Revista de metalurgia

Influencia mutua de la deformación y composición química sobre la precipitación inducida en aceros microaleados

A. Quispe*, S.F. Medina* y M. Gómez*

Resumen

Mediante ensayos de torsión y usando el método *back extrapolation* se ha determinado la cinética de recristalización estática de aceros microaleados con vanadio (V), niobio (Nb) y titanio (Ti) y, a partir de las mismas, ha sido posible dibujar los diagramas recristalización-precipitación-tiempo-temperatura (RPTT), que muestran gráficamente la interacción recristalización-precipitación. Estos diagramas muestran que el efecto de la deformación en la cinética de precipitación depende del contenido de microaleante. En este sentido, se propone una nueva expresión para relacionar la influencia de la deformación y del contenido de microaleante sobre el periodo mínimo de incubación de la precipitación inducida.

Palabras clave Deformación. Acero microaleado. Diagrama RPTT. Cinética de precipitación. Periodo de incubación.

Influence mutual of the deformation and chemical composition on induced precipitation in microalloyed steels

Abstract

By means of torsion tests and applying the "back extrapolation" method, the static recrystallization kinetics in microalloyed steels with vanadium (V), niobium (Nb) and titanium (Ti) has been determined and, recrystallization-precipitation-time-temperature (RPTT) diagrams have been plotted also graphically, which show the Recrystallization-Precipitation interaction. These diagrams show that the effect of the deformation on the precipitation kinetics depends of the microalloy content. In this sense, a new expression is proposed to relate the influence of the deformation and the chemical composition on the minimum incubation of the precipitation kinetics.

Keywords Deformation. Microalloyed steel. RPTT diagram. Precipitation kinetics. Incubation time.

1. INTRODUCCIÓN

La recristalización estática de los aceros microaleados es diferente antes y después de la precipitación inducida por la deformación. En el primer caso, todos los elementos están en solución y la cinética de recristalización ocurre de la misma forma que en los aceros de baja aleación, donde los diferentes elementos de aleación contribuyen en mayor o menor medida a retrasar la recristalización[1 y 2]. A medida que la temperatura desciende se alcanza una temperatura crítica, a partir de la cual la recristalización estática es momentáneamente inhibida por efecto de la precipitación inducida por la deformación. Esta inhibición momentánea aparece como un *plateau* sobre las curvas de fracción recristalizada frente al tiempo. La buena definición del *plateau* permite trazar los diagramas de recristalización-precipitación-tiempo-temperatura (RPTT) y, consecuentemente, obtener un mayor conocimiento de cómo las condiciones de laminación influyen sobre la microestructura de estos aceros[3 y 4]. El *plateau* comienza a presentarse por debajo de una cierta temperatura, conocida como Temperatura Crítica de Recristalización Estática (SRCT). Hasta muy recientemente, se consideraba que la influencia de la deformación en la cinética de precipitación era independiente de otras variables como, p.ej., el contenido y naturaleza de los microaleantes[5]. Sin embargo, Medina *et al.* [6], en trabajos previos llevados a cabo en

(*) Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Avenida Gregorio del Amo, 8 28040 Madrid, España.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

aceros microaleados con titanio, vanadio y niobio demostraron experimentalmente que existe una interdependencia de la deformación y el contenido de microaleante sobre el período de incubación de la precipitación inducida, adoptando una nueva expresión que difiere conceptualmente de la expresión teórica de Dutta y Sellars[5].

Este trabajo representa una continuación de trabajos anteriores[6] habiéndose utilizado más aceros en el estudio experimental y, por tanto, los resultados obtenidos cobran más firmeza.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los aceros fueron fabricados por el proceso de refusión bajo electroescoria (ESR) en una unidad capaz de producir lingotes de 30 Kg. En la tabla I se muestra la composición química de los aceros estudiados. Las probetas usadas para torsión, tenían 50 mm de longitud útil y 3 mm de radio. Previamente a la deformación, las probetas eran austenizadas a temperaturas muy altas (≥ 1.200 °C) durante 10 min. A continuación, la temperatura era reducida rápidamente hasta la temperatura de ensayo. Se determinó el tamaño de grano austenítico a las temperaturas de austenización mediante la técnica de intersección lineal, analizando veinte campos para cada probeta (Tabla I). La técnica dilatométrica se usó para determinar la temperatura de transformación, A_{r3} (Tabla I). Conociendo estas temperaturas de transformación se eligieron temperaturas de ensayo que corresponden a la fase austenítica.

