

Técnicas para revelar el borde de grano austenítico en aceros microaleados^(*)

Carlos García de Andrés*, María Jesús Bartolomé García*,
Carlos Capdevila Montes*, David San Martín Fernández*,
Francisca García Caballero*, Víctor López Serrano* y
Francisco Javier Vara Miñambres*

Resumen

El tamaño de grano austenítico (*TGA*) tiene una gran influencia sobre la microestructura final y sobre las propiedades mecánicas de los productos obtenidos por transformación anisotérmica del acero. Debido a la considerable atención que se está prestando a los aceros microaleados en los últimos años y a las dificultades que se encuentran en muchos casos para poder revelar los bordes de grano austenítico de estos aceros, en este trabajo se han analizado las técnicas que lo hacen posible, permitiendo así la determinación fiable del *TGA*. En este sentido, se presentan los resultados obtenidos al aplicar aislada y combinadamente distintas técnicas tradicionales, como el ataque químico de microestructuras obtenidas directamente por temple, la aplicación de diferentes tipos de ciclos térmicos en los que se mantienen constantes las condiciones de austenización que predeterminan el *TGA* y el ataque por oxidación, el cual produce oxidaciones preferentes en los bordes de grano. Finalmente se presenta también una de las técnicas más innovadoras y eficaces para revelar el grano austenítico que es conocida como ataque térmico. Esta técnica tiene su fundamento en los fenómenos de transferencia de materia producidos desde los bordes de grano por complicados mecanismos, aún no perfectamente identificados, tales como la evaporación-condensación y la difusión superficial y en volumen de átomos.

Palabras clave

Acero microaleado. Grano austenítico. Tratamiento térmico. Ataque químico. Ataque térmico.

Techniques to reveal the austenite grain boundaries in medium carbon microalloyed steels

Abstract

The prior austenite grain size (*PAGS*) exerts an important influence on the microstructures forged by continuous cooling in the steel and on their mechanical properties. Since microalloyed steels have received considerable attention in the last years and enormous difficulties have been repetitively to reveal the austenite grain boundaries in these steels, this work analyzes the different techniques effective in that sense, which enable thus an accurate determination of the *PAGS*. This paper presents results obtained applying different conventional techniques such as chemical etching of quenched microstructures, the application of thermal cycles that enable the formation of phases around the prior austenite grain boundaries or oxidation etching which reveals the austenite grain boundaries by the preferential accumulation of oxides. Finally, an innovative and effective technique to reveal the prior austenite grain boundaries is presented. This technique is based on the preferential transfer of matter from the grain boundaries to the surrounding austenite by complicated mechanisms such as evaporation-condensation and volume and surface diffusion of atoms.

Keywords

Microalloyed steel. Prior austenite grain size. Heat treatment. Chemical etching. Thermal etching.

(*) Trabajo recibido el día 12 de junio de 2.001 y aceptado en su forma final el día 19 de julio de 2.001.

(*) Departamento de Metalurgia Física, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), Avda. Gregorio del Amo, 8. 28040 Madrid (España).

1. INTRODUCCIÓN

La determinación del tamaño de grano austenítico (TGA) de los aceros tiene una importancia fundamental debido a su gran influencia sobre la microestructura final y sobre las propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas^[1-3]. La determinación del TGA conlleva, en principio, la realización de dos procesos diferentes: el revelado de los bordes de grano austenítico y la medida de su tamaño. Actualmente, los procedimientos que permiten medir el TGA están bien establecidos y son igualmente válidos y precisos para cualquier material, a condición de que los granos se distingan con claridad^[4 y 5]. Sin embargo, la validez y eficacia de las técnicas para revelar los bordes de grano en los aceros son imprevisibles, pues dependen de la composición química, del tratamiento térmico aplicado y de otros muchos factores de difícil identificación. Por estas razones, el revelado de los bordes de grano austenítico puede llegar a ser un problema complicado, especialmente en los aceros microaleados de medio carbono, que muestran una baja sensibilidad al ataque químico. En los últimos años se han llevado a cabo investigaciones desde frentes muy diversos (metalográfico, químico, térmico) con el fin encontrar un procedimiento capaz de revelar sistemáticamente el grano austenítico en los aceros microaleados^[6 y 7]. En términos generales, estos métodos se pueden encuadrar en la siguiente clasificación:

- i) Procedimientos directos, basados en la observación directa de la microestructura austenítica a altas temperaturas por medio de microscopios de alta temperatura^[8-11].
- ii) Procedimientos indirectos, en los que se utilizan diferentes técnicas metalográficas y tratamientos térmicos después de la austenización, con objeto de hacer posible la visualización de los granos austeníticos a temperatura ambiente. En este sentido, existen varios procedimientos indirectos utilizados usualmente para revelar el grano austenítico de los aceros:
 - Un método ampliamente utilizado es el ataque del borde de grano austenítico con reactivos químicos^[12-27]. Los mejores resultados en aceros templados y revenidos se suelen obtener con reactivos formados por solución acuosa saturada de ácido pícrico y un agente humectante^[6, 7, 12, 13, 15, 17-19, 21, 24, 25 y 27]. Recientemente, se ha propuesto una nueva solución compuesta por 10 g de CrO₃, 50 g de NaOH, 1,5 g de áci-

do pícrico y 100 ml de agua destilada, cuya aplicación ha dado resultados muy interesantes en un rango bastante amplio de aceros^[6]. Sin embargo, para obtener buenos resultados, este reactivo debe ser utilizado a una temperatura de 120 °C, a la cual se desprenden vapores tóxicos.

