

# Aplicación de las técnicas de EBSD al estudio de la transformación $\gamma$ - $\alpha$ en aceros microaleados

E. Cotrina\*, A. Iza-Mendia\*, B. López\* e I. Gutiérrez\*

**Resumen** El afino de ferrita que se puede conseguir en aceros de bajo contenido en carbono con la aplicación de tratamientos termomecánicos está limitado. Simultáneamente a la transformación se producen fenómenos de engrosamiento de grano que conducen, al final de la transformación, a un tamaño de grano mayor que el que correspondería a la densidad de núcleos inicial. Los mecanismos responsables de este engrosamiento de grano podrían ser dos: crecimiento normal de grano y coalescencia entre granos contiguos poco desorientados entre sí. Para estudiar la contribución de dichos mecanismos se ha utilizado la técnica de EBSD (difracción de electrones retrodispersados), haciendo especial énfasis en el análisis del carácter de las juntas de grano  $\alpha$ - $\alpha$ .

**Palabras clave** Ferrita. Transformación. Coalescencia. Crecimiento de grano. EBSD.

## Study of the $\gamma$ - $\alpha$ transformation in microalloyed steels by EBSD techniques

**Abstract** The degree of ferrite grain refinement that can be reached in low carbon microalloyed steels by thermomechanical processing can be limited. Simultaneously, grain coarsening takes place, which leads to a coarser grain size than that corresponding to the initial nucleation density. Coarsening of ferrite grains can be due to different mechanisms: elimination of ferrite grains produced by normal grain growth and coalescence between neighbour ferrite grains with close orientation. In order to investigate the contribution of both mechanisms, EBSD technique has been applied making special emphasis on the study of the  $\alpha$ - $\alpha$  grain boundary character.

**Keywords** Ferrite. Transformation. Coalescence. Grain growth. EBSD.

## 1. INTRODUCCIÓN

El objetivo principal de los tratamientos termomecánicos aplicados a los aceros microaleados de bajo contenido en carbono es desarrollar microestructuras de ferrita de tamaño de grano fino, con el fin de mejorar las propiedades mecánicas. Para un adecuado afino de la estructura de ferrita es importante aumentar la densidad de posibles lugares de nucleación para la ferrita. Esto, se puede obtener disminuyendo el tamaño de grano de austenita, y/o acumulando deformación en dicha austenita antes de la transformación<sup>[1 y 2]</sup>.

Sin embargo, se ha observado experimentalmente que el afino de ferrita que se puede conseguir con la aplicación de tratamientos termomecánicos está limitado, debido fundamentalmente a fenómenos de engrosamiento de grano que tienen

lugar durante la transformación<sup>[3-5]</sup>. Cuando esto ocurre, se ha observado que el número de granos por unidad de volumen presente en los estados iniciales de la transformación se reduce en estados posteriores, acompañado de un aumento significativo del tamaño de grano medio de ferrita<sup>[4 y 6]</sup>. Los mecanismos responsables de este engrosamiento de grano pueden ser dos: crecimiento normal de grano tras el choque de éstos sobre el plano de la junta de grano de austenita<sup>[7 y 8]</sup> y la posible coalescencia entre granos de ferrita poco desorientados formados a partir de la misma variante cristalográfica<sup>[6]</sup>. Estos fenómenos de engrosamiento se han observado, principalmente, durante la transformación de estructuras de austenita deformada<sup>[3 y 6]</sup>, si bien en un trabajo reciente también se ha comprobado el engrosamiento del grano durante la transformación de austenita recristalizada<sup>[5]</sup>.

(\*) CEIT y TECNUN (U.N.). Pº Manuel de Lardizábal, 15, 20018 Donostia-San Sebastián.

En el presente trabajo se ha utilizado la técnica de EBSD para el estudio de la evolución microestructural durante la transformación. Existen trabajos experimentales basados en esta técnica, los cuales se centran en el estudio de la distribución de ángulos de desorientación para policristales hexagonales<sup>[9]</sup>. En el estudio se ha puesto especial énfasis en la caracterización de las juntas  $\alpha$ - $\alpha$  y de su evolución durante la transformación con el fin de analizar la contribución de los diferentes mecanismos al engrosamiento del grano.

