

# Análisis mediante EBSD de los procesos de recristalización y crecimiento de grano en un acero ULC

E. Novillo\*, M.M. Petite\*\*, J.L. Bocos\*\* e I. Gutiérrez\*

**Resumen** El objetivo del presente trabajo es el estudio de la evolución de la micro-textura en un acero ultrabajo en carbono ULC y de su relación con la textura global en el proceso de recristalización. Aspectos tales como la nucleación, evolución de la fracción en volumen de las diferentes componentes cristalográficas y tamaño de grano de las mismas han sido analizados mediante EBSD/OIM. Se observa una importante selección de granos con orientaciones {111} que, además de tener un tamaño significativamente mayor, cuentan con una ventaja importante en número de granos respecto del resto de orientaciones. Esta selección de determinados granos conduce al desarrollo, en los últimos estadios de la recristalización, de la fibra  $\gamma$  asociada a una textura apta para la embutición.

**Palabras clave** Recristalización. Crecimiento de grano. EBSD. Recocido continuo. ULC

## Analysis of recrystallization and grain growth in ultra low carbon steels using EBSD

**Abstract** This work is focused on the study of recrystallization texture and microtexture in a cold rolled ultra low carbon steel and its relationship with the global texture. Aspects like nucleation, evolution of the volume fraction and grain size were considered. An important grain selection associated with a significant size and number advantages of the {111} recrystallized grains is observed. This grain selection gives rise to the development, at the latest stages of recrystallization, of a strong  $\gamma$ -fibre associated to good drawing properties.

**Keywords** Recrystallization. Grain growth. Continuous annealing. EBSD. ULC

## 1. INTRODUCCIÓN

Los procesos de recristalización y de evolución de la textura durante el recocido continuo de aceros de bajo carbono, tras la laminación en frío, han sido estudiados por diversos autores<sup>[1-4]</sup>. La formación de una fuerte textura del tipo  $\gamma$  está directamente relacionada con la alta conformabilidad de este tipo de aceros. Históricamente, dos teorías basadas en la nucleación orientada<sup>[5 y 6]</sup> y en el crecimiento selectivo<sup>[7 y 8]</sup> han competido en la explicación del desarrollo de este tipo de textura. También, se han realizado otro tipo de aproximaciones como las que se derivan de una ventaja en número o en tamaño de los granos<sup>[9 y 10]</sup> correspondientes a determinadas orientaciones. La caracterización cristalográfica del material se ha realizado con ayuda de dos técnicas diferentes, difracción de

rayos X y difracción de electrones retrodispersados (EBSD). La utilización de ambas técnicas<sup>[11]</sup> resulta muy útil para asociar determinadas componentes de textura con características microestructurales del material. De esta forma la microscopía de imágenes por orientación (OIM) ha permitido analizar el tamaño de grano asociado a ciertas componentes cristalográficas y su evolución durante el proceso de recristalización.

## 2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material utilizado es un acero ultrabajo en carbono, cuya composición química se muestra en la tabla I. Este acero fue producido y procesado industrialmente hasta alcanzar una reducción en frío, del 85 %. Tras la laminación en frío, el material

(\*) CEIT y TECNUN, Pº Manuel de Lardizábal, 15, 20018 San Sebastián (Gipuzkoa, España), e-mail: enovillo@ceit.es

(\*\*) En CEIT y TECNUN durante la realización de este trabajo. Actualmente, en LORTEK, Granja Auzoa s/n, Apartado 24, 20240 Ordizia (Gipuzkoa, España)

**Tabla I.** Composición química

*Table I. Chemical composition*

% C	% Mn	% P	% Al	% N	% Si
0,0033	0,29	0,01	0,0289	0,0031	0,007

fue recocido en laboratorio, en un simulador de recocido continuo<sup>[12]</sup>, con el fin de obtener diferentes fracciones recristalizadas. Las probetas se calentaron a una velocidad de 17 °C/s.

El tiempo de mantenimiento fue de 60 s, a las temperaturas que se indican en la tabla II, seguido de un enfriamiento por gas hasta la temperatura de sobrevejecimiento (400 °C). Posteriormente, las muestras fueron sobrevejecidas durante 100 s para ser enfriadas, finalmente, hasta temperatura ambiente.

Las medidas de textura fueron realizadas utilizando un difractor de rayos X Phillips X'pert-MRD, con radiación Co ( $K_{\alpha}$ ) y los datos se trataron mediante el programa MTM-HFM desarrollado por Van Houtte<sup>[13]</sup> con el fin de determinar la función de distribución de las orientaciones (ODF).