- Otro método utilizado comúnmente para revelar los bordes de grano austenítico, consiste en realizar tratamientos isotérmicos después de la austenización para conseguir formar una capa de ferrita o cementita (dependiendo de la composición del acero), homogéneamente distribuida sobre los bordes de los granos austeníticos^[12, 13, 23 y 28-30]. En aceros eutectoides se utiliza una técnica parecida pero, en este caso, los bordes de grano austenítico se revelan por la precipitación de perlita^[12, 13 y 28-30]. En este mismo sentido, el método de cementación de McQuaid y Ehn^[12-14, 21-23 y 28-30] consigue la delimitación de los bordes de grano austenítico por la precipitación de una fina capa de cementita proeutectoide. En este método, primero se austeniza la muestra, seguidamente se cementa a 925 °C durante 8 horas y, finalmente, se enfría lentamente hasta la temperatura ambiente.
- El revelado por oxidación^[8, 12, 14, 21-23 y 28-31] consiste en calentar, en un horno con atmósfera oxidante, una muestra con una superficie plana de unos 2 mm de anchura en la que se ha realizado previamente un cuidadoso pulido. Los bordes de grano se revelan por la acumulación de óxidos o por la descarburación de dichos bordes.
- El método conocido como ataque térmico^[8, 12, 30 y 32-34] se basa en el calentamiento de una muestra, con una superficie plana de unos 5 mm de anchura pulida muy finamente, hasta la temperatura de austenización en una atmósfera inerte o con un vacío no inferior a 1 Pa de presión. Una vez enfriada la muestra hasta temperatura ambiente, se observa que se han formado canales o surcos en las fronteras de los granos austeníticos debido a efectos de equilibrio entre tensiones superficiales, que dan origen a fenómenos de transporte de materia producidos por mecanismos de evaporación-condensación y/o difusión de átomos en volumen y en superficie^[35-37].

En este trabajo se han utilizado todas estas técnicas con el objetivo de analizar su eficacia y

encontrar el mejor procedimiento para conseguir revelar, de una forma clara y nítida, los bordes de grano austenítico de tres aceros microaleados en un amplio rango de temperaturas (950-1.250 °C), haciendo así posible la determinación fiable del TGA en ellos.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

En esta investigación se han empleado tres aceros microaleados de medio carbono que tienen diferentes concentraciones de vanadio y titanio. La composición química de estos aceros se presenta en la tabla I.

Con el fin de alcanzar el objetivo propuesto en este trabajo, se han utilizado las diferentes combinaciones de tratamientos térmicos y ataques químicos que se indican a continuación:

2.1. Tratamientos térmicos

2.1.1. Tratamiento térmico T1

En un horno de baja inercia térmica se calentaron, a diferentes temperaturas de austenización, muestras cilíndricas de 2 mm de diámetro y 12 mm de longitud de los tres aceros estudiados con el fin de conseguir formar en ellos diferentes TGA. El calor radiado por dos lámparas de tungsteno encapsuladas en cuarzo se focaliza sobre la muestra por medio de dos reflectores bi-elípticos. La temperatura se mide mediante un termopar tipo K, de Cromel-Alumel, de 0,1 mm de diámetro soldado por puntos a la muestra. El enfriamiento se lleva a cabo mediante un chorro de helio, cuyo caudal se regula automáticamente por medio de una servoválvula en función de la velocidad requerida. Estos dispositivos aseguran una excelente eficacia a la hora de controlar la temperatura y el tiempo de mantenimiento durante el proceso de austenización; asimismo, aseguran que los procesos de temple puedan realizarse a velocidades de enfriamiento (>100 °C/s) capaces de congelar el estado de aus-

tenización alcanzado en los aceros y de producir, en caso necesario, microestructuras totalmente martensíticas. La austenización de las muestras se llevó a cabo en vacío (1 Pa) a una velocidad de calentamiento de 5 °C/s hasta temperaturas entre los 950 y los 1.250 °C (T γ), a las que se mantuvieron durante diferentes tiempos ($\tau\gamma$) (Tabla II). Por último, las muestras se templaron en una corriente de helio hasta temperatura ambiente. En la figura 1a se muestra un esquema de este tratamiento térmico.

2.1.2. Tratamientos térmicos T2, T3 y T4

Se ha observado que, en algunas ocasiones, la sensibilidad de los bordes de grano al ataque químico aumenta cuando las muestras se someten a tratamientos de revenido a temperaturas intermedias (350-550 °C) en atmósferas oxidantes^[12, 14, 22, 28, 29 y 38]. Por otro lado, se sabe que algunos reactivos químicos pueden revelar los bordes de grano austenítico que contienen elementos segregados, tales como el fósforo^[8 y 38-42], y que esta segregación aumenta cuando se revienen muestras previamente templadas. Basándonos en estas consideraciones, se prepararon muestras cúbicas de 5 mm de arista y se trataron al aire en un horno eléctrico que había sido precalentado a la temperatura de austenización, T γ , (Tabla II). Después de un tiempo de mantenimiento, $\tau\gamma$, (Tabla II), las muestras se templaron en agua. En la figura 1b se muestra un esquema de este tratamiento (T2). Posteriormente, algunas muestras se revinieron a 450 °C durante 5 horas (T3) y otras lo fueron revenidas dos veces, primero a 450 °C durante 5 horas y, luego, a 550 °C durante 5 horas (T4).

2.1.3. Tratamiento térmico T5

En el horno de baja inercia térmica mencionado anteriormente, se ha llevado a cabo otro tipo de tratamiento térmico denominado T5 (Fig. 1c). Para dicho tratamiento, se prepararon muestras cilíndricas de 2 mm de diámetro y 12 mm de longitud y

Tabla I. Composición química (% masa)

Table I. Chemical composition (wt %)

Acero	C	Mn	Si	P	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Ti	Al	N
TIV	0,37	1,45	0,56	0,01	0,04	0,07	0,03	0,11	0,14	0,015	0,02	0,02
V	0,33	1,49	0,25	0,01	0,08	0,11	0,04	0,24	0,27	0,002	0,03	0,01
Ti	0,35	1,56	0,33	0,01	0,24	0,05	0,02	0,004	0,1	0,03	0,03	0,01

Tabla II. Condiciones generales de austenización de los tres aceros estudiados

Table II. General austenitization conditions for the three steels studied

Acero	T_{γ} (°C)	t_{γ} (s)
TiV	950, 1.000, 1.050, 1.100, 1.150, 1.200, 1.250	60
V	950, 1.000, 1.050, 1.100, 1.150, 1.200, 1.250	180
Ti	950, 1.000, 1.050, 1.100, 1.150, 1.200, 1.225, 1.250	180