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El acero estudiado es de bajo contenido en carbono y microaleado, siendo la composición (% en masa): 0,082 C, 0,36 Si, 1,5 Mn, 0,012 P, 0,005 S, 0,051 Nb, 0,08 V, y 0,0082 N. Después de un precalentamiento a 1200 °C, las muestras fueron deformadas mediante ensayos de torsión de múltiples pasadas. Se pueden distinguir dos etapas durante la deformación: unas primeras pasadas a temperaturas altas, en el rango de recrystalización, que conducen a un afino del grano de austenita, en torno a 40  $\mu\text{m}$ , por recrystalizaciones sucesivas; una segunda etapa donde el material se deforma a temperaturas por debajo de la temperatura de no recrystalización ( $T_{\text{def}} < T_{\text{nr}}$ ), siendo la cantidad de deformación acumulada  $\varepsilon \approx 1$ . Tras la deformación, las muestras se enfrían a 1 °C/s, realizándose varios temple en el rango de temperaturas de transformación  $\gamma$ - $\alpha$  con el fin de estudiar la evolución del proceso. Detalles de los ensayos realizados se encuentran publicados en trabajos anteriores<sup>[4]</sup>.

El análisis de EBSD se ha realizado mediante un equipo TSL MSC 2200 acoplado a un SEM XL30 CP. Se han realizado 4 barridos, de área de 100  $\times$  100  $\mu\text{m}^2$ , sobre cada muestra. Para su caracterización las probetas de torsión se pulieron por métodos convencionales hasta diamante de 1  $\mu\text{m}$ , seguido de un pulido más suave con sílice coloidal. La zona de observación se corresponde con el denominado radio efectivo<sup>[10]</sup>.

La técnica de EBSD permite distinguir los granos de ferrita por su orientación cristalográfica. Se ha considerado, como criterio de tolerancia para la definición de grano, un cambio de orientación de 5° y, mediante la representación de los mapas de color y los mapas de ángulos de rotación, se ha realizado el análisis cuantitativo, siendo los parámetros medidos: la fracción de volumen de ferrita transformada,  $f_{v\alpha}$ , el número de granos por unidad

de área,  $N_A$ , y el tamaño de grano medio,  $D_\alpha$ . Asimismo, el análisis de OIM (microscopio de imágenes orientadas) ha permitido realizar el estudio de la evolución del carácter de la junta  $\alpha$ - $\alpha$ . Se han realizado medidas de la longitud de la misma por unidad de área de ferrita,  $S_\alpha$  ( $\mu\text{m}^{-1}$ ), representándose como  $S_{\alpha 1}$  la longitud correspondiente a juntas de muy bajo ángulo (desorientadas entre 5-10°),  $S_{\alpha 2}$ , la de juntas de bajo ángulo (10-15°) y  $S_{\alpha 3}$ , la de juntas de alto ángulo (15-65°).

## 3. RESULTADOS

En la figura 1 se muestran los mapas de calidad de imagen obtenidos de los barridos realizados con OIM para diferentes estados de la transformación, donde se observa la evolución microestructural. En la figura 1a, correspondiente al primer estadio de transformación analizado, se aprecia claramente el alargamiento de los granos de austenita debido a la acumulación de deformación. En esta etapa los granos de ferrita decoran prácticamente la junta de grano de la austenita deformada, indicando que éstos son lugares de nucleación preferentes. Conforme avanza la transformación, y hasta el momento que se alcanza el fin de la transformación (88 %) (Figs. 1 b) y c) las juntas de grano de austenita son progresivamente cubiertas por granos de ferrita más gruesos. En la micrografía correspondiente al último estadio es evidente la heterogeneidad del tamaño de grano de ferrita.

En la tabla I se presentan los resultados obtenidos para las medidas cuantitativas realizadas en las muestras templadas a diferentes temperaturas ( $T_t$ ). Conforme disminuye la temperatura de transformación aumenta la fracción de ferrita transformada incrementándose, a su vez, el tamaño de grano de ferrita.

Al inicio de la transformación, se observa un elevado valor del número de granos por unidad de área,  $N_A$ . Sin embargo, conforme avanza la transformación este número experimenta una importante disminución, con una reducción de, aproximadamente, un 70 % desde el estado inicial hasta el estado final, observándose la mayor reducción en las primeras etapas de la transformación.