Las medidas de EBSD se han realizado en el microscopio electrónico de barrido Philips XL30cp que utiliza un equipo TSL (TexSEM Laboratories) MSC2200.

Se han realizado medidas de metalografía cuantitativa sobre imágenes obtenidas mediante OIM, para diferentes componentes de textura. Las componentes que se han estudiado son las siguientes: los granos correspondientes a la fibra  $\gamma$  con el plano {111}, perpendicular a la dirección normal (ND), los granos con el plano {100}, perpendicular a ND y aquellos con el plano {101}, también per-

pendicular a ND. La tolerancia en grados, considerada para una orientación determinada, ha sido de 15°, en todos los casos. El resto de los granos que no satisfacen ninguna de las condiciones de orientación anteriores se han englobado dentro del grupo "otras".

El criterio para la definición de grano se ha tomado como sigue. Grano recristalizado es aquella región bien definida, con una baja distorsión en los patrones de difracción, en cuyo interior no aparezcan celdas o subgranos y que esté rodeada por juntas de grano que presenten desorientaciones mayores de 10°.

Los tamaños de todos los granos que satisfacen las condiciones anteriores se han medido mediante metalografía cuantitativa para cada una de las componentes cristalográficas descritas. El tamaño de grano promedio se ha expresado en términos de diámetro equivalente.

### 3. RESULTADOS

Los mapas de calidad de imagen obtenidos mediante OIM (Fig. 1) muestran la evolución de la microestructura en función de las condiciones de recocido.

El comienzo de la recristalización (Fig. 1b) se produce a una temperatura próxima a los 580 °C mostrando el material un 7 % de fracción recristalizada a dicha temperatura. En esta etapa se observan granos pequeños que se encuentran concentrados principalmente en determinadas áreas mientras que en otras zonas, la microestructura parece conservar el mismo aspecto que tras la deformación en frío (Fig. 1a). El agrupamiento de los granos recristalizados aumenta a medida que el proceso de recristalización continúa. A la temperatura de 640 °C, los mapas de calidad de imagen muestran una completa recristalización del material con una distribución heterogénea de tamaños de grano. A 700 °C, cuando el material ha sido recocido 60 °C por encima de la temperatura necesaria para concluir la recristalización, no se observa un significativo aumento en el tamaño de grano ferrítico. Además, no se distinguen las colonias de granos pequeños que si se observan a menor temperatura (Fig. 1e)

Las secciones  $\phi_2 = 45^\circ$  de las ODF obtenidas mediante rayos X se muestran en la figura 2 para el material laminado en frío y para las condiciones parcial y totalmente recristalizadas descritas anteriormente. En el material deformado en frío, la intensidad se concentra principalmente a lo largo de

**Tabla II.** Temperaturas de mantenimiento escogidas y fracción recristalizada

*Table II. Soaking temperatures and their correspondent recrystallized fraction*

Temperatura de mantenimiento (°C)	Fracción recristalizada (°C)
580	7
600	46
620	86
640	100
700	-