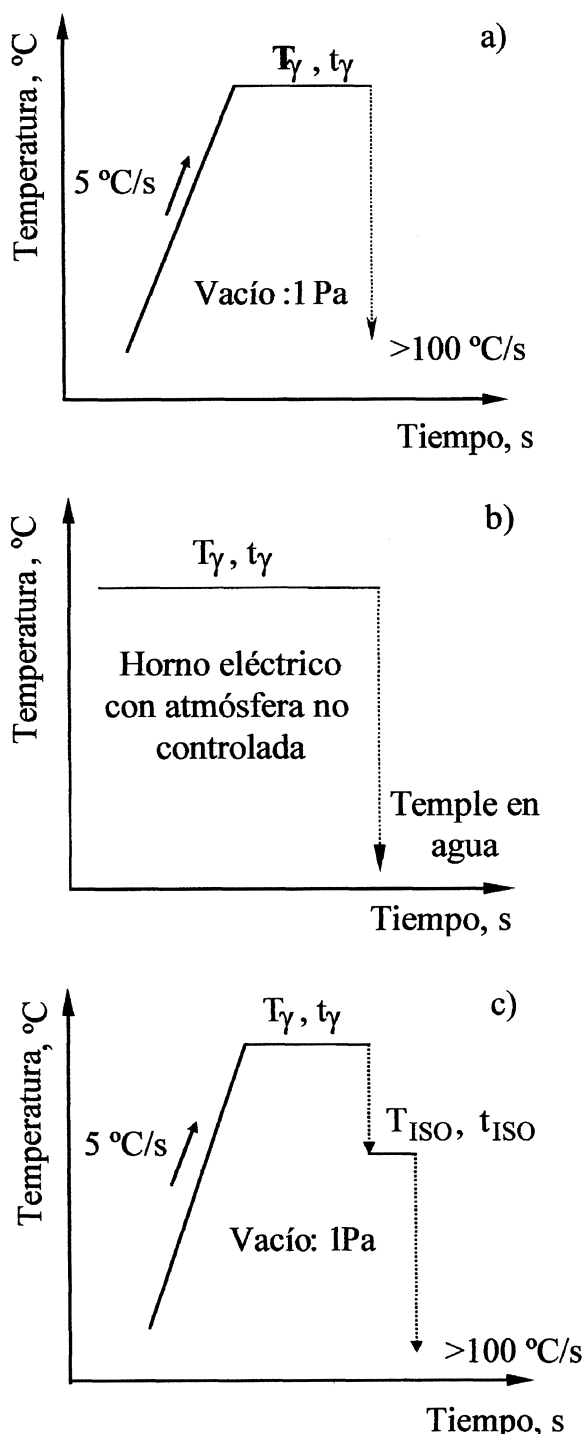


Figura 1. Tratamientos térmicos; a) T1, b) RT2 y c) T5.

Figure 1. Heat treatments; a) T1, b) T2 y c) T5.

se calentaron bajo vacío de 1 Pa a una velocidad de 5 °C/s hasta las condiciones de austenización descritas en la tabla II. Las muestras fueron se enfriaron, posteriormente, enfriadas por temple hasta una determinada temperatura, T_{ISO} , y mantenidas se mantuvieron en tratamiento isotérmico durante un tiempo, t_{ISO} , para ser finalmente templadas hasta temperatura ambiente. T_{ISO} y t_{ISO} son, respectivamente, la temperatura y el tiempo que se necesita para precipitar, isotérmicamente, una fina capa de ferrita alotriomórfica sobre los bordes de grano austenítico. Esta ferrita se revela muy fácilmente por ataque químico, permitiendo la determinación precisa del TGA de la muestra. Uno de los inconvenientes de esta técnica es, que, para conseguir alcanzar las condiciones isotérmicas óptimas, es necesario realizar previamente un minucioso estudio de la descomposición isotérmica de la austenita en el acero.

2.1.4. Método del ataque térmico (T6)

Para la realización de este tratamiento se utilizaron muestras cilíndricas de 5 mm de diámetro y 12 mm de longitud, con una sección longitudinal de unos 2 mm de ancho pulida con acabado sobre paño de diamante de 1 μ m. Las muestras así preparadas se calentaron a una velocidad de 5 °C/s en el horno de baja inercia antes descrito, hasta las condiciones de austenización señaladas en la tabla II. El tratamiento debe realizarse con un vacío de al menos 1 Pa, con objeto de evitar la formación excesiva de óxido sobre la superficie pulida, que impediría distinguir con claridad los bordes de los granos austeníticos. Por último, las muestras se enfrían hasta la temperatura ambiente a una velocidad de 1 °C/s.

2.2. Preparación metalográfica

Utilizando las técnicas metalográficas usuales, se procedió al desbaste y pulido y ataque químico de todas las muestras tratadas térmicamente, excepto

aquéllas ensayadas utilizando el tratamiento T6. Es conocido que los reactivos químicos permiten revelar las fronteras de grano austenítico debido a que el potencial químico de éstas es ligeramente mayor que el del propio grano; por tanto, un buen reactivo es aquél que es capaz de distinguir esta diferencia de potenciales químicos. La mayoría de los reactivos que fueron probados para revelar los bordes de grano austenítico en los aceros estudiados (Tabla III) dieron resultados poco satisfactorios. Los únicos reactivos que dieron algún resultado positivo en alguna de las muestras fueron el A1, A2 y A3. Las muestras que fueron sometidas al tratamiento térmico T6 no necesitan preparación metalográfica adicional ni, por supuesto, ataque químico para revelar los bordes de grano, lo cual constituye en sí mismo una ventaja considerable a favor de este procedimiento.

El TGA fue medido directamente sobre micrografías ópticas de las microestructuras obtenidas, utilizando un procedimiento de interceptación lineal^[4 y 5] que da la medida del diámetro medio de los granos austeníticos. Este diámetro medio se estima contando el número de granos interceptados por líneas rectas suficientemente largas para cortar un mínimo de 50 granos de austenita.

3. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

3.1. Combinación de tratamientos térmicos y reactivos químicos

A continuación se detallan los procedimientos utilizados para revelar los bordes de grano austenítico en cada uno de los tres aceros microaleados y los

resultados de los TGA obtenidos en cada una de las condiciones de austenización ensayadas.