En la figura 2 se han representado las distribuciones de tamaño de grano de ferrita medidas en diferentes etapas de la transformación. El primer estadio analizado es el que presenta mayor número de granos con una distribución muy estrecha (entre 0,5 y 6  $\mu\text{m}$ ), que se va ensanchando conforme aumenta la fracción de ferrita transformada. En el

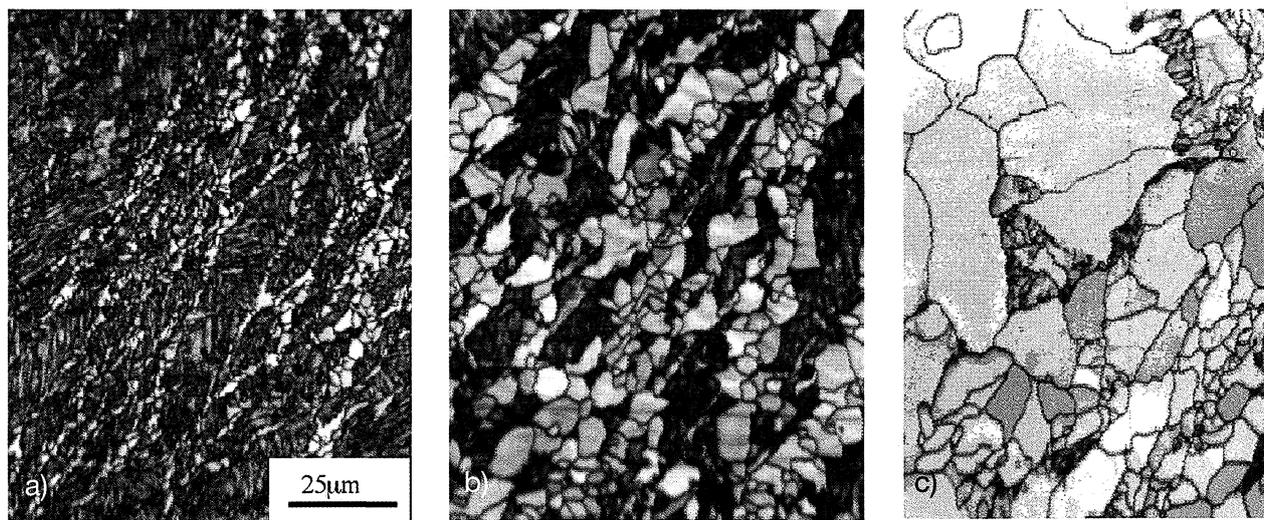


Figura 1. Mapas de calidad de imagen obtenidos en OIM ( $D_\gamma = 40 \mu\text{m}$  y  $\varepsilon_{ac} = 1$ ).

Figure 1. Image quality maps obtained by OIM ( $D_\gamma = 40 \mu\text{m}$  y  $\varepsilon_{ac} = 1$ ).

Tabla I. Medidas cuantitativas realizadas sobre los barridos de OIM

Table I. Quantitative measures in the OIM scans

Ensayo	Estado	$T_t$ (°C)	$f_{v\alpha}$ (OIM)	$N_A$ ( $\text{mm}^{-2}$ )	$D_\alpha$ ( $\mu\text{m}$ )	$S_{\alpha T}$ ( $\mu\text{m}^{-1}$ )
$D_\gamma = 40 \mu\text{m}$ $\varepsilon_{ac} = 1$	inicial	769	$0,14 \pm 0,01$	33440	$2,0 \pm 0,1$	0,376
		745	$0,47 \pm 0,03$	17440	$5,1 \pm 0,2$	0,184
	intermedio	722	$0,64 \pm 0,03$	16278	$5,3 \pm 0,3$	0,197
		640	$0,83 \pm 0,03$	11711	$7,4 \pm 0,4$	0,146
	final	amb.	$0,88 \pm 0,03$	9067	$7,5 \pm 0,4$	0,145