La fracción recristalizada se determinó utilizando el método conocido como *back extrapolation* para diferentes temperaturas, deformaciones equivalentes de 0,20 y 0,35 y una velocidad de deformación constante de 3,63 s^{-1} (= 1.000 rev/min). Las deformaciones aplicadas se calcularon sobre la superficie cilíndrica de la probeta de acuerdo al criterio de Von Mises[7].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Recristalización estática

Algunas curvas de la fracción recristalizada (X_a) frente al tiempo muestran la formación de un *plateau*, como ocurre en las curvas que corresponden a las temperaturas de 900 °C, 850 °C y 800 °C

Tabla I. Composición química de los aceros (% peso); austenización (°C x 10 min); tamaño de grano (D); temperatura crítica de enfriamiento (Ar_3, a 0,20* y 0,25 °C/s)

Table I. Chemical composition of the steels (mass %); austenization (°C x 10 min); grain size (D); cooling critical temperature (Ar_3, a 0,20 and 0,25 °C/s)*

Acero	C	Sí	Mn	N	Xi	Austenización (°C x 10min)	D (μm)	Ar_3 (°C)
V1	0,11	0,24	1,10	0,0105	V = 0,043	1230	172	786*
V2	0,12	0,24	1,10	0,0123	V = 0,060	1230	167	782*
V3	0,11	0,24	1,00	0,0144	V = 0,093	1230	165	784*
V5	0,33	0,22	1,24	0,0146	V = 0,076	1200	165	716
V6	0,35	0,21	1,23	0,0121	V = 0,033	1200	170	715
V8	0,38	0,22	1,42	0,0190	V = 0,120	1200	157	721
T1	0,15	0,24	1,12	0,0105	Ti = 0,021	1230	29	791*
T2	0,15	0,27	1,25	0,0100	Ti = 0,055	1230	95	774*
T3	0,15	0,26	1,10	0,0102	Ti = 0,075	1230	90	779*
N1	0,11	0,24	1,08	0,0058	Nb = 0,024	1250	210	768*
N2	0,21	0,24	1,23	0,0112	Nb = 0,041	1250	122	786*
N3	0,21	0,18	1,32	0,0119	Nb = 0,093	1250	116	786
N4	0,21	0,19	1,14	0,0061	Nb = 0,058	1250	190	679
N7	0,29	0,22	1,30	0,0062	Nb = 0,058	1295	415	751
N8	0,20	0,20	1,00	0,0056	Nb = 0,007	1250	140	770
N9	0,46	0,24	1,25	0,0100	Nb = 0,009	1250	190	704

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

de la figura 1a) referidas al acero V5. Las curvas correspondientes a temperaturas mayores tienen la forma "sigmoidal" de la ley de Avrami. Cada *plateau* muestra que la precipitación no inhibe la recristalización permanentemente y, de nuevo, progresa hasta que se completa, siguiendo la forma "sigmoidal" registrada antes de la formación del mismo. Por tanto, antes y después de dicho *plateau*, la cinética de recristalización obedece a la ley de Avrami.

Los aceros microaleados con niobio, tales como N4 y N7, mostraron un doble *plateau* (Fig. 1b), como puede observarse en las curvas correspondientes a 1.050 °C y 1.000 °C. Este fenómeno ha sido interpretado como la precipitación de dos tipos de carbonitruros de niobio, de estequiometría algo diferente, que comienzan a formarse, prácticamente, a la misma temperatura. Una vez que los precipitados formados sobre el primer *plateau* han alcanzado un cierto tamaño crítico debido al crecimiento por nucleación heterogénea y a la coalescencia entre ellos, las fuerzas de anclaje ejercidas por los mismos disminuyen lo suficiente como para permitir que la recristalización progrese, de nuevo, hasta que comienza a producirse la segunda precipitación[8]. El segundo *plateau* muestra la segunda precipitación y el ciclo se repite hasta que, nuevamente, la recristalización continúa hasta completarse[9].