3.1.1. Acero TiV

En la mayoría de las muestras que fueron ensayadas con el tratamiento T1 y atacadas con los reactivos A1 a A8 no se obtuvieron resultados aceptables. Sólo para las dos temperaturas de austenización más bajas (950 y 1.000 °C), utilizando el reactivo químico A2 y después de aplicar ciclos repetidos de ataque y pulido, se consiguieron resultados válidos para poder efectuar medidas del TGA en este acero.

Por otro lado, en relación con la aplicación del tratamiento T5 a este acero, sólo después de varias pruebas se pudieron determinar las condiciones óptimas de temperatura, T_{ISO} , y tiempo, t_{ISO} , (Tabla IV) para los tratamientos isotérmicos que permitieron delimitar, nítidamente, con ferrita alotriomórfica, los bordes de grano para las diferentes temperaturas de austenización indicadas en dicha tabla. La fina capa de ferrita alotriomórfica precipitada por medio de este tratamiento sobre los bordes de grano austenítico se reveló con el reactivo A3. Sin embargo, por este método no se pudo determinar el TGA a las dos temperaturas más bajas (950 y 1.000 °C), puesto que a dichas temperaturas, el TGA es muy fino y, en cuanto se produce la formación de ferrita, se recubren rápida y totalmente no sólo los bordes sino también el interior de los granos austeníticos, lo que enmascara el propio grano e impide que se pueda medir su tamaño de una forma fiable. A pesar de que cuando se alcanzan las condiciones ideales, este tratamiento,

Tabla III. Reactivos químicos

Table III. Chemical etchants

Reactivo químico	Descripción
A1	Acido pícrico saturado acuoso + sulfonato sódico de tridecibenceno como agente humectante (ASTM E 112-96).
A2	100mL de agua destilada + 2g de ácido pícrico (C6H3N3O7) + 50 ml de Teepol + gotas de HCl. El número de gotas de HCl varía entre 6 y 12.
A3	Nital al 2% (2 ml HNO3 + 98 ml de Etanol (C2H5OH))
A4	Reactivo Vilella. 1 g de ácido pícrico + 5 ml de HCl + 100 ml de etanol.
A5	2 ml de Br + 100 ml de metanol + gotas de HCl
A6	Reactivo Werner. 3 g de ácido pícrico + 100 ml de xileno + 10 ml de metanol.
A7	Picral. 1 g de ácido pícrico, 100 ml de metanol + gotas de HCl.
A8	Picral + Nital.

Tabla IV. Condiciones isotérmicas para el acero TiV.
Tratamiento T5

Table IV. Isothermal conditions for TiV steel. T5 heat treatment

T_{γ} (°C)	T_{iso} (°C)	t_{iso} (s)
1.050	640	25
1.100	640	50
1.150	640	60
1.200	640	55
1.250	640	50

(T5), es bastante eficaz, se suelen necesitar demasiados ensayos para encontrar dichas condiciones, lo que representa una desventaja importante de este método. En la tabla V se indican las combinaciones de tratamientos térmicos y ataques químicos

(T/A) que permitieron revelar los bordes de grano austenítico a cada una de las temperaturas de austenización ensayadas en el acero TiV. En esta tabla también se detallan los correspondientes resultados obtenidos para el TGA. Finalmente, con objeto de apreciar el efecto producido por cada procedimiento, (T/A), en la figura 2 se muestran las microestructuras obtenidas para este acero a cada temperatura.

3.1.2. Acero V

La combinación del tratamiento T1 junto con el reactivo A2 permitió revelar los bordes de grano austenítico en todo el rango de temperaturas estudiado en este acero (Tabla II). En la figura 3 se muestran las microestructuras en las que se aprecian los granos austeníticos revelados por este procedimiento, a cada una de las temperaturas de aus-