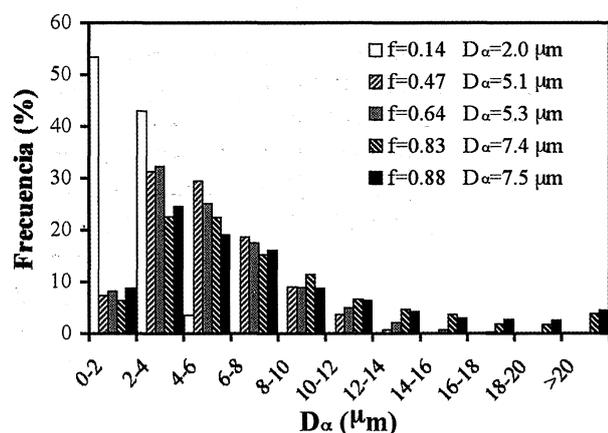


Figura 2. Distribución de  $D_\alpha$  en los diferentes estadios.

Figure 2.  $D_\alpha$  distribution measured at different stages.

estadio final se observa una fracción importante de granos pequeños, aunque tiene lugar el desarrollo

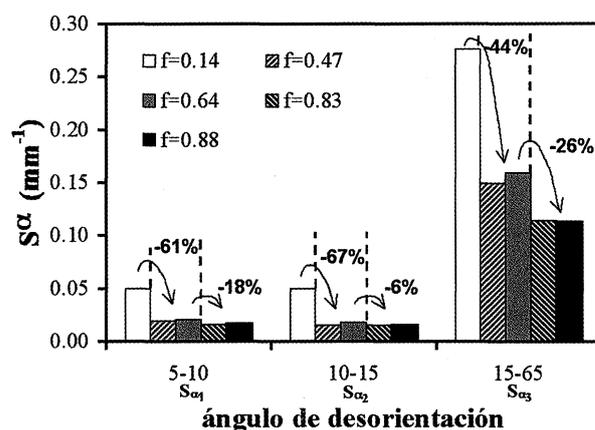


Figura 3. Distribución de  $S_\alpha$  en la transformación.

Figure 3. Distribution of  $S_\alpha$  along transformation.

de granos relativamente grandes (de hasta  $30 \mu\text{m}$ ), que dan lugar a la aparición de una cola importante en la distribución.

Las medidas de la longitud de junta  $\alpha$ - $\alpha$  por unidad de área de ferrita,  $S_{\alpha T}$ , se muestran en la tabla I.  $S_{\alpha T}$  disminuye conforme avanza la transformación, dándose una reducción del orden del 61 % y afectando dicha reducción a todos los tipos de juntas, de la siguiente forma: un 68 %, sumando las contribuciones de  $S_{\alpha 1}$  y  $S_{\alpha 2}$  y, un 59 %, aproximadamente, para  $S_{\alpha 3}$ . Dicha variación se produce paralelamente con la disminución del número de granos y el aumento del tamaño de grano medio (Tabla I).

En la figura 3 se ha representado la distribución de longitud de junta  $\alpha$ - $\alpha$  para los diferentes tipos

de junta, expresando los cambios producidos entre las diferentes etapas del proceso. Es importante señalar que la mayor reducción de  $S_{\alpha}$  se observa de la etapa inicial a la intermedia, del orden de un 50 % y viéndose afectadas todos los tipos de juntas. Dentro del tipo de juntas, cabe destacar que la disminución de  $S_{\alpha 1}$  y  $S_{\alpha 2}$  es más importante que la de  $S_{\alpha 3}$ , un 64 % frente a un 44 %. Del estado intermedio al final ocurre lo contrario, la mayor reducción se produce para las juntas de alta desorientación,  $S_{\alpha 3}$ , 26 % frente a un 12 % de reducción, sumando las contribuciones de  $S_{\alpha 1}$  y  $S_{\alpha 2}$ .