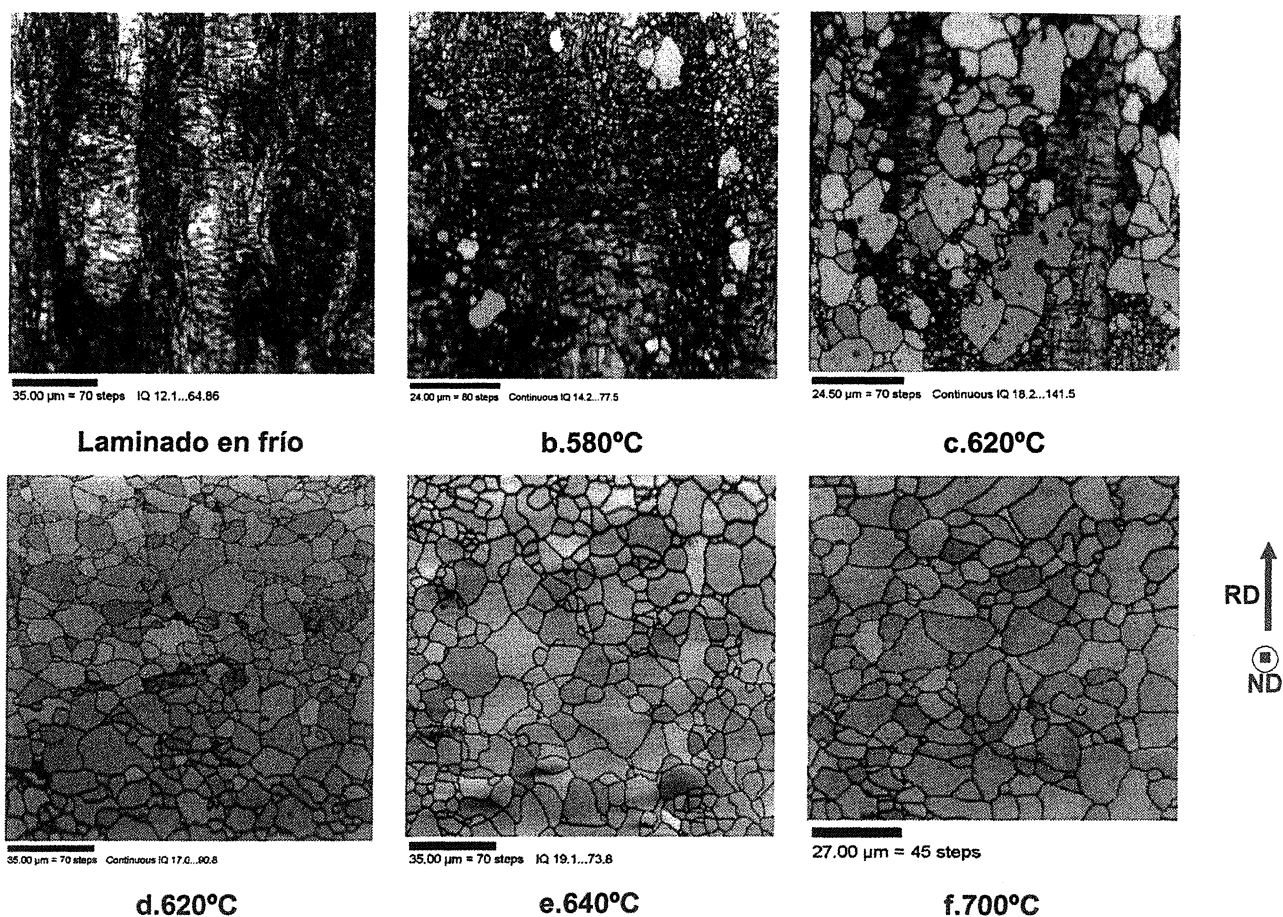


Figura 1. Micrografías obtenidas mediante OIM a las temperaturas indicadas.

Figure 1. OIM micrographs at different soaking temperatures

la fibra  $\alpha$ . Además, un máximo en la componente cubo rotada  $\{100\}\langle 110 \rangle$  aparece con el mismo nivel de intensidad. A lo largo de la fibra  $\gamma$  la intensidad es, aproximadamente, la mitad del máximo valor registrado en la fibra  $\alpha$  siendo homogénea en cada una de sus componentes y, a medida que el proceso de recrystalización progresa, esta fibra se fortalece produciéndose los mayores cambios cerca del final de la recrystalización con dos máximos situados próximos a la componente F:  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Paralelamente, la fibra  $\alpha$  se debilita obteniéndose bajos niveles de intensidad en la componente cubo.

En los últimos estadios de la recrystalización, comienza a aparecer débilmente la componente Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$ .

La figura 3 muestra el efecto de las condiciones de recocido en la proporción de las distintas clases de granos. En los primeros estadios de recrystalización, los granos  $\{111\}$  representan alrededor del 40 % del total de los granos, los  $\{100\}$ , un 15 % y

los  $\{101\}$ , un 5 %, aproximadamente, perteneciendo el resto de granos a la categoría de “otros”. A la temperatura de 700 °C, el número de granos  $\{111\}$  representa ya un 55 % del total de granos y los  $\{101\}$  y  $\{100\}$  representan un 5 % y menos de un 10 %, respectivamente. El aumento en el número de granos  $\{111\}$  viene acompañado de una disminución, tanto en el número de granos  $\{100\}$  como en los granos clasificados como “otros”

La evolución de tamaños de grano durante el proceso de recrystalización se muestra en la figura 4. En los primeros estadios de recrystalización, no se observan diferencias significativas, en cuanto a tamaño de grano se refiere, entre las distintas orientaciones. A medida que el proceso de recrystalización avanza, los granos  $\{111\}$  van adquiriendo una importante ventaja en tamaño que mantienen hasta el final del proceso (por encima de los 640 °C). Los granos correspondientes a orientaciones  $\{100\}$  y  $\{101\}$  se mantienen sensiblemente por debajo del promedio del total de granos. Esto parece indicar