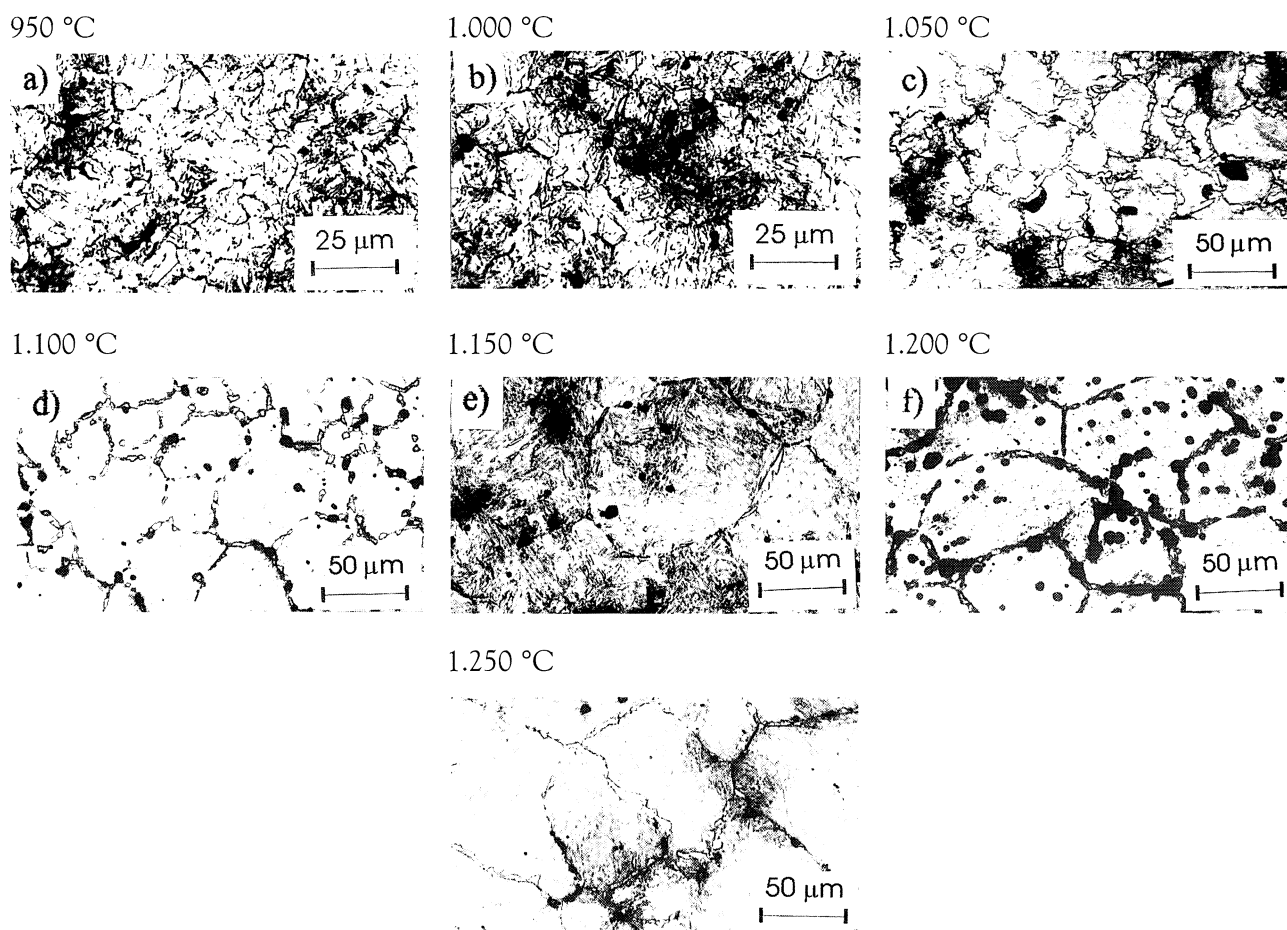


Figura 2. Micrografías ópticas de los granos austeníticos a diferentes temperaturas de austenización en el acero TiV revelados por la combinación de T1 y A2: a) 950 °C; b) 1.000 °C; y la combinación de T5 y A3: c) 1.050 °C, d) 1.100 °C, e) 1.150 °C, f) 1.200 °C, g) 1.250 °C.

Figure 2. Optical micrographs of the prior austenite grains at different austenitization temperatures in TiV steel revealed by the combination of T1 and A2: a) 950 °C; b) 1000 °C; and the combination of T5 and A3: c) 1050 °C, d) 1100 °C, e) 1150 °C, f) 1200 °C, g) 1250 °C.

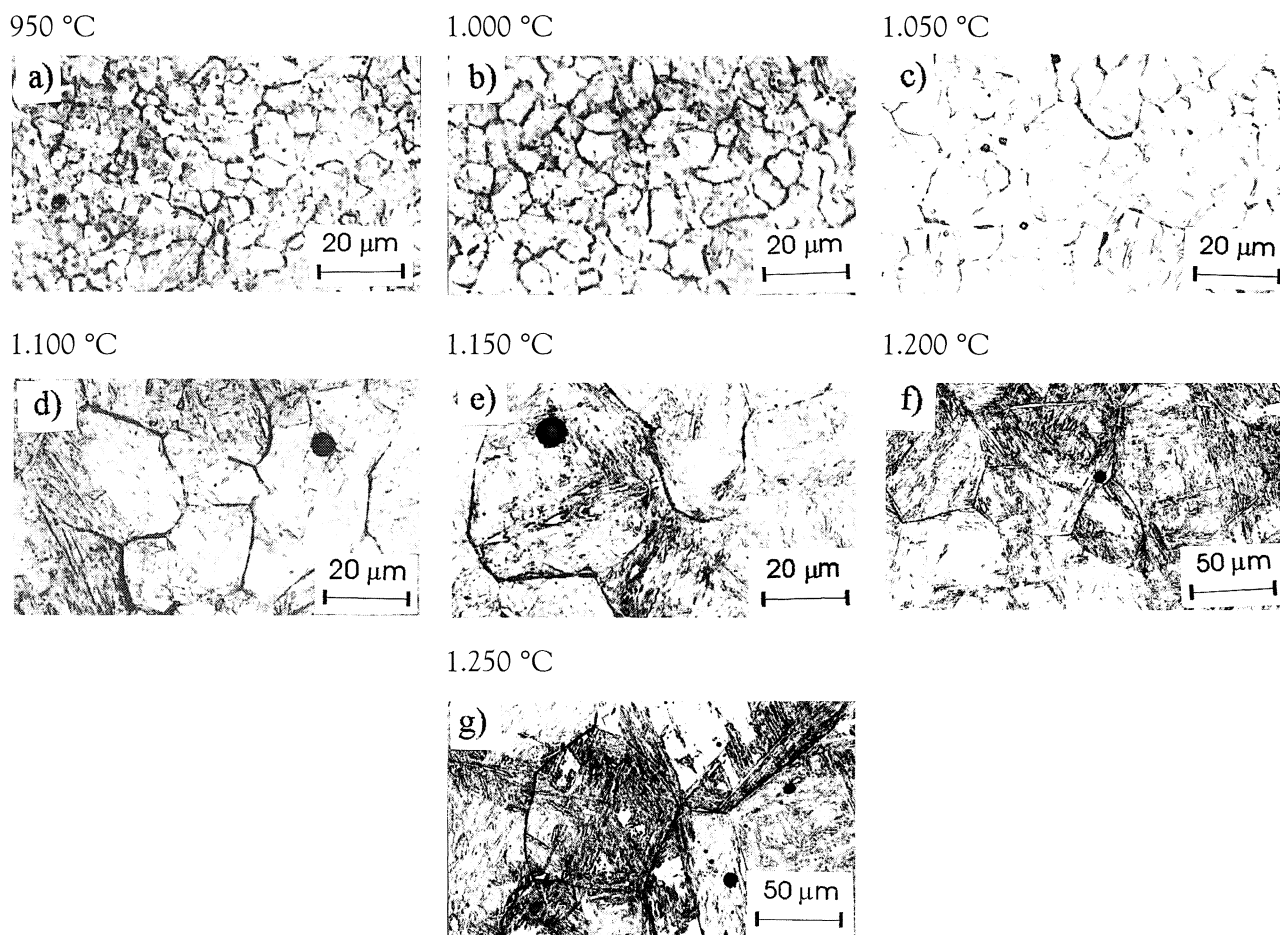


Figura 3. Micrografías ópticas de los granos austeníticos a diferentes temperaturas de austenización en el acero V revelados por la combinación de T1 y A2: a) 950 °C, b) 1.000 °C, c) 1.050 °C, d) 1.100 °C, e) 1.150 °C, f) 1.200 °C, g) 1.250 °C.