#### 4. DISCUSIÓN

De acuerdo con los resultados, el engrosamiento de grano que tiene lugar a lo largo de la transformación  $\gamma$ - $\alpha$  puede ser descrito como un proceso combinado de aumento de tamaño de grano debido a la reducción del número de granos y a una variación determinada del carácter de la junta de grano  $\alpha$ - $\alpha$ . La profusa nucleación que se observa en la figura 1 a) favorece el choque temprano entre granos de ferrita sobre el plano de la antigua junta de austenita, obteniéndose la densidad de juntas ( $S_{\alpha T}$ ) más elevada en los estados iniciales de la transformación (Tabla I). Sin embargo, conforme ésta avanza, se produce una eliminación continua de juntas  $\alpha$ - $\alpha$ , dependiendo del grado en que disminuyen uno u otro tipo de juntas de la etapa de transformación considerada. En los primeros estadios, las juntas de bajo ángulo son las más afectadas. Por el contrario, al avanzar la transformación, son las de alto ángulo las que disminuyen. Sin embargo, hay que señalar que a pesar de la disminución relativa de las juntas de bajo ángulo, dado que las de alto ángulo predominan, son éstas las que tienen una mayor contribución al engrosamiento en todos los estados de la transformación (Tabla I).

La caída de la fracción de juntas de baja desorientación ( $< 15^\circ$ ) que se observa en las primeras etapas de transformación puede ser atribuida a mecanismos de coalescencia que tienen lugar tras la saturación de juntas. Cuando se produce el choque entre granos, se pueden activar rotaciones de la red cristalina con objeto de reducir la energía asociada a juntas, mediante la eliminación de las juntas entre los granos de ferrita menos desorientados entre sí. Es más probable que dichos fenómenos de coalescencia tengan lugar en las etapas iniciales, debido a diferentes factores: un tamaño pequeño de núcleo favorece la coalescencia<sup>[11]</sup> y, por otro

lado, el reordenamiento de los granos requerido para la coalescencia es más probable que ocurra a elevadas temperaturas<sup>[12]</sup>. Esto, está de acuerdo con la disminución en el número de núcleos que se observa experimentalmente en estados iniciales, cuando las temperaturas son elevadas y los granos pequeños.

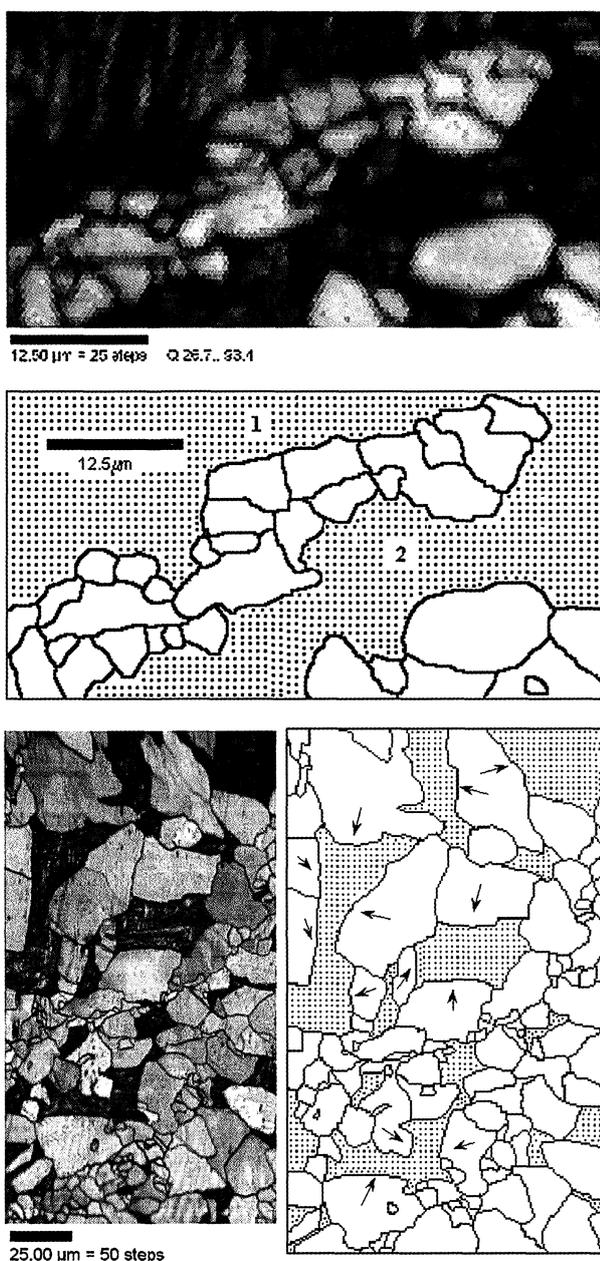
El otro mecanismo que conduciría a engrosamiento de grano a través del frente de transformación está relacionado con la disminución de juntas de alto ángulo y puede considerarse como crecimiento normal de grano inducido por la curvatura de la junta. Este mecanismo es responsable de un 66 % de la reducción total de  $S_{\alpha T}$ , del estado inicial al intermedio. Esta contribución alcanza un 88 % al pasar del estado intermedio al final.