3.2. Diagramas RPTT

De las curvas de fracción recristalizada (X_a) frente al tiempo, se determinaron los diagramas RPTT mediante lectura de las temperaturas y tiempos correspondientes a los puntos de intersección de las líneas horizontales trazadas a diferentes fracciones recristalizadas (0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9 y 0,95) con las curvas X_a/t. De este modo, se dibujaron los diagramas RPTT como se muestran en la figura 2, a) y b) (aceros V8 y N4). Se observa que la fracción recristalizada no varía entre las curvas de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación y está representada por una línea horizontal. Una vez que las líneas de cada fracción recristalizada han alcanzado la curva P_f, continúan descendiendo con

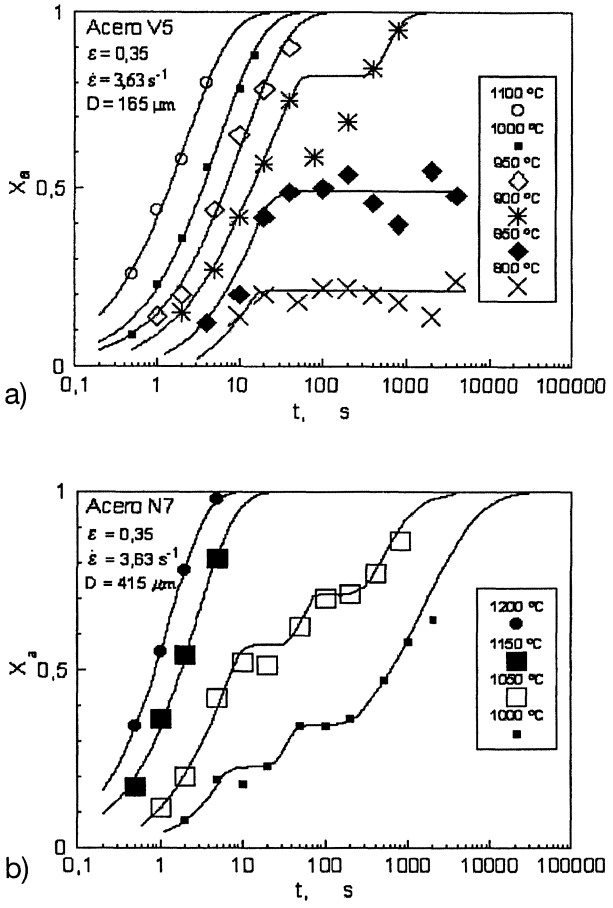

Figura 1. Fracción recristalizada (X_a) frente al tiempo (t). Acero: (a) V5 y (b) N7.

Figure 1. Recrystallized fraction (X_a) against the time (t). Steel: (a) V5 and (b) N7.

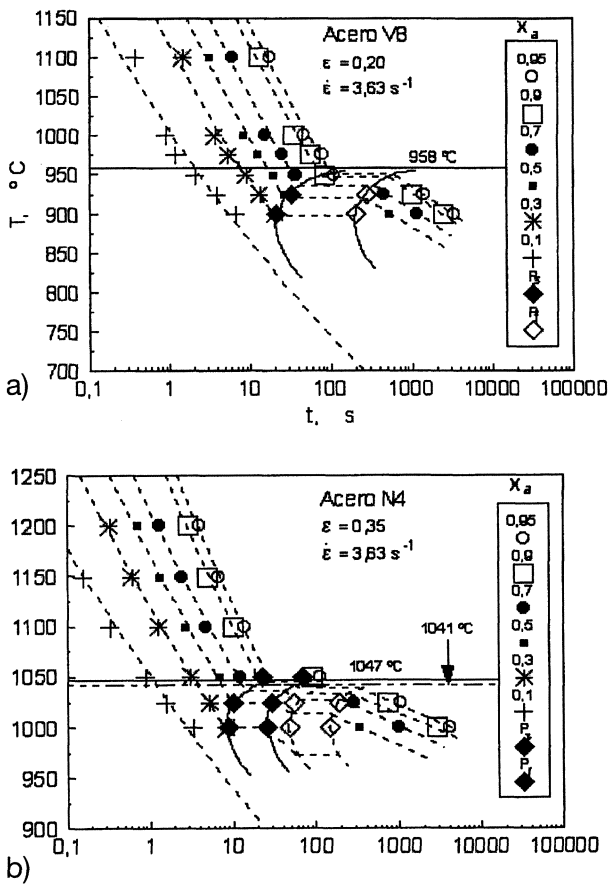

Figura 2. Diagrama RPTT. Aceros: (a) V8 y (b) N4.