Figure 3. Optical micrographs of the prior austenite grains at different austenitization temperatures in V steel revealed by the combination of T1 and A2: a) 950 °C, b) 1000 °C, c) 1050 °C, d) 1100 °C, e) 1150 °C, f) 1200 °C, g) 1250 °C.

tenización. Las medidas de TGA obtenidas se detallan en la tabla V.

3.1.3. Acero Ti

En este acero, la combinación de T1 con A2 sólo conseguía revelar muy levemente los bordes de grano austenítico, pero atacaba excesivamente a la martensita y a las inclusiones. Con el fin de mejorar estos resultados, se aplicaron ciclos repetidos de ataque y pulido, pero no se consiguieron mejoras apreciables. Los granos austeníticos no se revelaban con suficiente nitidez como para medir, con fiabilidad, el TGA de este acero en ninguna de las temperaturas de austenización ensayadas (Tabla II). Por ello, se probaron otros reactivos químicos (A1, A3-A8) pero ninguno de ellos dio resultados aceptables. A continuación, en este acero se ensayaron combinaciones del tratamiento T2 con todos los reactivos detallados en la tabla 3.

Tabla V. Métodos de revelado y valores del TGA obtenidos
Table V. Revealing procedures and values of the PAGS obtained

T_{γ} °C	TiV		V		Ti	
	T/A	TGA, μm	T/A	TGA, μm	T/A	TGA, μm
950	T1/A2	8 \pm 1	T1/A2	7 \pm 1	T4/A2	13 \pm 2
1.000	T1/A2	11 \pm 1	T1/A2	8 \pm 1	T4/A2	15 \pm 3
1.050	T5/A3	20 \pm 3	T1/A2	10 \pm 2	T4/A2	16 \pm 2
1.100	T5/A3	37 \pm 5	T1/A2	25 \pm 3	*	*
1.150	T5/A3	53 \pm 2	T1/A2	34 \pm 6	*	*
1.200	T5/A3	66 \pm 9	T1/A2	58 \pm 14	T4/A2	44 \pm 5
1.225	**	**	**	**	T4/A2	57 \pm 10
1.250	T5/A3	72 \pm 7	T1/A2	121 \pm 32	T4/A2	64 \pm 11

* Procedimiento no válido; ** no ensayadas

El reactivo A2, después de aplicar ciclos repetidos de ataque y pulido, reveló los bordes de grano a las temperaturas más bajas (950 y 1.000 °C) pero, a pesar de que estos resultados fueron mejores que los obtenidos con el tratamiento T1, no fueron lo suficientemente buenos como para permitir hacer una medida precisa del TGA. Las muestras tratadas con el tratamiento T2 fueron entonces revenidas siguiendo los tratamientos T3 y T4. Ninguno de los reactivos químicos descritos en la tabla III aplicados a las muestras tratadas con T3 dió buenos resultados. Sin embargo, la combinación del tratamiento T4 y ciclos repetidos de ataque y pulido con el reactivo A2 permitió revelar los bordes de grano a bajas (950, 1.000, 1.050 °C) y a altas temperaturas (1.200, 1.225, 1.250 °C) en este acero. En la figura 4 se muestran las micrografías del acero Ti obtenidas por la combinación de T4 y A2 y en la tabla V se indican los resultados del TGA obtenidos a cada una de las temperaturas. Hay que reseñar que en este acero ninguno de los procedimientos permitió determinar el TGA a temperaturas intermedias (1.100 y 1.150 °C).

3.2. Método del ataque térmico (T6)

Es conocido que, en la región donde confluye una frontera de grano con una superficie libre se tiende a alcanzar un equilibrio local entre las tensiones

superficiales de la frontera de grano y de la superficie libre^[43]. A altas temperaturas (rango austenítico), este equilibrio se alcanza casi instantáneamente, debido a la alta actividad que tienen, a esas temperaturas, los procesos de difusión y de evaporación/condensación atómicas. Como consecuencia de esto, la superficie libre en torno a la línea por donde emerge el límite de grano se curva de una forma muy acusada (Fig. 5), formándose así unos canales o surcos en los bordes de grano austenítico debido a la transferencia preferente de átomos desde los propios bordes hacia las regiones próximas a ellos. La formación de los surcos permite distinguir perfectamente los bordes de grano austenítico por microscopía óptica y, por tanto, medir el TGA.

En la tabla VI se presentan los resultados del TGA obtenidos a todas las temperaturas de austenización, en muestras cuyo grano se ha revelado por ataque térmico (AT). En las figuras 6, 7 y 8 se muestran las correspondientes micrografías de los granos austeníticos revelados por el método del ataque térmico en los aceros TiV, V y Ti, respectivamente. Este método dió excelentes resultados, a todas las temperaturas de austenización ensayadas de los tres aceros, incluidas las temperaturas de 1.100 y 1.150 °C del acero Ti, a las que ningún otro método consiguió dar resultados, ni siquiera mediocres. Además de la eficacia del método del