Los resultados corroboran que los dos mecanismos propuestos, crecimiento normal de grano<sup>[7 y 8]</sup> y coalescencia<sup>[6]</sup>, son responsables del engrosamiento de grano, aunque actuando en diferente grado en las distintas etapas de la transformación.

Las distribuciones de la figura 2 muestran la presencia de una fracción importante de granos grandes ( $> 16 \mu\text{m}$ ) en los estados finales de la transformación. En la figura 1 c), correspondiente a la microestructura final, se aprecia claramente la heterogeneidad del tamaño de grano, observándose la coexistencia de granos muy finos y granos muy gruesos. El desarrollo de estos últimos ha sido atribuido por algunos autores al crecimiento desmesurado de algunos granos de ferrita nucleados intragranularmente y que no encuentran limitaciones a su crecimiento<sup>[6 y 13]</sup>. Con el fin de explicar el origen de estos granos gruesos se ha realizado un estudio más exhaustivo del carácter de las juntas en distintos estados de la transformación. Se conoce que la ferrita transforma respecto a la austenita siguiendo una relación de orientación de tipo Kurdjumov-Sachs (KS)<sup>[14 y 15]</sup>. Granos de ferrita nucleados a partir de la misma austenita guardarán entre sí una relación de tipo KS, mientras que para los nucleados de austenitas distintas la relación será, en principio, al azar. Teniendo en cuenta estas relaciones, se ha procedido a la identificación de las juntas KS sobre algunos de los barridos de OIM correspondientes a diferentes etapas, para analizar con más detalle los procesos de nucleación y crecimiento de la ferrita. Sobre los mapas obtenidos mediante el análisis de EBSD, se han representado las juntas KS con una tolerancia de  $5^\circ$ . En la figura 4 a) se muestra un detalle de uno de los barridos obtenidos en una etapa inicial, así como el correspondiente esquema, donde las

juntas grises representan las juntas KS y las juntas pintadas en negro el resto.

Se observa que todos los granos presentes en la doble hilera de ferrita entre los granos 1 y 2 guardan una relación de tipo KS, lo que indica que son granos provenientes del mismo grano de austenita, 2, y crecen hacia el otro grano, 1, con el que presentan una orientación al azar (intercara incoherente). Para estados posteriores, el análisis de las juntas KS resulta más complicado. En la figura 4 b) se muestra un ejemplo de un barrido correspondiente a un estado avanzado de la transformación.



**Figura 4.** Mapa de juntas KS (gris) y al azar (negras): a) estado inicial, b) estado intermedio.

Figure 4. KS (grey) and random (black) boundaries maps : a) initial stage, b) intermediate stage.

En la figura, se observan granos grandes que presentan entre sí una relación de orientación de tipo KS, lo que sugiere que han sido nucleados en la junta de grano y a partir de un mismo grano de austenita. Las flechas indican las intercaras incoherentes por donde tendría lugar el crecimiento de los granos, que estaría únicamente limitado por el choque con otros granos procedentes de otro frente de transformación.

Estos resultados sugieren, que si bien algunos de los granos gruesos presentes en la microestructura final pudieran tener su origen en nucleación intragranular, tal y como se había señalado en un trabajo anterior<sup>[6]</sup>, existe la posibilidad de que granos que se han formado sobre una junta crezcan de manera importante si la distancia entre frentes opuestos de transformación es lo suficientemente grande. La distancia entre frentes de transformación vendrá determinada por la estructura de austenita previa. En el caso de la austenita deformada, al reducir el tamaño de grano de la austenita sobre la que se acumula deformación, también disminuirá la distancia entre juntas y, por tanto, entre frentes de transformación, limitando así el crecimiento de los granos que posteriormente nuclean sobre dichas juntas. La nucleación intragranular en bandas de deformación o maclas que pueden estar presentes en la austenita deformada contribuirá, así mismo, a limitar el crecimiento de grano, debido al incremento del número de frentes de transformación por nucleación adicional en estos defectos. La estructura de ferrita heterogénea que se observa en la figura 1 c) es, probablemente, herencia de una estructura de austenita también heterogénea previa a la transformación, debido a diferencias de tamaño de grano y/o heterogeneidad en la deformación. De ahí, se deduce la importancia de un control adecuado del tratamiento termomecánico con el fin de evitar este tipo de microestructuras.

