estudio dilatométrico de un acero experimental de matricería".

- G. Conejero, B. J. Fernández, M. Pichel, R. Barea, N. Candela y M. Carsí. Congreso Iberoamericano Tratamientos Térmicos TRATERMAT, Pamplona, España, 20 al 21 de Octubre de 2010. Artículo enviado y póster con el título "Estudio de la estabilidad dimensional de un acero microaleado con Nb y V"

- M. Pichel, G. Conejero, R. Barea, D. Val, M. Carsí, N. Candela. Congreso Iberoamericano de Tratamientos Térmicos TRATERMAT, Pamplona, España, 20 al 21 de Octubre de 2010. Artículo enviado y ponencia con el título "Efecto del voltaje y el flujo de gas en la rugosidad de recubrimientos de TiN fabricados por AC-PVD sobre aleaciones de magnesio".

- M. Pichel, N. Candela, R. Barea, G. Conejero, D. Val y M. Carsí. XI Congreso Nacional de Materiales. Zaragoza, España, 23 a 25 de Junio de 2010. "Influencia de los parámetros de fabricación del proceso AC-PVD en los recubrimientos de TiN sobre aleaciones de magnesio".

- G. Conejero, R. Barea, M. Pichel, N. Candela. Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica (CIBIM'09), Las Palmas de Gran Canaria, España, 17 al 20 de Noviembre de 2009. Ponencia titulada "Simulación de la cinética de deposición de recubrimientos cerámicos sobre aceros inoxidables"

- Transferencia de resultados a la industria mediante el proyecto "PET2007_0475_02: Diseño y tecnología de un acero para matricería de conformado en caliente".

LISTADO DE FIGURAS

I. INTRODUCCIÓN TEÓRICA Y ESTADO DEL ARTE

Figura 1. Procesos de estampación en caliente de una lámina de acero resistente de manera A) directa e B) indirecta.
Figura 2. Recubrimiento de óxido (denominada “2”) entre la superficie del material de trabajo (“1”) y la superficie de la herramienta (“3”).
Figura 3. Sistema de forjado hidráulico.
Figura 4. Resistencia al ablandamiento de aceros para herramientas mantenidos a la temperatura determinada durante 10 horas.
Figura 5. Límite elástico de varios aceros utilizados como herramientas.
Figura 6. A) Ductilidad de y B) Efecto de la dureza, composición y temperatura en el ensayo V-Charping de aceros utilizados para herramientas.
Figura 7. Mecanismos comunes de fallo en herramientas utilizadas en procesos de estampación.
Figura 8. Influencia de los elementos de aleación sobre A) la abertura, B) el ensanche, C) el cierre y D) el estrechamiento del campo austenítico.
Figura 9. Variación del producto de solubilidad de distintos carburos y nitruros con la temperatura.

II. MÉTODO EXPERIMENTAL

Figura 1. Equipo LECO ® Modelo SA-2000 Surface Analyzer para el análisis químico por medio de GD-OES.
Figura 2. Microscopio óptico Olimpus® GX-51 utilizado para los análisis metalográficos.
Figura 3. Equipos utilizados para los análisis de dureza. A) Durómetro Wilson® Rockwell/Hardness Tester Series 500. B) Durómetro equipo Zwick®-3202.
Figura 4. Difractómetro de rayos X Siemens® D5000.
Figura 5. Perfiles obtenidos en un patrón de difracción para la α-ferrita y γ-austenita.
Figura 6. Curva característica de un ensayo de dilatometría.
Figura 7. Curva derivada característica de un ensayo de dilatometría.
Figura 8. Dilatómetro Adamel Lhomargy® DT1000.
Figura 9. Ciclos térmicos realizados en el horno para los ensayos de estabilidad dimensional.
Figura 10. Horno de atmosfera controlada y pared fría utilizado para realizar los tratamientos térmicos. A) Vista general B) Zona central C) Cámara de enfriamiento del interior.
Figura 11. Probeta utilizada en estudio de estabilidad dimensional.
Figura 12. Microscopio Nikon® MM-1 para medición de la estabilidad dimensional.
Figura 13. Máquina para ensayos de desgaste MicroTest®.
Figura 14. Imagen parcial de una huella obtenida en un ensayo de desgaste. La línea discontinua indica la distancia de la anchura de la huella.
Figura 15. Esquema de la variación de temperatura programada durante un ensayo de compresión en un sistema Geeble® .
Figura 16. Máquinas de ensayos termo-mecánicos Geeble® 3800.
Figura 17. Máquinas de ensayos termo-mecánicos Geeble® cámara central.
Figura 18. Probetas utilizadas en los ensayos de compresión a alta temperatura.

Figura 19. Máquina universal de ensayos de tracción a alta temperatura Zwick® modelo Allround-Line Z050 SN.

III. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

Capítulo 1. Caracterización de los aceros a estudio en el estado de recepción.

Figura 1.1. Micrografías obtenidas para A) el acero comercial y B) acero experimental en el estado de recepción.

Figura 1.2. Medida de las durezas del acero comercial y el acero experimental en el estado de recepción.

Figura 1.3. Diagramas XRD para el acero comercial en el estado de recepción.

Figura 1.4. Diagramas XRD para el acero experimental en el estado de recepción.

Capitulo 2. Estudio dilatométrico del acero experimental.

Figura 2.1. Diagrama de fases Fe-C.

Figura 2.2. Variación de la energía libre en función del tamaño del precipitado.

Figura 2.3. Esquema de las líneas de temperaturas para la concentración límite de carbono en austenita.

Figura 2.4. Variación de la celda unidad durante la transformación austenita-martensita.

Figura 2.5. Ciclo térmico del ensayo dilatométrico 1) Etapa de calentamiento 2) etapa de austenización, y 3) etapa de enfriamiento de los ensayos dilatométricos.

Figura 2.6. Curvas dilatométrica y derivada correspondientes al tramo de calentamiento de los ensayos dilatométricos.

Figura 2.7. Transformación ferrita-austenita durante el calentamiento. A) Distribución de las temperaturas Ac1 y Ac3. B) Granos austeníticos formados durante la austenización a 1000 ºC.

Figura 2.8. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental obtenidas a una velocidad de enfriamiento de 0,01 ºC s^{-1}.

Figura 2.9. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) obtenidas a una velocidad de enfriamiento de 0,03 ºC s^{-1}.

Figura 2.10. Curva dilatométrica (.A) y curva diferencial (B) del acero experimental, obtenidas a una velocidad de enfriamiento de 0,2 ºC·s^{-1}.

Figura 2.11. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental obtenido a una velocidad de enfriamiento de 0,5 ºC·s^{-1}.

Figura 2.12. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) de acero experimental para un enfriamiento de 1 ºC·s^{-1}.

Figura 2.13. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental para una velocidad de enfriamiento de 1,5 ºC·s^{-1}.

Figura 2.14. Curva dilatométrica (A), y curva diferencial (B) del acero experimental para una velocidad de enfriamiento de 3 ºC·s^{-1}.

Figura 2.15. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) del acero experimental a una velocidad de enfriamiento de 5 ºC·s^{-1}.

Figura 2.16. Curva dilatométrica (A) y curva diferencial (B) a una velocidad de enfriamiento de 10 ºC·s^{-1}.