Figure 2. RPTT diagram. Steel: (a) V8 and (b) N4.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

menor pendiente que antes de alcanzar P_s. Los diagramas RPTT proporcionan una valiosa información sobre la interacción recistalización-precipitación. Por ejemplo, se conoce el instante aproximado de comienzo de la precipitación a cualquier temperatura (curva P_s), el tiempo mínimo de incubación, dado por la nariz de la curva P_s, el instante final de la precipitación (curva P_f), la fracción recristalizada que corresponde a cualquier punto de la curva P_s, etc. Es interesante resaltar que la nariz de la curva P_s intersecta con la línea de, aproximadamente, un 0,5 de fracción recristalizada, es decir, en ese punto, el volumen recristalizado es del 50 %. Asimismo, cuando el volumen recristalizado es menor del 20 % la nucleación de los precipitados es prácticamente imposible ya que la temperatura es excesivamente baja para que se produzca la difusión de los elementos microaleantes y la correspondiente precipitación.

3.3. Influencia de la deformación y los elementos aleantes

Los valores del tiempo mínimo de incubación (t_N) y del tiempo mínimo del final de la precipitación (t'_N) se muestran en tabla II: Se observa que los

Tabla II. Tiempo mínimo de incubación t_N, β experimental y calculado

Table II. Minimum incubation time t_N, β experimental and calculated

Acero	ε	t_{N1}, (s)	t'_{N1}, (s)	t_{N2}, (s)	t'_{N2}, (s)	β_{exp}	β_{cal}
V1	0,20	52	340	—	—	0,983	0,790
	0,35	30	200	—	—		
V2	0,20	37	330	—	—	0,699	0,637
	0,35	24	155	—	—		
V3	0,20	20	120	—	—	0,400	0,472
	0,35	16	115	—	—		
V5	0,20	21	180	—	—	0,543	0,544
	0,35	16	110	—	—		
V6	0,20	40	80	—	—	1,006	0,978
	0,35	23	41	—	—		
V8	0,20	19	180	—	—	0,422	0,393
	0,35	15	90	—	—		
T1	0,20	300	1800	—	—	1,960	1,904
	0,35	100	600	—	—		
T2	0,20	130	300	—	—	1,710	1,104
	0,35	50	220	—	—		
T3	0,20	60	150	—	—	0,330	0,801
	0,35	50	150	—	—		
N1	0,20	24	295	—	—	0,770	0,813
	0,35	16	190	—	—		
N2	0,20	17	275	—	—	0,580	0,472
	0,35	12	130	—	—		
N3	0,20	26	460	—	—	0,983	1,011
	0,35	15	200	—	—		
N4	0,20	11	38	80	230	0,592	0,652
	0,35	8	23	42	130		
N7	0,20	10	35	75	215	0,637	0,598
	0,35	7	20	42	110		
N8	0,20	58	510	—	—	1,653	1,755
	0,35	23	220	—	—		
N9	0,20	29	82	—	—	1,502	1,649
	0,35	12	38	—	—		

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

tiempos t_N y t'_N disminuyen con el aumento del contenido de microaleante y deformación. Sin embargo, puede apreciarse que las dos magnitudes no actúan independientemente, y el efecto de la deformación sobre la cinética de precipitación depende del contenido de microaleante. La forma de las curvas RPTT muestran que el modelo establecido por Dutta *et al.* [5 y 10] es, en general, cualitativamente correcto. Dichos autores establecen que el tiempo, $t_{0,05}$, correspondiente a una precipitación parcial de 5 % está relacionado con el contenido de microaleante (w) y deformación (ε) de acuerdo con la siguiente expresión:

$$t_{0,05} \propto w^{-\nu}\, \varepsilon^{-\beta} \qquad (1)$$

De acuerdo con la ecuación (1) y aceptando que $t_{0,05}$ y t_N son aproximadamente similares, es decir, se refieren al 5 % de volumen precipitado, los valores de β fueron determinados y los resultados se muestran en la tabla II.

Se observa que β disminuye con el incremento del contenido de microaleante, en cada grupo de aceros. La representación gráfica de β frente al contenido (% peso) del microaleante (Fig. 3), muestra claramente la dependencia de β. La forma de la curva de regresión sugiere una expresión de tipo Avrami para β, como sigue:

$$\beta = 1{,}96\left[1-\exp\left(-3{,}994\times10^{-2}\left(\frac{1}{w}\right)^{0{,}813}\right)\right] \qquad (2)$$