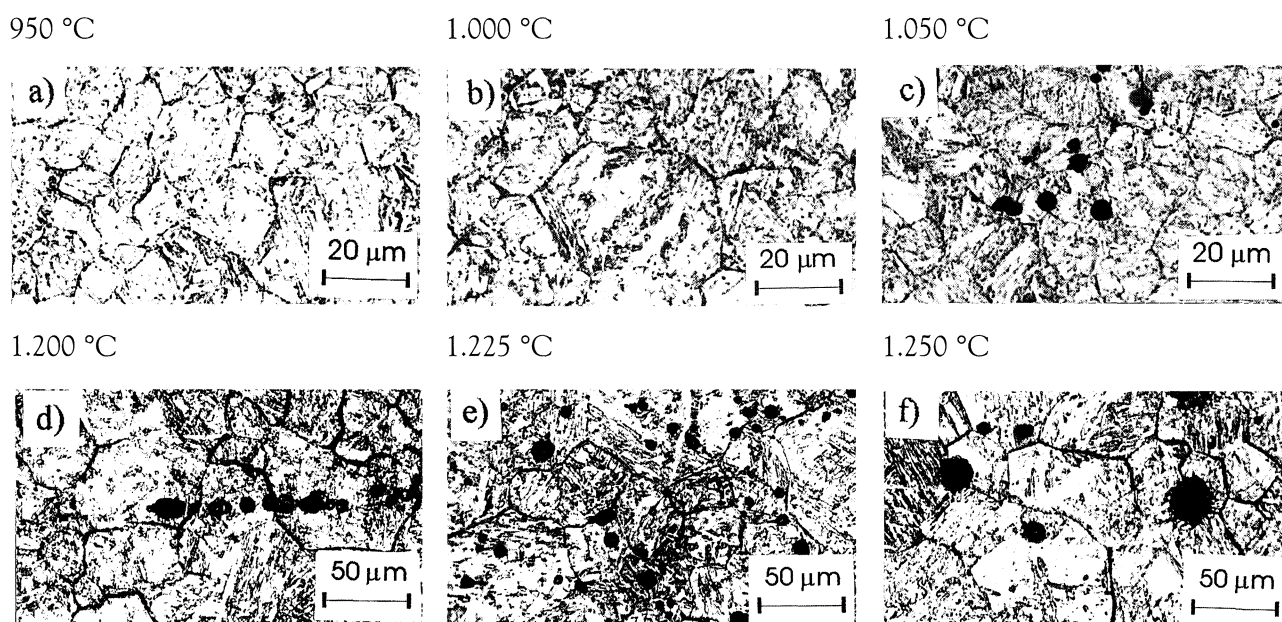


Figura 4. Micrografías ópticas de los granos austeníticos a diferentes temperaturas de austenización en el acero Ti revelados por la combinación de T4 y A2: a) 950 °C, b) 1.000 °C, c) 1.050 °C, d) 1.200 °C, e) 1.225 °C, f) 1.250 °C.

Figure 4. Optical micrographs of the prior austenite grains at different austenization temperatures in Ti steel revealed by the combination of T4 and A2: a) 950 °C, b) 1000 °C, c) 1050 °C, d) 1200 °C, e) 1225 °C, f) 1250 °C.

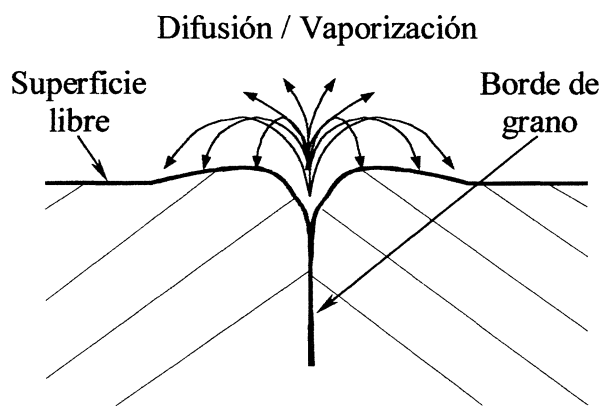


Figura 5. Canal o surco formado en la intersección de la superficie libre con el borde de grano.

Figure 5. Groove formed at the intersection of a free surface with a grain boundary.

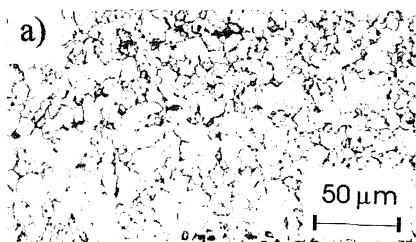
ataque térmico demostrada en este estudio, es importante destacar que este método es rápido y práctico, ya que no necesita ninguna preparación

Tabla VI. Resultados del TGA obtenidos en los aceros TiV, V y Ti por aplicación del método de ataque térmico (AT)

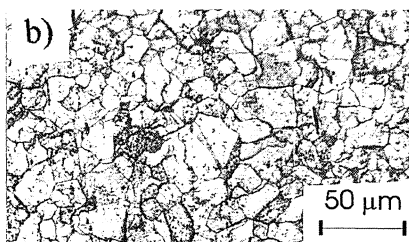
Table VI. Results of the TGA revealed by thermal etching in TiV, V and Ti steels

T_p , °C	TGA, μm		
	TiV	V	Ti
950	7±1	7±1	13±1
1.000	13±1	9±1	16±2
1.050	17±2	10±1	14±2
1.100	40±7	31±4	31±6
1.150	52±6	39±5	40±7
1.200	67±15	64±13	47±12
1.225	*	*	52±19
1.250	70±16	131±31	65±28

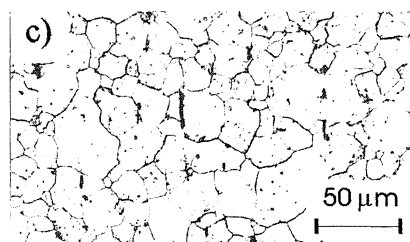
950 °C



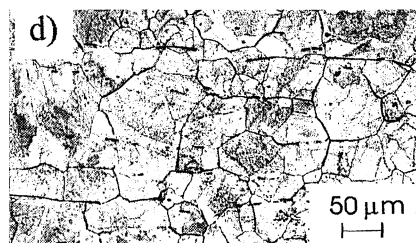
1.000 °C



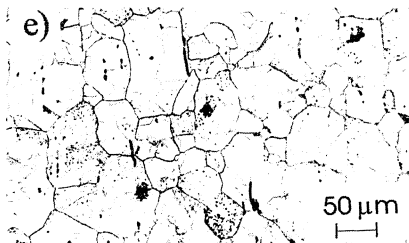
1.050 °C



1.100 °C



1.150 °C



1.200 °C



1.250 °C

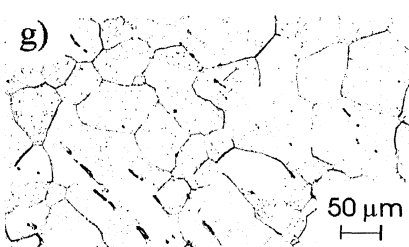


Figura 6. Micrografías ópticas de los granos austeníticos a diferentes temperaturas de austenización en el acero TiV revelados por ataque térmico: a) 950 °C; b) 1.000 °C, c) 1.050 °C, d) 1.100 °C, e) 1.150 °C, f) 1.200 °C, g) 1.250 °C.