Figura 2.17. Diagrama que muestra la dureza media de las probetas respecto de la velocidad de enfriamiento.

Figura 2.18. Micrografía obtenida para la probeta de acero experimental enfriada a una velocidad de 0,01 ºC·s^{-1}.

Figura 2.19. Micrografía obtenida para un enfriamiento de 0,03 ºC·s^{-1}.

Figura 2.20. Micrografía obtenida para un enfriamiento de 0,2 ºC·s^{-1}.
Figura 2.21. Micrografía obtenida para un enfriamiento de 0,5 ºC·s^{-1}.
Figura 2.22. Micrografía para un enfriamiento de 1 ºC·s^{-1}.
Figura 2.23. Micrografía para un enfriamiento de de 1,5 ºC·s^{-1}.
Figura 2.24. Micrografía para enfriamiento a 3 ºC·s^{-1}.
Figura 2.25. Micrografía para un enfriamiento de 5 ºC·s^{-1}.
Figura 2.26. Micrografía para un enfriamiento a 10 ºC·s^{-1}.
Figura 2.27. A) Ajuste de las temperaturas B_S de los aceros estudiados en función de la composición de carbono para cada grupo de aceros seleccionados. B) Correlación entre los valores experimentales y los calculados con las ecuaciones de S. M. C Bohemen y de Stevens y Haynes.
Figura 2.28. Correlación entre los datos experimentales y los datos calculados por medio de la ecuación de A) Steven-Haynes, B) Kunitake-Okada, C) Kirkaldy-Venugopalan y D) Lee.
Figura 2.29. Comparación entre las temperaturas T_i detectadas en los ensayos de dilatometría y las temperaturas B_S de inicio de la bainita de cada modelo para el acero experimental.
Figura 2.30. Comparación entre las temperaturas T_i detectadas en los ensayos de dilatometría y las temperaturas M_S de inicio de la martensita de cada modelo para el acero experimental.
Figura 2.31. Diagrama CCT del acero experimental.

Capitulo 3. Estudio de la estabilidad dimensional del acero experimental.

Figura 3.1. Representación esquemática de las relaciones existentes entre los factores mecánicos, térmicos y microestructurales durante un proceso metalúrgico.
Figura 3.2. Deformaciones producidas en la transformación martensítica por la acción de la componente de cizalladura.
Figura 3.3. Diagramas XRD para el acero comercial A) en estado de recepción, B) después del tratamiento T1, y C) después del tratamiento T2.
Figura 3.4. Diagramas XRD para el acero experimental A) en estado de recepción B) después del tratamiento T1, y C) después del tratamiento T2.
Figura 3.5. Valores medidos de dureza para los aceros antes y después de los tratamientos T1 y T2.
Figura 3.6. Micrografías obtenidas para el acero comercial A) en el estado de recepción, B) después del tratamiento T1, y C) después del tratamiento T2.
Figura 3.7. Micrografías obtenidas para el acero experimental A) en el estado de recepción y B) después del tratamientoT1, y C) T2.
Figura 3.8. Micrografía donde se muestra el tamaño de grano del acero experimental sometido al tratamiento T2.
Figura 3.9. Comparación de las variaciones relativas longitudinales de los aceros antes y después de los tratamientos térmicos T1 y T2.
Figura 3.10. Comparación de las variaciones relativas angulares antes y después de los tratamientos térmicos T1 y T2.

Capítulo 4. Estudio del desgaste del acero experimental y del acero comercial.

Figura 4.1. Surco provocado por la deformación plástica del acero durante el desgaste por deslizamiento.
Figura 4.2. Dureza media de los distintos tipos de probetas utilizados en los ensayos.
Figura 4.3. Acero experimental (series nº 1 y 2).

Figura 4.4. Acero experimental (serie nº 3).
Figura 4.5. Acero comercial (serie nº 4).
Figura 4.6. Coeficiente de fricción en función de la distancia de ensayo para el acero experimental a una velocidad de 100 rpm y huella de desgaste, a una velocidad de 100 rpm (A y B, respectivamente) y 60 rpm (C y D, respectivamente).
Figura 4.7. Perfiles de desgaste representativos de las series nº1-nº4 (A-D, respectivamente)
Figura 4.8. Gráfico donde se muestran los coeficientes de fricción y la dureza de cada serie.
Figura 4.9. Huellas de desgaste representativas de los ensayos hechos en las series nº 1, 2, 3, y 4 (A, B, C y D, respectivamente).
Figura 4.10. Variaciones de masa y volumen promedio antes y después de los ensayos entre las probetas de las series nº 2, 3 y 4.
Figura 4.11. Coeficientes de desgaste y dureza de cada serie.
Figura 4.12. Mapa de mecanismos de desgaste para el acero.
Figura 4.13. Líneas originadas por desgaste abrasivo durante el ensayo.

Capítulo 5: Estudio de las propiedades de deformación a alta temperatura del acero experimental.

Figura 5.1. Tipos de dislocaciones: A) helicoidal B) mixta y C) en arista.
Figura 5.2. Tensión crítica de cizalla.
Figura 5.3. Etapas durante la deformación en caliente de un material. A) Deformación con sólo restauración dinámica, B) con recristalización dinámica de pico simple, y C) con recristalización dinámica con comportamiento cíclico.
Figura 5.4. Causas de la recristalización dinámica A) con comportamiento cíclico ($\varepsilon_c>\varepsilon_x$) y B) pico simple ($\varepsilon_c<\varepsilon_x$).
Figura 5.5. Mecanismo de recristalización en pico simple. Formación y evolución (a-d) de los “necklace” durante la recristalización.
Figura 5.6. Mecanismos de recristalización dinámica A) pico simple: formación de “necklace” y B) comportamiento cíclico, con crecimiento de grano.
Figura 5.7. Trepado de dislocaciones como consecuencia de la interacción con un obstáculo.
Figura 5.8. Movimiento difusional de vacantes por el mecanismo de Nabarro-Herring.
Figura 5.9. Mecanismos de deslizamiento por frontera de grano desde la posición inicial (A) por deformación (B), translación (C) y rotación (D).
Figura 5.10. Movimiento combinado de trepado y deslizamiento de dislocaciones.
Figura 5.11. Deslizamiento cruzado de una dislocación en arista.
Figura 5.12. Gráficos obtenidas de los ensayos a $\dot{\varepsilon} = 2\ s^{-1}$para diferentes temperaturas.
Figura 5.13. Gráficos obtenidos de los ensayos de compresión a $\dot{\varepsilon} = 5\ s^{-1}$para diferentes temperaturas.
Figura 5.14.Curvas obtenidas de los ensayos a una velocidad $\dot{\varepsilon} = 10\ s^{-1}$ para diferentes temperaturas.
Figura 5.15. Curvas obtenidas de los ensayos a una velocidad $\dot{\varepsilon} = 20\ s^{-1}$para diferentes temperaturas.
Figura 5.16. Valores de A) tensión máxima (σ_p) y B) deformación (ε_p) para los ensayos de compresión.

Figura 5.17. Curvas de tensión experimental σp y tensión corregida $\sigma^* p$ en función de la temperatura de ensayo para velocidades de deformación de A) 2 s^{-1} B) 5 s^{-1} C) 10 s^{-1} y D) 20 s^{-1}.