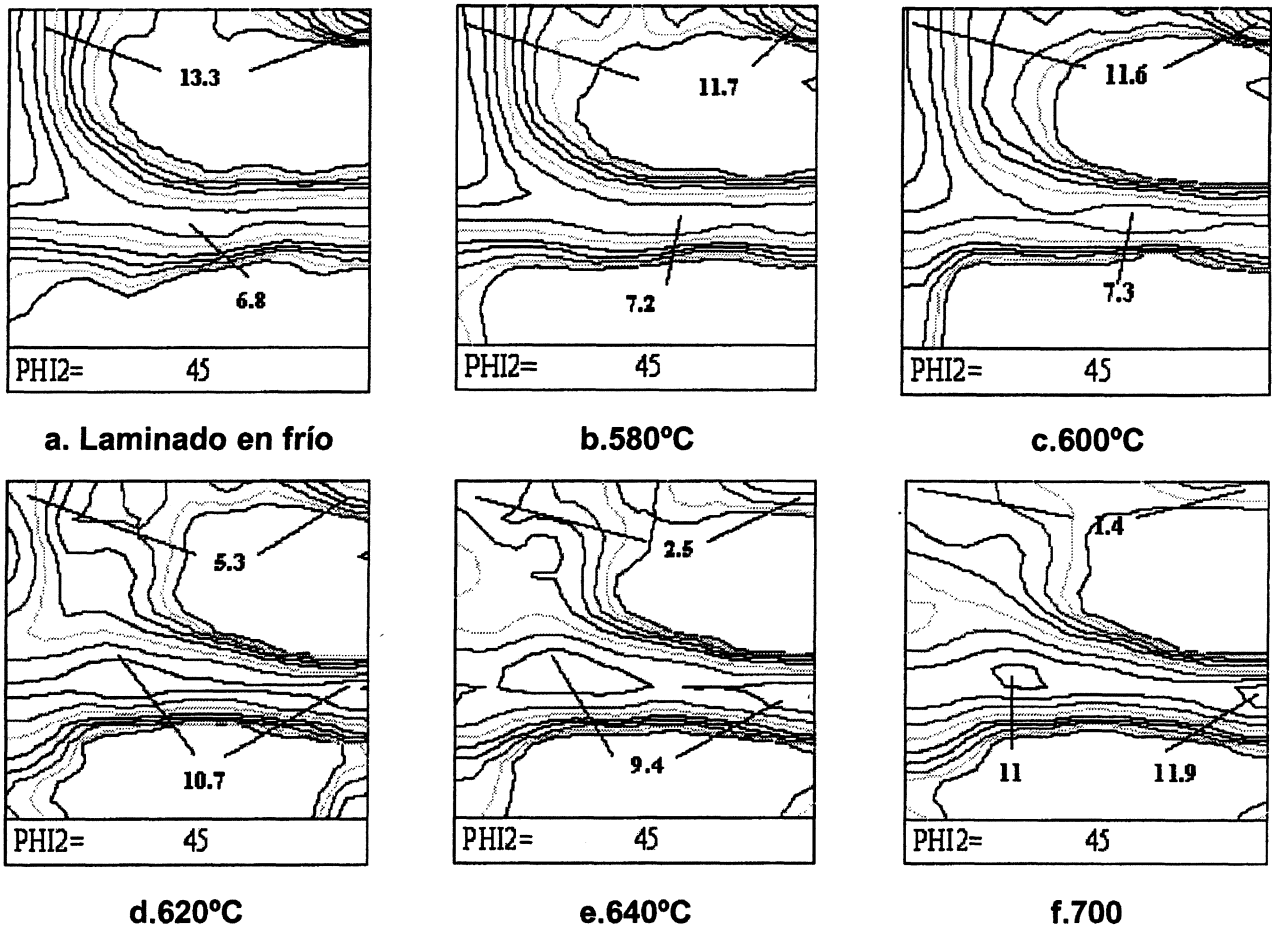


Figura 2. Secciones correspondientes a  $\phi_2=45^\circ$  de la ODF.

Figure 2.  $\phi_2=45^\circ$  section of the X-ray ODF.

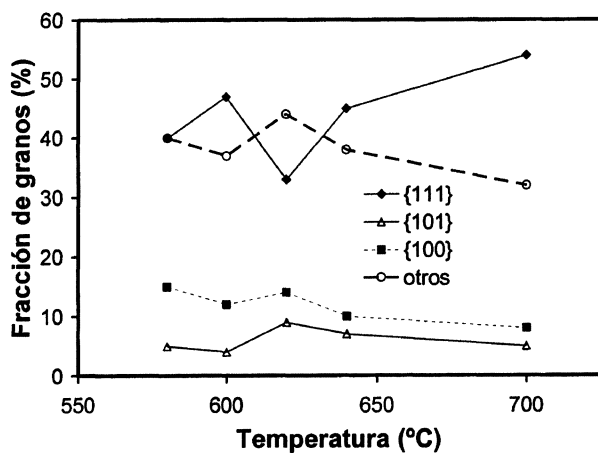


Figura 3. Evolución en la fracción en número de granos para las diferentes orientaciones.