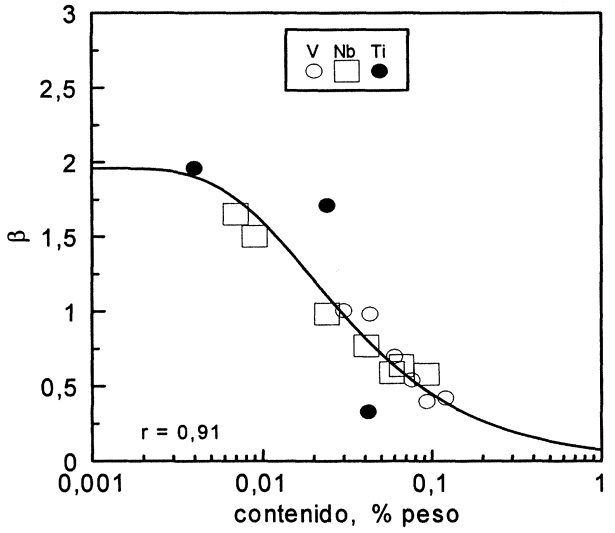

Figura 3. Parámetro *b* frente al contenido de V, Nb y Ti (% peso) para los aceros usados.

Figure 3. Parameter b against the content of V, Nb and Ti (mass %) for the steels used.

donde, w es el contenido de microaleante en % en peso.

Cálculos realizados con la ecuación (2) sugieren que la deformación inicial influye en la cinética de precipitación cuando el contenido de microaleante es menor a una cierta cantidad y que, en términos prácticos, debe ser, aproximadamente, 0,3 % en peso. Para contenidos inferiores, el valor de β debe ser mayor que cero y, consecuentemente, la deformación afectará a la cinética de precipitación. Uno de los efectos de la deformación es el incremento de la densidad de dislocaciones, que son fuentes de nucleación para los precipitados y este efecto se debilita gradualmente a medida que aumenta el porcentaje de microaleante, o sea, su actividad termodinámica. En la tabla II se comparan los valores experimentales de β con los calculados de acuerdo con la ecuación (2).

Por último, dado que los precipitados son potenciales fuentes de nucleación de la ferrita[11], especialmente en aceros microaleados con vanadio, sería interesante conocer el papel que juega el parámetro β sobre dicha nucleación intragranular.

Además, el trabajo mostrado supone una parte de los trabajos realizados en el contexto de un proyecto financiado por CECA, cuyo objetivo fue el estudio de la interacción recristalización-precipitación en aceros microaleados[12].

4. CONCLUSIONES

- La influencia de la deformación en el período de incubación para la precipitación disminuye cuando el contenido de microaleante se incrementa.
- Para propósitos prácticos se debe considerar que para contenidos mayores a 0,3 % en peso la deformación no tiene influencia en la cinética de precipitación.
- Cuando el contenido de elemento microaleante disminuye el parámetro b incrementa, pero no supera el valor de 2.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer a la Secretaría de Estado de Educación y Universidades por financiar la estancia en el CENIM del Dr. A. Quispe.

REFERENCIAS

[1] O. KWON, *ISIJ Int.* 32 (1992) 350-358.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

[2] A. QUISPE, S.F. MEDINA y P. VALLES, *ISIJ Int.* 37 (1997) 783-788
[3] S.F. MEDINA y A. QUISPE, *ISIJ Int.* 41 (2001) 774-781.
[4] R. LAGNEBORG, T. SIWECKI, S. ZAJAC y B. HUTCHINSON, *Scand. J. Metall.* 28 (1999) 186-241.
[5] B. DUTTA y C.M. SELLARS, *Mater. Sci. Technol.* 3 (1987) 197-207.
[6] S.F. MEDINA y A. QUISPE, *ISIJ Int.* 36 (1996) 1.295-1.300.
[7] A. FAESSEL, *Rev. Metall.* CIT 4 (1976) 875-892.
[8] S.F. MEDINA, M. CHAPA, M. GÓMEZ, A. QUISPE, V. LÓPEZ y B. FERNÁNDEZ, *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 403-407.
[9] S.F. MEDINA, A. QUISPE y M. GÓMEZ, *ISIJ Int.* 41 (2001) 774-781.
[10] B. DUTTA, E.J. PALMIERE y C.M. SELLARS, *Acta Metall. Mater.* 49 (2001) 785-794.
[11] C. CAPDEVILA, F.G. CABALLERO y C. GARCÍA DE ANDRÉS, *Rev. Metal. Madrid* 38 (2002) 183-194.
[12] S.E. MEDINA, F. LÓPEZ y M. MORCILLO, *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 193-204.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es