Figura 5.18. Curva σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} y a una temperatura de 1050 ºC.

Figura 5.19. Curvas σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-3}$ s^{-1} y a una temperatura de A) 900 ºC, B) 950 ºC, C) 1000 ºC y D) 1050 ºC.

Figura 5.20. Curvas σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} y a una temperatura de A) 900 ºC, B) 950 ºC, C) 1000 ºC y D) 1050 ºC.

Figura 5.21. Curvas σ-ε para el acero experimental a una velocidad de deformación de $5 \cdot 10^{-2}$ s^{-1} y a una temperatura de A) 900 ºC, B) 950 ºC, C) 1000 ºC y D) 1050 ºC.

Figura 5.22. Valores de A) tensión máxima (σ_P) y B) deformación (ε_P) para los ensayos de tracción a alta temperatura.

Figura 5.23. Valores tensión máxima en los ensayos de tracción y compresión a altas temperaturas para el acero experimental.

Figura 5.24. Valores tensión máxima en los ensayos de tensión y compresión a altas temperaturas para el acero experimental.

Figura 5.25. Ajuste a la ecuación de Garofalo para el acero experimental a partir de los datos obtenidos en los ensayos de compresión y tensión a altas temperaturas.

Figura 5.26. Mapa que representa el valor η_J respecto de $\ln \dot{\varepsilon}$ y de T (K) del acero experimental. El recuadro punteado negro delimita la zona de máxima eficiencia.

Figura 5.27. Mapa que representa el valor $\frac{\delta m}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ respecto de $\ln \dot{\varepsilon}$ y de T (K) del acero experimental. Las líneas punteadas delimitan las temperaturas para obtener la máxima estabilidad a A) bajas velocidades de deformación y B) altas velocidades de deformación.

Figura 5.28. Mapa que representa el valor $\frac{\delta s}{\delta \ln \dot{\varepsilon}}$ respecto de $\ln \dot{\varepsilon}$ y de T (K) del acero experimental. Se representa A) el rango de temperaturas que determinan la zona más estable a una velocidad de deformación de 0,37 s^{-1} y B) la velocidad límite ($\approx$ 2,7 s^{-1}) de la zona de máxima estabilidad.

Figura 5.29. Rangos de temperatura obtenidos para A) máxima eficiencia B) Primer Criterio de Liapunov y C) Segundo Criterio de Liapunov del acero experimental $\dot{\varepsilon}$ = 10 s^{-1}.

LISTADO DE TABLAS

I. INTRODUCCIÓN TEÓRICA Y ESTADO DEL ARTE

Tabla 1. Aleaciones de aluminio utilizadas en procesos de forjado.

III. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Capítulo 1. Caracterización de los aceros a estudio en el estado de recepción.

Tabla 1.1. Composición de los aceros comercial y experimental.

Capitulo 2. Estudio dilatométrico del acero experimental.

Tabla 2.1. Velocidades de enfriamiento ($^{o}C \cdot s^{-1}$) en los diferentes ensayos de dilatometría.

Tabla 2.2. Cuadro resumen con los valores de la temperatura de inicio y final de las transformaciones en cada enfriamiento.

Capitulo 3. Estudio de la estabilidad dimensional del acero experimental.

Tabla 3.1. Valores del coeficiente de dilatación térmica (α), la conductividad (λ) y el calor molar específica (c) para la austenita y la martensita.

Tabla 3.2. Sensibilidad de agrietamiento de un acero en función de la composición de carbono.

Tabla 3.3. Datos estadísticos obtenidos de la variación relativa longitudinal y angular de los aceros comercial y experimental en el estado de recepción (ST), en el tratamiento T1 y en el tratamiento T2.

Tabla 3.4. Resultados obtenidos del análisis de suma de rangos de Wilcoxon para variación longitudinal relativa (contrastes 1, 2, 3 y 4).

Tabla 3.5. Resultados obtenidos del análisis de suma de rangos de Wilcoxon para variación angular relativa (contrastes 5, 6, 7 y 8).

Capítulo 4. Estudio del desgaste del acero experimental y del acero comercial.

Tabla 4.1. Características generales de las probetas utilizadas en los ensayos de desgaste.

Tabla 4.2. Parámetros constantes seleccionados en todos los ensayos de desgaste.

Capítulo 5: Estudio de las propiedades de deformación a alta temperatura del acero experimental.

Tabla 5.1. Valores registrados y corregidos en los ensayos de compresión para el acero experimental.

Tabla 5.2. Diferentes valores de n dependientes de la temperatura y la velocidad de deformación.

Tabla 5.3. Valor del parámetro α' para cada serie de ensayos a diferentes temperaturas**.**

Tabla 5.4. Cuadro-resumen rango de temperaturas a $\dot{\varepsilon} = 10\ s^{-1}$ para procesos de máxima eficiencia y estabilidad mecánica para el acero experimental.

Tabla 5.5. Valores de Q ($kJ \cdot mol^{-1}$) para la autodifusión de los átomos de hierro en austenita.

Tabla 5.6. Composición del acero experimental y del acero 1.2764.