Figure 3. Evolution of the number fraction of recrystallized grains by orientation.

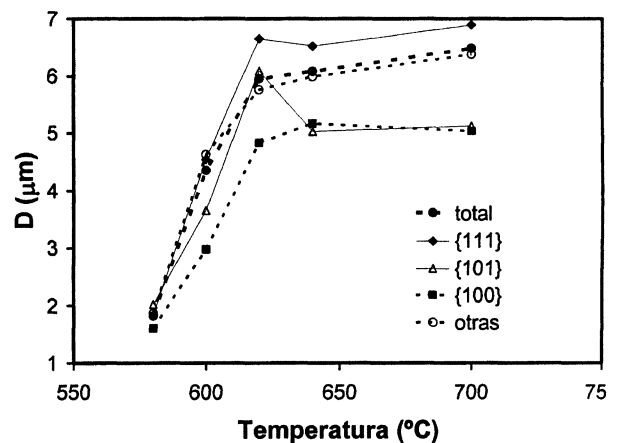


Figura 4. Evolución del tamaño de grano para muestras parcial y totalmente recrystalizadas.

Figure 4. Grain size evolution in partially or fully recrystallized samples.

que los granos {111}, además de ser más numerosos, poseen una ventaja en tamaño desde los primeros

estadios de recrystalización (a partir de 600 °C) y la mantienen a lo largo de todo el proceso.

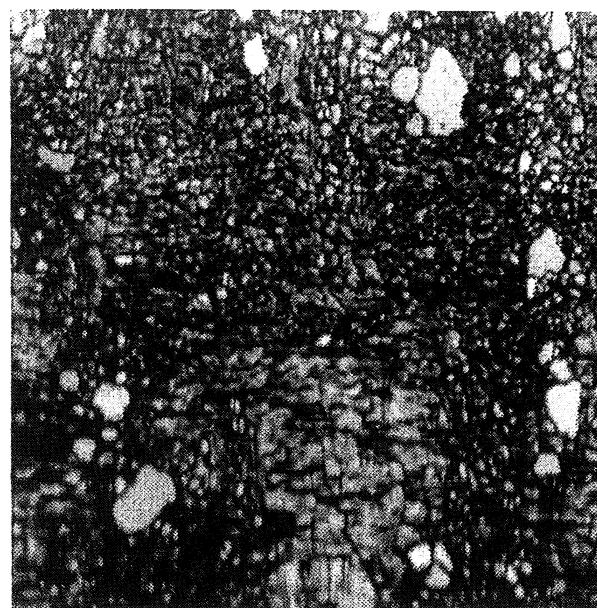
#### 4. DISCUSIÓN

En los barridos realizados sobre el material deformado en frío (Fig. 1a) se observa una gran diferencia, en cuanto a calidad de los patrones de difracción se refiere, entre las zonas pertenecientes a la fibra  $\alpha$  y a la fibra  $\gamma$ . Las zonas correspondientes a la fibra  $\gamma$  presentan unos patrones de difracción mucho más distorsionados, lo que se refleja en una peor calidad de la imagen. Esta observación se puede relacionar con una distribución heterogénea de la energía almacenada en el material tras el proceso de deformación en frío, dependiendo de la orientación<sup>[14 y 15]</sup> de cada grano. La secuencia de disminución de la energía almacenada para las principales componentes de textura, es como sigue:  $\{111\}\langle uvw \rangle$ ,  $\{211\}\langle uvw \rangle$  y  $\{100\}\langle 011 \rangle$ .

Al comenzar el proceso de recristalización (Fig. 5) se observa que una red de juntas de alto ángulo ( $>10^\circ$ ) se desarrolla en el interior de los granos deformados pertenecientes a la fibra  $\gamma$ . Las zonas deformadas, con orientaciones distintas a la  $\{111\}$  no han desarrollado este tipo de red. La nucleación de nuevos granos recristalizados comienza en las zonas de mayor energía y, de acuerdo con lo anterior, será dependiente de la orientación y es lógico que se inicie en las regiones con orientación  $\{111\}$ . Se ha observado que, durante el proceso de recristalización, los nuevos granos recristalizados nuclean donde esa red de juntas de alto ángulo está presente (Fig. 5) además de, en antiguas juntas de grano, que son lugares de nucleación preferente<sup>[16 y 17]</sup>.