## 5. CONCLUSIONES

- El engrosamiento de grano que tiene lugar durante la transformación  $\gamma$ - $\alpha$  es debido a la eliminación continua de juntas  $\alpha$ - $\alpha$  detrás del frente de transformación. En los estadios iniciales de la transformación esta disminución afecta en mayor proporción a las juntas de bajo ángulo, mientras que son las juntas de alto ángulo las que se eliminan en mayor proporción en los estadios posteriores.
- La eliminación de juntas de bajo ángulo es atribuida a mecanismos de coalescencia, mientras

- que la eliminación de juntas de alto ángulo se relaciona con mecanismos de crecimiento normal de grano.
- Los fenómenos de engrosamiento de grano pueden limitar el afino del tamaño de grano de ferrita que se puede lograr mediante la aplicación de tratamientos termomecánicos, aún en aquellas condiciones en las que la densidad de nucleación inicial es elevada.

### Agradecimientos

Los autores agradecen al Gobierno Vasco la financiación parcial del proyecto y E. Cotrina agradece a dicho organismo la beca de investigación concedida.

### REFERENCIAS

- [1] T. TANAKA, *Microalloying* 95, M. Korchynsky, A.J. DeArdo, P. Repas, G. Tither (eds.), Pittsburgh, 1988, pp. 165-181.
- [2] I. TAMURA, *Thermec* 88, *Int. Conf. Phys. Metall. Thermomech. Process.*, Vol 1, Ed. Tamura, Japan, 1988, pp. 1-10.
- [3] R. PRIESTNER y P.D HODGSON, *Mater. Sci. Technol.* 8 (1992) 849-854.
- [4] R. BENGOCHEA, B. LÓPEZ e I. GUTIÉRREZ, *ISIJ* 39 (1999) 583-591.
- [5] E. COTRINA, A. ARGÜELLES, R. BENGOCHEA, B. LÓPEZ e I. GUTIÉRREZ, *Int. Conf. Thermomech. Process. Steels*, London, 2000, IOM Communications, pp. 255-264.
- [6] R. BENGOCHEA, B. LÓPEZ e I. GURIÉRREZ, *Metall. Trans. A*, 29A (1998) 417-426.
- [7] R. PRIESTNER y L. ALI, *Mater. Sci. Technol.* 9 (1993) 135-141.
- [8] R. PRIESTNER y A.M.A. AL-BADRI, *Int. Conf. HSLA Steels* 95, Beijing, 1995.
- [9] J.A. DEL VALLE, M.T. PÉREZ-PRADO AND O.A. RUANO, *Rev. Metal. Madrid* 38 (2002) 253-357.
- [10] D.R. BARRAGLOUGH, H.J. WHITTAKER, K.D. NAIR y C.M. SELLARS, *J. Test Eval.* 1 (1973) 220-226.
- [11] T.O. SAETRE y N. RYUM, *Metall. Mater. Trans. A* 26 (1995) 1.687-1.697.
- [12] F.J. HUMPHREY y HATHERLY, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon/Elsevier Science Inc., 1995, pp. 1.042-1.047.
- [13] A. SANDBERG y W. ROBERTS, *Int. Conf. Thermomech. Process. Microalloyed Austenite*, A.J. DeArdo, G.A. Ratz y P.J. Wray (eds.), Metall. Society of AIME, Pittsburgh, 1981, pp. 405-431.
- [14] G. KURDJUMOV y G.SACHS, *Z. Phys.* 64 (1930) 325.
- [15] R.L. RYDER y W. PITTSCH, *Acta Metall.* 14 (1967) 1.437.