BIBLIOGRAFÍA POR ORDEN ALFABÉTICO

- Abedrabbo, N., Pourboghrat, F., Carsley, J., "Forming of AA5182-O and AA5754-O at elevated temperatures using coupled thermo-mechanical finite element models", International Journal of Plasticity, Vol.23, pp. 841-875, 2007.
- Aguilar, C., Marín, J., Ordóñez, S., Celentano, D., Castro, F., Martínez, V.,"Estudio estructural de polvos Cu-Cr aleados mecánicamente", Revista de Metalurgia, Vol.42, Nº 5, pp.334-344, 2006.
- Akerström, P., "Modelling and simulation of hot stamping", Tesis Doctoral, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Luleå University of Technology, 2006.
- Altan, T., "Factors in the selection of die Materials. Dies and die materials for hot forging. Forging equipment and dies", ASM Handbook of Forging and Forming, Vol. 14, 4ª Ed., S.L. Semiatin (Ed.), Editorial ASM Metals Handbook, Materials Park, Estados Unidos, 1996.
- Amiri, M., Khonsari, M. M., "On the Thermodynamics of Friction and Wear—A review", Entropy, Vol. 12, pp. 1021-1049, 2010.
- Andrews, K. W., "Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures", Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 203, Parte 7, pp. 721-727, 1965.
- Archard, J. F., "Contact and rubbing of flat surfaces" Journal of Applied Physics, Vol. 24, Nº 9, pp. 981-988, 1953.
- Arimoto, K., Yamanaka, S., Narazaki, M., Funatani, K., "Explanation of the origin of quench distortion and residual stress in specimens using computer simulation" International Journal of Microstructure and Materials Properties Vol.4, Nº.2, pp.168-186, 2009.
- Ashby, M. F., "Materials Selection in Mechanical Design" Editorial Butterworth-Heinemann, Woburn, EEUU, pp. 14-143, 1999.
- Avrami, M., "Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III", Journal of Chemical Physics, Vol. 9, Nº. 2, pp. 177-184, 1941.
- Avrami, M., "Kinetics of phase change. I General Theory", Journal of Chemical Physics, Vol. 7, Nº. 12, pp. 1103-1112, 1939.
- Avrami, M., "Kinetics of Phase Change. II Transformation-time relations for random distribution of nuclei", Journal of Chemical Physics, Vol. 8, Nº. 2, pp. 212-224, 1940.
- Baker, T. N., "Processes, microstructure and properties of vanadium microalloyed steels", Materials Science and Technology, Vol. 25, Nº. 9, pp. 1083-1117, 2009.
- Barrau, O., Boher, C., Vergne C., Rezai-Aria, F., " Investigations of friction and wear mechanisms of hot forging tool steels", The use of tool steels: experience and research", Proceedings of the 6th international tooling conference, Karlstad Suecia, 10-13 Septiembre de 2002, J. Bergström, G. Fredriksson, M. Johansson, O. Kotik, F. Thuvander (Eds.), Karlstad University, Suecia, , pp. 95-111, 2002.
- Berrahmoune, M. R., "Transformation martensitique et Rupture differee dans l'acier austenitique instable 301LN", Tesis Doctoral, Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM), pp. 41-45, 2006.
- Bhadeshia, H. K. D. H., "Advances in the Kinetic Theory of Carbide Precipitation", Materials Science Forum, Vols. 426-432, pp. 35-42, 2003.
- Bhadeshia, H. K. D. H., "Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties", 2ª Ed. IOM Communications Ltd. Londres, Reino Unido, 2001.
- Bhadeshia, H. K. D. H., "Handbook of residual stress and deformation of steel", Vol. 1ª Ed. ASM International, G. Totten, M. Howes y T. Inoue (Eds.), Materials Park, Estados Unidos, pp. 3-4, 2002.
- Bhadeshia, H. K. D. H., "Neural Networks and information in Materials Science", Statistical Analysis and Data Mining, Vol. 1, Nº. 5, pp. 296–305, 2009.
- Bhadeshia, H. K. D. H., "Nanostructured bainite", Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science, Vol. 466 Nº. 2113, pp. 3-18, 2010.
- Billur, E., "Warm hydroforming characteristics of stainless steel sheet metals", Tesis Doctoral, School of Engineering, Virginia Commonwealth University, pp. 30-33, 2007.
- Bramfitt, B. L., Benscoter, A. O., "Metallographer's Guide: Practices and procedures for irons and steels", Ed. ASM International, Materials Park, Estados Unidos, pp. 300-319, 2002.
- Buffington, F. S., Hirano, K., Cohen, M., "Self diffusion in iron", Acta Metallurgica, Vol. 9, Nº 5, pp. 434-439, 1961.
- Cabrera, J. M., "Caracterización mecánico-metalúrgica de la conformación en caliente del acero microaleado de medio carbono 38MnSiVS5". Tesis Doctoral. Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politécnica de Catalunya, Barcelona, 1995.

- Canale, L. C., Totten, G. E., “Overview of distortion and residual stress due to quench processing. Part I: factors affecting quench distortion”, International Journal of Materials and Product Technology, Vol. 24 Nº.1-4, pp.4-52, 2005.
- Candela, N., López, A., Ruano, O. A., Carsí, M., “Estudio del desgaste de aceros rápidos pulvimetalúrgicos M3/2 reforzados con carburo de niobio mediante el ensayo pin-on-disk”, Revista de.Metalurgia, Vol. 41, Nº. 5, pp. 351-356, 2005.
- Capdevila, C., Caballero, F. G., Garcia de Andrés, C., “Analysis of effect of alloying elements on martensite start temperature of steels”, Vol. 19, Nº. 5, pp. 581-586, 2003.
- Capdevila, C., Caballero, F. G., Garcia de Andrés, C., “Determination of Ms temperature in steels: a Bayesian Neural Network model”, ISIJ International, Vol. 42, Nº. 8, pp. 894-902, 2002.
- Carsí, M., Peñalba, F., Gutiérrez, I., “Resolution of the Hall-Petch equation and comparison with the experimental results of three vanadium-titanium microalloyed steels”, Journal of Materials Science, Vol. 28, Nº. 23, pp.6450-6456, 1993.
- Castellanos, J., Gutiérrez, V., Rieiro, I., Ruano, O. A., Carsí, M., “Influencia de la microestructura de partida en la ecuación constitutiva para la fluencia de un acero”, “Revista de Metalurgia, Vol. 45, Nº 1, pp. 70-75, 2009.
- Castellanos, J., Rieiro, I., Carsi, M., Muñoz, J., Ruano, O. A., “Analysis of several methods for the data conversion and fitting of the Garofalo equation applied to an ultrahigh carbon steel”, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Vol.19, Nº 2, pp.56-63, 2006.
- Castellanos, J., Rieiro, I., Carsí, M., Ruano, O. A., “Analysis of Garofalo equation parameters for an ultrahigh carbon steel”, Journal of Materials Science, Vol. 45, Nº. 20, pp. 5522-5527, 2010.
- Chipalkatti, J., ”Modeling of austenite descomposition in an AISI 4140 steel”, Tesis Doctoral, Department of Metals and Materials Engineering, The University of British Columbia, pp.29-36, 1999.
- Chmiel, A. J., “Finite element simulation methods for dry sliding wear”, Tesis de Master, Graduate School of Engineering and Management, Air Force Institute of Technology, pp. 1-9, 2008.
- Choi, C., Groseclose, A., Altan, T., “Estimation of plastic deformation and abrasive wear in warm forging dies”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 202, pp. 1742-1752, 2012.
- Choi, H., Koç, M., Ni, J., “A study on warn hydroforming of Al and Mg sheet materials: mechanism and proper temperature conditions”, Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol. 130, nº 4, pp. 041007_1-041007_14, 2008.
- Choi, H., Koç, M., Ni, J., “Determination of optimal loading profiles in warm hydroforming of lightweight materials”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 190, Nº 1-3, pp. 230-242, 2007.
- Dieter, G. E., “Hot Compression Testing. Handbook of Workability and Process Design”, ASTM International, Ed. G. E. Dieter, H. A. Kuhn, S. L. Semiatin, Ohio, Estados Unidos, 2003.
- Fang, L., “FEM computation of groove ridge and Monte Carlo simulation in two-body abrasive wear”, Wear, Vol. 258, Nº. 1-4, pp. 265-274, 2005.
- Farrar, R. A., Zhang, Z., “Experimental verification of the continuous-cooling transformation diagram produced by the dilatometry-metallography method”, Journal of Materials Science Letters, Vol. 12, Nº. 20, pp. 1606-1611, 1993.
- Fernández, A., “Caracterización y optimización tecnológica de un acero hipereutectoide. Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid , 2001.
- Fernández, B. J., Damborenea, J., Ruiz, J., “Effect of high-temperature surface hardening of metallic materials on their dimensional stability”, Materials &. Design Vol. 23 Nº.4, pp. 377-383, 2002.
- Fernández, P., “Dislocaciones en medios elásticos”, Lecciones de la asignatura “Defectos de Materiales (II)”, Departamento de Ciencia de Materiales, Facultad de Física, Universidad Complutense de Madrid, 2003, versión web http://piloto.fis.ucm.es/paloma1/ (13 de Diciembre de 2013).
- Fossaert, C., Rees, G., Maurickx, T., Bhadeshia, H. K. D. H., “The effect of niobium on the hardenability of microalloyed austenite”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26, Nº 1, pp. 21-30, 1995.
- Frost, H., Ashby, M. F., “Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics”, http://engineering.dartmouth.edu/defmech/home.htm, (12 de Diciembre de 2013).
- García, A., Varela, A., Mier, J. L., Camba, C., Barbadillo, F., “Estudio tribológico de aceros austeníticos tipo Hadfield: influencia del manganeso en su respuesta frente al desgaste” Revista de.Metalurgia, Vol. 46, Nº. Extra, pp. 47-52, 2010.
- García-Junceda, A., Capdevila, C., Caballero, F. G., García de Andrés, C., “Dependence of martensite start temperature on fine austenite grain size”, Scripta Materialia, Vol. 58, Nº. 2, pp. 134–137, 2008.
- García-Mateo, C., Sourmail, T., Caballero, F. G., Capdevila, C., García de Andrés, C., “New approach for the bainite start temperature calculation in steels”, Materials Science and Technology, Vol. 21, Nº. 8, pp. 934-940, 2005.