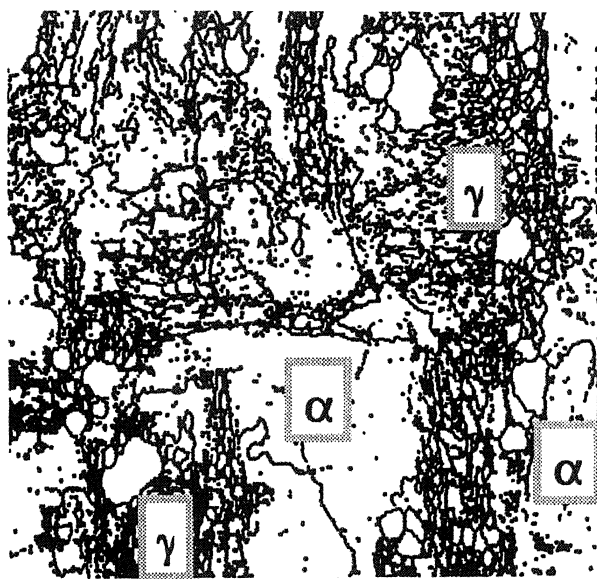
Al utilizar imágenes que proceden de barridos realizados mediante la técnica de EBSD, es necesario establecer un criterio para definir grano recristalizado. La decisión no es evidente, sobre todo porque un gran número de granos pequeños se produce durante los primeros estadios de recristalización, exhibiendo una distribución de tamaños de grano como la que se muestra en la figura 6.

El criterio utilizado en el presente trabajo para la definición de grano se basa en uno ya utilizado previamente para diferentes aceros<sup>[17]</sup>. Los granos recristalizados de un cierto tamaño destacan de la estructura deformada y son fácilmente identificables. Sin embargo, se ha observado que al aplicar el criterio de los  $10^\circ$  de desorientación mínima, junto con las condiciones que se explican en el procedimiento experimental, se definen, al inicio de la recristalización, una serie de bloques de granos pequeños distribuidos principalmente dentro de los granos deformados con orientación  $\{111\}$  y que pueden o no contabilizarse como granos. Tra-



24.00  $\mu\text{m}$  = 80 steps Continuous IQ 14.2...77.5

a



Boundary levels:  $10^\circ$

24.00  $\mu\text{m}$  = 80 steps

b

**Figura 5.** a) Barrido OIM correspondiente a una temperatura de  $580^\circ\text{C}$  y b) juntas de grano  $>10^\circ$  junto con la orientación de las zonas marcadas

Figure 5. a) OIM scan at a soaking temperature of  $580^\circ\text{C}$  and b) grain boundaries  $>10^\circ$  together with the orientation of certain areas.

bajos previos<sup>[18]</sup> han observado fenómenos similares y lo atribuyen a crecimiento normal de subgrano producido por restauración que lleva a desorientaciones en el interior de los granos

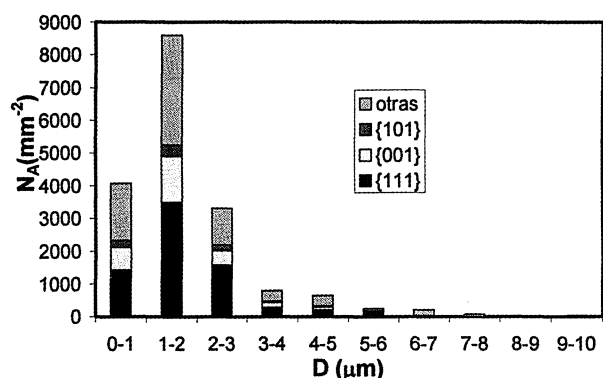


Figura 6. Distribución de tamaños de grano para un 7 % de fracción recrystalizada.

Figure 6. Grain size distribution in the sample with a 7 % of recrystalized fraction.

deformados que exceden muchas veces los  $10^\circ$ . Según estos mismos trabajos, la nucleación de los granos recrystalizados tendría lugar por crecimiento anormal de alguno de estos subgranos. Según esto, la red de granos/subgranos definida con el criterio de la desorientación mínima de  $10^\circ$  puede considerarse en principio como una red de núcleos potenciales para la recrystalización. Seguramente, no todos los granos que se han identificado con los criterios mencionados contribuyen a la microestructura final recrystalizada, ya que solamente algunos actuarán como núcleos efectivos<sup>[19 y 20]</sup>.