- Garofalo, F., “An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metal”, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 227, Nº 2, pp. 351-355, 1963.
- Giannakakis, T., Vosniakos, G. C., “Sheet metal cutting and piercing operations planning and tools configuration by an expert system”, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 36, Nº 7-8, pp. 658-670, 2008.
- Gladman, T., “On the Theory of the Effect of Precipitate Particles on Grain Growth in Metals”, Proceedings of the Royal Society A, Vol. 294, Nº. 1438, pp. 298-309, 1966.
- Gómez, M. A., “Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros”, Tesis Doctoral, Departament de Física Aplicada i Òptica, Universitat de Barcelona, 2005.
- Gorni, A. A., “Modelling the effect of alloy elements in the hot strength of steel”, International Conference about Engineering Applications of Neural Networks, Estocolmo, pp 143-150, 1997.
- Gorni, A. A., “Steel forming and Heat Treating Handbook”, pp. 34, http://www.gorni.eng.br/e/Gorni_SFHTHandbook.pdf (9 de Diciembre de 2013).
- Greenwood, G. W., Johnson, R. H., “The deformation of metals under small stresses during phase transformations”, Proceedings of the Royal Society A, Vol. 283, Nº. 1394, pp. 403-422, 1965.
- Groover, M. P., ”Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas”, Ed. Prentice-Hall, Naulpacán de Juárez, Méjico, pp. 447-499, 1997.
- Grupo Metalurgia Ingeniería Materiales, Escuela de Ingenieros Técnicos, Universidad de Sevilla, http://www.esi2.us.es/IMM2/Pract-html/diagrama.html (9 de Diciembre de 2013).
- Gupta, V., Ray, S., Pandey, O. P., “Dry sliding wear characteristics of 0.13 wt. % carbon steel”, Materials Science-Poland, Vol. 26, Nº. 3, pp. 617-631, 2008.
- Hotta, S., Murakami, T., Narushima, T., Iguchi, Y., Ouchi, C., “Effects of dynamic recrystallization on gamma grain refinement and improvement of micro segregation of As cast Austenite in 9% Ni steel”, ISIJ International, Vol. 45, Nº 3, pp.338-346, 2005.
- Hurricks, P. L., “Some metallurgical factors controlling the adhesive and abrasive wear resistance of steels. A review”, Wear, Vol. 26, Nº. 3, pp. 285-304, 1973.
- Ichinose, H., Takehara, J., Iwasaki, N., Ueda, M., “An investigation on contact fatigue and wear resistance behaviour in rail steels”, Heavy Haul Railways Conference 1978, 18-22 Septiembre 1978, Perth, Australia, Ed. Institution of Engineers, Perth, Australia, pp. 234-243, 1978.
- Jiang, J., Stott, F. H., Stack, M. M., “A generic model for dry sliding wear of metals at elevated temperatures”. Wear, Vol. 256, Nº. 9-10, pp. 973-985, 2004.
- Jiménez, J. A., Carsí, M., Peñalba, F., Frommeyer, G., Ruano, O. A., “Propiedades mecánicas a alta temperatura de nuevos aceros inoxidables austeníticos con bajo contenido de Ni”, Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol.S1, Nº.2, pp.793-798, 2009.
- Kalousek, J., Fegredo, D. M., Laufer, E. E., “The wear resistance and worn metallography of pearlite, bainite and tempered martensite rail steel microstructures of high hardness”, Wear, Vol. 105, Nº 3, pp. 199-222, 1985.
- Kang, M., Zhang, M. X., Liu, F., Zhu, M., “Kinetics and morphology of isothermal transformations at intermediate temperatures in 15CrMnMoV steel”, Materials Transactions, Vol.50, Nº. 1, pp.123-129, 2009.
- Karbasian, H., Tekkaya, A. K., “A review on hot stamping”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, pp. 2103–2118, 2010.
- Kaspar, R., Pawelski, O., “Austenite grain in the process of thermomechanical treatment”, Stahl und Eisen, Vol. 57, pp. 199-206, 1986.
- Kato, K., “Wear in relation to friction — a review”, Wear, Vol. 241, Nº 2, pp. 151-157, 2000.
- Kavulicova, J., Ivanova, D., Durisin, J., Sucik, G., Skrobian, M., “Calculation of liquidus temperature for steel by Le Chatelier-Shreder and van Laar-Bowen equations”, Kovove Materialy Metallic Materials, Vol.44, Nº.3, pp.181-184, 2006.
- Khrushchov, M. M., “Principles of Abrasive Wear”, Wear, Vol. 28, Nº 1, pp. 69-88, 1974.
- Kirkaldy, J.S., Venugopalan, D., “Prediction of microstructure and hardenability in low alloy steels. Phase transformations in ferrous alloys”, Eds. A. R. Marder, J. I. Goldstein, TMS-AIME, Warrendale, Estados Unidos, pp. 125-148, 1984.
- Koistinen, D. P., Marburger, R. E., “A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformations in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels”, Acta Metallurgica, Vol. 7, Nº. 1, pp. 59-60, 1959.
- Kop, T. A., Sietsma, J., Van Der Zwaag, S., “Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels”, Journal of Materials Science, Vol. 36, Nº. 2, pp. 519-526, 2001.
- Krishna, P. V., Srikant, R. R., Iqbal, M., Sriram, N., “Effect of austempering and martempering on the properties of AISI 52100 steel”, ISRN Tribology, Vol. 2013, Articulo Nº ID 515484, pp. 1-6, 2013.