Para distinguir entre núcleos potenciales y núcleos efectivos para la recrystalización, se impone entonces la aplicación de un criterio de tamaño mínimo, añadido al anteriormente utilizado ( $10^\circ$  mínimo de desorientación). En ocasiones, se han utilizado tamaños mínimos de 2 y 3  $\mu\text{m}$ <sup>[21]</sup>. Pero hay que tener en cuenta que los resultados finales, especialmente para los estadios iniciales de recrystalización, son fuertemente dependientes del tamaño mínimo utilizado<sup>[18]</sup>.

Las ODF en la figura 2 muestran la habitual transición a partir de una textura de deformación en frío donde la intensidad está concentrada a lo largo de las fibras  $\alpha$ : RD// $\langle 110 \rangle$ ,  $\gamma$ : ND// $\langle 111 \rangle$  y algo en la componentes cubo, hasta una textura propia de recrystalización. Como se ha comentado, la componente cubo desaparece progresivamente y la fibra  $\alpha$  pierde intensidad, fortaleciéndose la fibra  $\gamma$ . Los mayores cambios, en lo que se refiere al fortalecimiento de la fibra  $\gamma$ , se producen cerca del final de la recrystalización ( $620^\circ\text{C}$ ). Este hecho viene a confirmar resultados previos obtenidos por otros autores<sup>[22]</sup>. En cuanto a la curvatura que

se observa en la fibra  $\gamma$ , que es característica de este tipo de aceros, se puede explicar en términos de rotaciones permitidas y crecimiento selectivo de ciertas orientaciones a partir de la textura de deformación en frío<sup>[23 y 24]</sup>. Los granos con orientaciones  $\{101\}$ , que se han observado en los barridos mediante EBSD, aparecen reflejados débilmente en la textura global debido probablemente a la baja fracción volumétrica que representan dentro del material.

En la figura 3 se observa que las fracciones de granos recrystalizados con orientaciones  $\{111\}$  y con otras orientaciones (diferentes de  $\{100\}$  y  $\{101\}$ ) son comparables durante los primeros estadios de recrystalización aunque este comportamiento cambia más adelante. Durante la recrystalización y posterior crecimiento de grano la fracción de granos  $\{111\}$  aumenta a expensas del resto de orientaciones. Al final del proceso, la fracción del número de granos  $\{111\}$  representa, aproximadamente, el 55% del total de los granos.

En cuanto al tamaño medio de los granos (Fig. 4), en los primeros estadios no se aprecian diferencias significativas en función de la orientación. Sin embargo, conforme progresa la recrystalización y el crecimiento de grano, los granos  $\{111\}$  adquieren una clara ventaja en tamaño, comparados con el resto. Pueden distinguirse además dos tipos de comportamiento: durante el proceso de recrystalización propiamente dicho, la variación en el tamaño de grano con la temperatura de mantenimiento es mucho más pronunciada que después. Durante la recrystalización, se espera que dos tipos de mecanismos estén actuando en la variación del tamaño de grano: engrosamiento de grano producido por el movimiento del frente que está recrystalizando y algo de crecimiento normal de grano entre granos recrystalizados adyacentes.

La magnitud de ambas contribuciones es difícil de separar. Después de la recrystalización, sólo el segundo de los mecanismos es operativo. Como la fuerza impulsora del proceso de recrystalización es mucho mayor que la correspondiente a crecimiento normal de grano, parece lógico que el engrosamiento sea mucho más acusado durante el proceso de recrystalización y que esté controlado por el desplazamiento del frente de recrystalización.

## 5. CONCLUSIONES

- Durante el proceso de recrystalización, se forma una red de juntas de alto ángulo en aquellas zonas con mayor energía acumulada durante la deformación en frío del material (zonas  $\{111\}$ )

Esta red conduce a la formación de pequeños granos rodeados de juntas,  $>10^\circ$ , que pueden ser considerados como núcleos potenciales para la recristalización.

- Los cambios más importantes en la textura global del material se producen en los últimos estadios de recristalización.
- Los granos con orientaciones {111} adquieren una importante ventaja en número durante el proceso de recristalización a expensas del resto de orientaciones consideradas.
- La ventaja en tamaño de los granos {111} es también muy clara, produciéndose un agrupamiento importante de los mismos a medida que la microestructura deformada se va consumiendo.
- El crecimiento de grano es muy pronunciado durante la etapa de recristalización suavizándose tras la misma debido a la diferencia de fuerzas impulsoras en una y otra etapa.