- Kumar, S., Singh, R., "A short note on an intelligent system for selection of materials for progressive die components", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 182, Nº. 1-3, pp. 456-461, 2007.
- Kunitake, T., Okada, Y., "The estimation of bainite transformation temperatures in steels by the empirical formulas", Tetsu To Hagane-Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 84, Nº. 2, pp. 137-141, 1998.
- Larsen-Basse, J., "Basic Theory of Solid Friction", Solid Friction: Handbook Friction, Lubrication, and Wear Technology", Vol. 18, 1ª. Ed. Blau, P. J. (Ed.), ASM International, Russel Township, Estados Unidos, 1992.
- Lee, S. J., Lee, Y. K., "Finite element simulation of quench distortion in a low-alloy steel incorporating transformation kinetics", Acta Materialia, Vol. 56, pp. 1482-1490, 2008.
- Lee, Y. K., "Empirical formula of isothermal bainite start temperature of steels", Journal of Materials Science Letters, Vol. 21, Nº. 16, pp. 1253-1255, 2002.
- Lhote, B., Delcourt, O., "Quenching and carburising: proceedings of the Third International Seminar of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering", Melbourne, Australia, Septiembre 1991, P. Hodgeson (Ed.), Institute of Metals and Materials Australasia, International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering, The Institute of Materials, Londres, Reino Unido, pp. 107-117, 1993.
- Li, M. V., Niebuhr, D. V., Meekisho, L. L., Atteridge D. G., "A computational model for the prediction of steel hardenability", Metallurgical and Materials Transactions B, Vol. 29, Nº. 3, pp. 661-672, 1998.
- Lim, S. C., "Recent developments in wear-mechanism maps", Tribology International, Vol. 31, Nº. 1-3, pp. 87-97, 1998.
- Lim, S. C., Ashby M. F., "Overview Nº 55. Wear-Mechanism Maps", Acta Metallurgica, Vol. 35, Nº 1, pp. 1-24, 1987.
- Liu, J., Chang, H., Wu, R., Hsu, T. Y., Ruan, X., "Investigation on hot deformation behavior of AISI T1 high-speed steel", Materials Characterization, Vol. 45, Nº 3, pp.175-186, 2000.
- Liu, Z., Wang, G., Narita, T., "Numerical modeling of growth kinetics of pro-eutectoid ferrite transformed from austenite in Fe-C-Sigma X alloys", Journal of Materials Science & Technology, Vol. 21, Nº. 6, pp. 795-798, 2005.
- Ludema, K. C., "Friction, wear, lubrication: a textbook in tribology" Ed. CRC Press LLC, Boca Ratón, Estados Unidos, 1996.
- Luton, M. J., Sellars, C. M., "Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation", Acta Metallurgica, Vol 17, Nº 8, pp. 1033-1043, 1969.
- Maalekian, M., "The effects of alloying elements on steels (I)", Ed. Christian Doppler Laboratory for Early Stages of Precipitation, Institut für Werkstoffkunde, Schweibtechnik und Spanlose Formgebungsverfahren, Technische Universität Graz, Austria,pp.1-36,2007, https://online.tugraz.at/, (Noviembre de 2013).
- Magee, C. L., Paxton, H. W., "Transformation kinetics, microplasicity and aging of martensite in Fe-31 Ni", Tesis Doctoral, Department of Metallurgy and Materials, Carnegie Institute of Technology, 1966.
- Mangonon, P. L., "Ciencia de materiales: selección y diseño", 1ª Ed., Editorial Pearson Educación, Naucalpán de Juárez, Méjico, 2001.
- Martchek, K., "Modelling more sustainable aluminium: case study", The International Journal of Life Cycle Assessment, Vol. 11, Nº. 1, pp. 34-37, 2006.
- Matsuda, H., Bhadeshia H. K. D. H., "Kinetics of the bainite transformation", Proceedings of The Royal Society A, Vol. 460, Nº. 2046, pp. 1707-1722, 2004.
- Mayrhofer, P. H., Mitterer, C., Hultman, L., Clemens, H., "Microstructural design of hard coatings", Progress in Materials Science, Vol. 51, Nº 8, pp. 1032-1114, 2006.
- Medina, S. F., Hernández, C. A., "General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels", Acta Materialia, Vol. 44, Nº. 1, pp.137-148 ,1996.
- Medina, S. F., Hernández, C. A., "The Influence of chemical composition on peak strain of deformed austenite in low alloy and microalloyed steels", Acta Materialia, Vol 44, Nº. 1. pp. 149-154, 1996.
- Medina, S. F., Quispe, A., "Improved model for static recrystallization kinetics of hot deformed austenite in low alloy and Nb/V microalloyed steels", Vol. 41,Nº.7,pp.774-781,2001.
- Mendenhall, W., Sincich, T., "Probabilidad y Estadística para Ingeniería y Ciencias", 4ª Ed. Prentice Hall, Mexico D.F, Méjico, 1997.
- Meng, H. C., Ludema, K. C., "Wear models and predictive equations: their form and content", Wear, Vol. 181-183, Parte 2, pp. 443-457, 1995.
- Metalravne®, http://www.metalravne.com/selector/steels/CT183.html (13 de Diciembre de 2013).
- Montgomery, D. C., "Applied Statistics and Probability for Engineers", 3ª Ed., John Wiley and Sons. Nueva York, Estados Unidos, pp. 595-648, 2003.