## REFERENCIAS

- [1] R.C. HUDD, *Mater. Sci. Technol.*, 7 (1991) 219-284.
- [2] M. ABE, *Mater. Sci. Technol.* 7 (1991) 285-333.
- [3] W.B. HUCHINSON, *Int. Mater. Rev.* 29 (1984) 25-42.
- [4] M.M. PETITE, A. MONSALVE, I. GUTIÉRREZ, J. ZAITEGUI y J.I. LARBURU, *Rev. Metal. Madrid* 34 (1998) 333-337.
- [5] I.L. DILLAMORE, C.J.E. SMITH Y T.W. WATSON, *Met. Sci. J.* (1967) 49-54.
- [6] B. HUTCHINSON Y L. RYDE, *Thermomechanical Processing in Theory, Modelling and Practice*; B. Huchinson, M. Anderson, G. Engberg, B. Karlsson, D. Siwecki (Eds.), Stockholm, 1996, pp. 145-161.
- [7] K. LÜCKE, *Can. Metall. Q.* 13 (1974) 261-274.
- [8] IBE, K. LÜCKE, *Arch. Eishüttenwe.* 39 (1968) 693-703.
- [9] I. SAMAJDAR, B. VERLINDEN, P. VAN HOUTTE Y D. VANDERSCHUEREN, *Mater. Sci. Eng. A238* (1997) 343-350.
- [10] B. VERLINDEN, I. SAMAJDAR Y P. VAN HOUTTE, *4<sup>th</sup> Int. Conf. Recrystallisation and Related phenomena*. Tsukuba, Japan, 1999 T. Sakai and H.G. Suzuki (Eds.), The Japan Institute of Metals, Vol. 3, 1999, pp. 373-378.
- [11] J.A. DEL VALLE, M.T. PÉREZ-PRADO Y O.A. RUANO, *Rev. Metal. Madrid* 38 (2002) 353-357
- [12] M.M. PETITE, Tesis Doctoral. Facultad de Ciencias, San Sebastián, Universidad de Navarra, 1999.
- [13] P. VAN HOUTTE, *The MTM-FHM Software System, Versión 2, Users Manual*, MTM-KULeuven (Ed.), Leuven, Bélgica, 1995.
- [14] I.L. DILLAMORE, C.J.E. SMITH Y T.W. WATSON. *Met. Sci. J.* 1 (1967) 49-54.
- [15] H. TAKECHI, H. KATO, y S. NAGASHIMA, *Trans. Met. Soc. AIME* 242 (1968) 56.
- [16] W.B. HUTCHINSON, *Met. Sci.* 8 (1974) 185-196.
- [17] J.L. BOCOS, E. NOVILLO, M.M. PETITE, A. IZA-MENDIA E I. GUTIÉRREZ, *Metall. Mater. Trans. A* 34 (2003) 827-839.
- [18] H. RÉGLÉ, *Proc. 1<sup>st</sup> Joint Int. Conf. Recrystallization and Grain Growth*, Aachen, Germany. G. Gottstein and D.A. Molodov (Eds.), Springer Verlag, New York, USA, 2001, pp. 707-717.
- [19] D. JUUL JENSEN, *Proc. 16th Riso Int. Symposium on Material Science*, Roskilde, Denmark, 1995. N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu and B. Ralph (Eds.), Roskilde, Denmark, 1995, pp. 119-137.
- [20] D. JUUL JENSEN, *Proc. 3<sup>rd</sup> Int. Conf. Recrystallization and Related Phenomena*, Ed. T. McNelley, Monterey, USA, Institute of Advanced Studies, Monterey, USA, 1997, pp. 15-30.
- [21] I. SAMAJDAR, B. VERLINDEN Y P. VAN HOUTTE, *Acta Mater.* 46 (1998) 2.751-2.763
- [22] J.J. JONAS Y L. KESTENS, *Proc. 1<sup>st</sup> Joint Int. Conf. Recrystallization and Grain Growth*, Aachen, Germany, 2001, G. Gottstein and D.A. Molodov (Eds.), Springer-Verlag, New York, USA, 2001, pp. 49-60.
- [23] P. GANGLI, L. KESTENS Y J. J. JONAS, *Metall. Mater. Trans.* 27A (1996) 1-9.
- [24] J.J. JONAS Y L. KESTENS, *Proc. 2nd Int. Conf. Grain Growth in Polycrystalline Materials*, Kitakyushu, Japan, 1995, H. Yoshinaga, T. Watanabe and N. Takahashi (Eds.), Transtec Publications, Switzerland, Materials Science Forum, 1995, Vol. 204-206, pp. 155-168.