- Nallathambi, A. K., Kaymak, Y., Specht, E., Bertram, A., "Sensitivity of material properties on distortion and residual stresses during metal quenching processes", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, Nº. 2, pp. 204-211, 2010.
- Naranje, V., Kumar, S., "AI Applications to metal stamping die design: A review", World Academy of Science, Engineering and Technology, Vol. 44 pp. 1526-1532, 2010.
- Narita, K., "Physical chemistry of the groups IVa (Ti, Zr), VA(V, Nb, Ta) and the rare earth elements in steel", Transactions of the. Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 15, Nº. 2, pp.145-152, 1975.
- Norma ASTM E112-10, "Standard test methods for determining average grain size", ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.
- Norma ASTM G99-2010: "Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on Disc Apparatus", Ed. ASTM International, West Conshohocken, Estados Unidos, 2010.
- Norma UNE-EN-ISO 6507 -1-3: "Materiales Metálicos: ensayos de dureza Vickers. Parte 1: Método de ensayo, Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo, Parte 3: Calibración de los bloques patrón", Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.
- Norma UNE-EN-ISO-6508-1-3: "Aceros Metálicos: ensayos de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 2: Verificación y calibración de las máquinas de ensayo (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), Parte 3: Calibración de los bloques patrón (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)", Ed. AENOR, Madrid, España, 2007.
- O'Donnell, L. J., Michal, G. M., Ernst, F., Kahn, H., Heuer, A. H., "Wear maps for low temperature carburised 316L austenitic stainless steel sliding against alumina", Surface Engineering, Vol. 26, Nº. 4, pp. 284-292, 2010.
- Omar, A. A., Prado, J. M., "Criterios de predicción de inestabilidades plásticas en procesos de deformación en caliente. (Parte I: Revisión teórica)". Revista de Metalurgia, Vol. 46, Nº 2, pp. 143-161, 2010.
- Özgür, A. E., Yalçın, B., Koru, M., "Investigation of the wear performance and thermal diffusivity properties of M41 tools steel coated with various film coatings", Materials & Design, Vol.30, Nº. 2, pp. 414-417, 2009.
- Öztürk, H., "Analysis and design for aluminum forging process", Tesis Doctoral, The Graduate School of Natural and Applied Sciences, Middle East Technical University (METU), Ankara, 2008.
- Paquin, R. A., "Dimensional Stability: an overview. Proceedings of SPIE-The International Society for Optical Engineering, Vol. 1335, San Diego, EEUU, 1990", Paquin, R. A. (Eds), Society of Phot-optical Instrumentation Engineers (SPIE), Bellingham, Estados Unidos, pp. 2-19, 1990.
- Peñalba, F., Carsí, M., García de Andrés, C., Zapirain, F., De Andrés, M. P., "Characteristics of vanadium and titanium microalloyed steels forged at intermediate (Warm) temperatures through simulation by torsion", ISIJ International, Vol. 32, Nº. 2, pp. 232-240, 1992.
- Peñalba, F., García de Andrés, C., Carsí, M., Zapirain, F., "Austenitic grain size evolution and continuous cooling transformation diagrams in vanadium and titanium microalloyed steels", Journal of Materials Science, Vol. 31, Nº. 14, pp. 3847-3852,1996.
- Persson, A., Hogmark, S., Bergström, J., "Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels", Surface & Coatings Technology, Vol. 191, pp. 216-227, 2005.
- Phaniraj, C., Samantaray, D., Mandal, S., Bhaduri, A. K., "A new relationship between the stress multipliers of Garofalo equation for constitutive analysis of hot deformation in modified 9Cr–1Mo (P91) steel", Materials Science and Engineering: A, Vol. 528, Nº 18, pp. 6066-6071, 2011.
- Pintaude, G., Bernardes, F. G., Santos, M. M., Sinatora, A., Albertin, E., "Mild and severe wear of steels and cast irons in sliding abrasión", Wear Vol. 267, Nº. 1-4, pp. 19-25, 2009.
- Pitt, C., "Wear and microstructure relationships in carbide-free bainitic rail steel", Tesis Doctoral, Department of Aceros Science and Metallurgy, University of Cambridge, pp. 26-34, 1999.
- Polcar, T., Martínez, R., Vítů, T., Kopecký, L., Rodríguez, R., Cavaleiro, A., "High temperature tribology of CrN and multilayered Cr/CrN coatings", Surface and Coatings Technology, Vol. 203, Nº 23-21, pp. 3254-3259, 2009.
- Prasad, Y. V. R. K., Gegel, H. L., Doraivelu, S. M., Malas, J. C., Morgan, J. T., Lark, K. A., Barker, D. R., "Modeling of dynamic material behavior in hot deformation: forging of Ti-6242", Metallurgical Transactions,Vol.15A ,pp.1883-1892, 1984.
- Qii-Ying, Xiao Fu-ren, Zhang Xiao-bing, CaoYa-bin, Liao Bo, "Effects of contents of Nb and C on hot deformation behaviors of high Nb X80 pipeline steels", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 19, pp 1395-1399, 2009.
- Qiu, H., Qi, J., Yin, F., Hiraoka, K., "Determination of parameters for fitting the dilatation curve of austenite–martensite transformation in Cr–Ni steels",ISIJ International, Vol.49, Nº.1, pp. 146-148, 2009.

- Ree, J. H., “Grain boundary sliding in experimental deformation of octachloropropane”, Journal of the Virtual Explorer, Vol. 2, 2000, http://virtualexplorer.com.au/special/meansvolume/contribs/ree/index.html, (29 de Noviembre de 2012).
- Rees, G. I., Perdrix, J., Maurickx, T., Bhadeshia, H. K. D. H., “The effect of niobium in solid solution on the transformation kinetics of bainite”, Materials Science and Engineering: A, Vol. 194, Nº. 2, pp. 179-186, 1995.
- Rieiro, I., “Estudio y resolución de la ecuación fenomenológica de Garofalo para la fluencia plástica en estado estacionario de materiales metálicos policristalinos. Determinación de su capacidad de aplicación y base física”. Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, 1997.
- Rieiro, I., Carsí, M., Peñalba, F., “Propuesta de un método de ordenador para resolver el ajuste a la ecuación de Zener-Hollomon (Garofalo)”, Revista de Metalurgia, Vol. 32, Nº.5, pp.321-328, 1996.
- Rieiro, I., Fernández, A., Martínez, A., Carsí, M., “Construcción de mapas de estabilidad y eficiencia de procesos de deformación de materiales metálicos policristalinos a partir de la ecuación de Garofalo”, Revista de Metalurgia, Vol.34, Nº Extra, pp. 355-361, 1998.
- Rieiro, I., Ruano, O. A., Eddahabi, M., Carsí, M., “Integral method from initial values to obtain the best fit of the Garofalo's creep equation”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 78, Nº.1-3, pp. 177-183, 1998.
- Rietveld, H. M., “A profile refinement method for nuclear and magnetic structures”, Journal of Applied Crystallography, Vol. 2, Nº. 2, pp. 65-71, 1969.
- San Martín, G. E., Nuñez, S. I., Ruzzante, J. E., Merlone, G. F., “ Prediction of the onset of dynamic recrystalization in different types of steels”. Scripta Metallurgica et Materialia”, Vol. 26, pp. 405-410, 1992.
- Santofimia, M. J., “La transformación bainítica sin formación de carburos en aceros”, Tesis Doctoral, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, 2006.
- Shailendra, K., “An intelligent system for selection of materials for press tool components”, Journal of Engineering Research and Studies, Vol. II, Nº. II, pp. 119-130, 2011.
- Shpitalni, M., Saddan, D., “Automatic determination of bending sequence in sheet metal products”, CIRP Annals - Manufacturing Technology, Vol. 43, Nº. 1, pp. 23-26, 1994.
- Skoog, D. A., Crouch, S. R., Holler, F. J., “Principles of Instrumental Analysis”. Ed. Thomson-Brooks/Cole, Belmont, Estados Unidos, pp. 281-301, 2007.
- So, H., Yu, D. S., Chuang, C. Y., “Formation and wear mechanism of tribo-oxides and the regime of oxidational wear of steel”, Wear, Vol. 253, Nº. 9-10, pp. 1004-1015, 2002.
- Steven, W, Haynes, A. G., “The temperature of formation of martensite and bainite in low-alloy steel”, Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 183, pp. 349–359, 1956.
- Stott, F. H., Jordan, M. P., “The effects of load and substrate hardness on the development and maintenance of wear-protective layers during sliding at elevated temperatures”, Wear, Vol. 250, pp. 391-400, 2001.
- Tabla de conversión de durezas, schmolz-bickenbach® http://www.schmolz-bickenbach.com.mx/fileadmin/user_upload/-public_images/Mexico/15PRESH5.pdf (10 de Abril de 2014).
- Telher, M., “Modeling phase transformations and volume changes during cooling of case hardening steels”, Tesis Licenciatura, Department of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology KTH, 2009.
- Tisza, M., “Expert systems for metal forming”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 53, Nº 1-2, pp. 423-432, 1995.
- Toros, S., Ozturk, F., Kacar, I., “Review of warm forming of aluminum–magnesium alloys”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 207, pp. 1-12, 2008.
- Trzaska, J., “Calculation of the steel hardness after continuous cooling”, Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 61, Nº.1, pp. 87-92, 2013.
- Trzaska, J., Jagiello, A., Dobrzañski, L. A., “The calculation of CCT diagrams for engineering steels”, Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 39, Nº.1, pp. 13-20, 2009.
- Turkdogan, E. T., “Causes and effects of nitride and carbonitride precipitation during continuous casting”, Transactions of the ISS, Iron & Steelmaker, pp. 61-75, Mayo de 1989.
- Tylczak, J. H., “Abrasive Wear: Handbook Friction, Lubrication, and Wear Technology”, Vol. 18, 1ª. Ed., Blau, P. J. (Ed.), ASM International, Russel Township, Estados Unidos, 1992.
- Vasilyev, A. A., Sokolov, D. F., Kolbasnikov, N. G., Sokolov, S. F., “Modeling of the γ → α transformation in steels”, Physics of the Solid State, Vol. 54, Nº 8, pp. 1669-1680, 2012.
- Vasilyev, A. A., Sokolov, S. F., Kolbasnikov, N. G., Sokolov, D. F., “Effect of alloying on the self-diffusion activation energy in γ-iron”, Physics of the Solid State, Vol. 53, Nº. 11, pp. 2194-2200, 2011.

- Van Bohemen, S. M. C., “Bainite and martensite start temperature calculated with exponential carbon dependence”, Materials Science and Technology, Vol. 28, Nº. 4, pp. 487-495, 2012.
- Van Bohemen, S. M. C., “Modeling start curves of bainite formation”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 41, Nº 2, pp 285-296, 2010.
- Vander Voort, G. F, “Atlas of Time-Temperature Diagrams for irons and steels” Vander Voort (Ed.), 1ª. Ed. ASM International, Materials Park, Estados Unidos, 1991, pp. 53-113, 373-376.
- Vergne, C., Boher, C., Levaillant, C., Gras, R., “Analysis of the friction and wear behavior of hot work tool scale: application to the hot rolling process”, Wear, Vol. 250, pp. 322-333, 2001.
- Viáfara, C., Vélez, J. M., “Transformación bainítica en aleaciones Fe-C”, Ingeniería y Ciencia, Vol. 1, pp.83-96, 1995.
- Videau, J. C., Cailletaud, G., Pineau, A., “Experimental study of the transformation-induced plasticity in a Cr-Ni-Mo-Al-Ti steel”, Journal de physique IV, Vol.6, pp. 465-474, 1996.
- Wahabi, E., “Caracterización Termomecánica de Aceros Inoxidables AusteníticosAISI-304”, Tesis Doctoral, Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politécnica de Catalunya, 2002.
- Wang, J., Van der Wolk, P. J., Van der Zwaag, S., “On the influence of alloying elements on the bainite reaction in low alloy steels during continuous cooling”, Journal of Materials Science, Vol. 35, Nº. 17, pp.4393-4404, 2000.
- Weertman, J., “Theory of steady-state creep based on dislocation climb”, Journal of Applied of Physics, Vol.26, Nº.10, pp.1213-1217, 1955.
- Williams, J. A., “Wear and wear particles—some fundamentals”, Tribology International, Vol. 38, Nº 10, pp. 863-870, 2005.
- Williams, J. A., “Wear modelling: analytical, computational and mapping: a continuum mechanics approach”, Wear, Vol. 225-229, Parte 1, pp. 1-17, 1999.
- Xie , H., Wu, X., Min, Y., “Influence of chemical composition on phase transformation temperature and thermal expansion coefficient of hot work die steel”, Journal of iron and steel research, International, Vol. 15, Nº 6, pp. 56-61, 2008.
- Xie, S. Q., Tu, Y. L., Liu, J. Q., Zhou, Z. D., “Integrated and concurrent approach for compound sheet metal cutting and punching”, International Journal of Production Research, Vol. 39, Nº. 6, pp. 1095-1112, 2001.
- Xu, G., Zou, H., Bu , C. H., “The effect of bainitic transformation on martensite start temperature of a Fe-C-Mn-Si Alloy”, Advanced Materials Research, Vol. 415-417, pp. 974-978, 2011.
- Xu. L., Kennon, N. F., “A study of the abrasive wear of carbon steels”, Wear, Vol. 148, Nº. 1, pp. 101-112, 1991.
- Yang, H. S., Bhadeshia, H. K. D. H., “Austenite grain size and the martensite-start temperature”, Scripta Materialia, Vol. 60, Nº.7, pp. 493-495, 2009.
- Yao, X., L Zhu, L., Li, V., “Finite Element Analysis of residual stress and distortion in an sccentric ring induced by quenching”, Trasactions of Materials and Heat Treatment, Vol. 25, Nº.5, pp. 746-751, 2004.
- Yu, X., Jiang, Z., Yang, D., Wei, D., Yang, Q., “Precipitation behavior of magnetite in oxide scale during cooling of microalloyed low carbon steel”, Advanced Aceros Research, Vol. 572, pp.249-254, 2012.
- Zhang, C. L., Cai, D. Y., Wang, Y. H., Liu, M. Q., Liao, B., Fan, Y. C., “Effects of deformation and Mo, Nb, V, Ti on continuous cooling transformation in Cu-P-Cr-Ni-Mo weathering steels”, Materials Characterization, Vol. 59, Nº. 11, pp. 1638-1642, 2008.
- Zhao, J. “Continuous cooling transformations in steels”, Materials Science and Technology, Vol. 8, Nº. 11, pp. 997-1003, 1992.
- Zhao, J. C., Notis, M. R., “Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformation kinetics of steels - a phenomenological rationalization of experimental-observations”, Materials Science & Engineering R-Reports, Vol. 15, Nº. 4-5, pp. 135-207, 1995.
- Zienkiewicz, O. C., Taylor, R. L., “El Método de los Elementos Finitos” Vol. 1, 5ª Ed., Editorial Centro Internacional de Métodos Numéricos, Barcelona,pp. 1-2, 2004.
- Zou, D. N., Wu, K. Y., Han, Y., Zhang, W., Cheng, B., Qiao G. J., ,“Deformation characteristic and prediction of flow stress for as-cast 21Cr economical duplex stainless steel under hot compression”, Materials & Design, Vol.50, pp. 975-982, 2013.
- Zum-Gahr, K. H., “Modeling of two-body abrasive wear”, Wear, Vol. 124, Nº 1, p 87-103, 1988.
- Zurob, H. S., Hutchinson, C. R., Brechet, Y., Purdy, G., “Modeling recrystallization of microalloyed austenite: effect of coupling recovery, precipitation and recrystallization”, Acta Materialia, Vol. 50, Nº 12, pp.3077-3094, 2002.

ACLARACIONES

- Se adecua más a la terminología específica la utilización del término “chapa” en lugar de “lámina” (págs. 18, 19, 28, 37 y 241).

- El acero nº 1.2764 es el acero DIN X19NiCrMo4. La temperatura máxima del rango del acero DIN X19NiCrMo4, Ref. [42], fue de 1050 ºC, sin haber especificado el grado de deformación a alta temperatura. Para otros aceros de similar composición que el X19NiCrMo4, con menos níquel (AISI 4720) y menos cromo (AISI 4815), las temperaturas de forjado máximas para una deformación elevada son próximas a 1230 ºC, un valor más consistente con el calculado para el acero experimental en esta tesis (Referencias: P.D. Harvey, Engineering Properties of Steel, Ed. Metals Park, American Society for Metals, Ohio, 1982, y Forging handbook, Forging Industry Association, Ed. T.G. Byrer, 1985, respectivamente). Págs: 226, 227 y 247.