Figure 6. Optical micrographs of the prior austenite grains at different austenitization temperatures in TiV steel revealed by thermal etching: a) 950 °C, b) 1000 °C, c) 1050 °C, d) 1100 °C, e) 1150 °C, f) 1200 °C, g) 1250 °C.

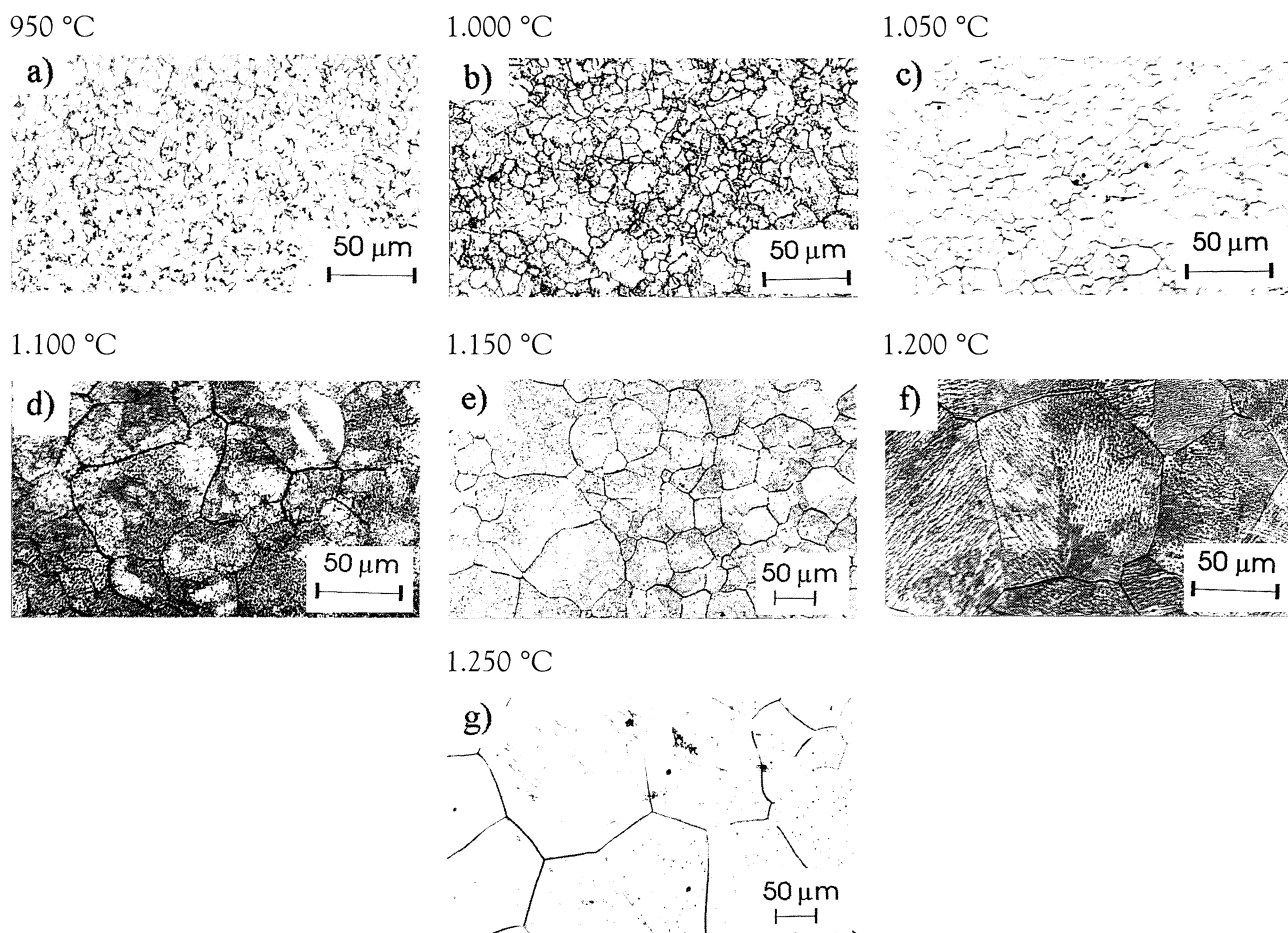


Figura 7. Micrografías ópticas de los granos austeníticos a diferentes temperaturas de austenización en el acero V revelados por ataque térmico: a) 950 °C; b) 1.000 °C, c) 1.050 °C, d) 1.100 °C, e) 1.150 °C, f) 1.200 °C, g) 1.250 °C.

Figure 7. Optical micrographs of the prior austenite grains at different austenitization temperatures in V steel revealed by thermal etching: a) 950 °C; b) 1000 °C, c) 1050 °C, d) 1100 °C, e) 1150 °C, f) 1200 °C, g) 1250 °C.

metalográfica después de realizar el tratamiento térmico y no requiere que la microestructura final sea martensítica, como sucede con los otros métodos. Indudablemente, esto facilita el revelado de los bordes de grano austenítico en aquellos aceros en los que no se puede obtener una microestructura martensítica por temple. En efecto, en el ataque térmico se ha empleado una velocidad de enfriamiento de 1 °C/s y, para dicha velocidad, en los tres aceros microaleados estudiados se obtienen microestructuras de ferrita y perlita. En microestructuras de este tipo podría caber la duda de si son, realmente, los granos de austenita los que se revelan por ataque térmico, o son los de ferrita y perlita. En este sentido, la similitud entre los valores del TGA de estos aceros obtenidos por aplicación del ataque químico (Tabla V) y por ataque térmico (Tabla VI), demuestran que los surcos formados por el ataque térmico pertenecen, ciertamente, a los granos austeníticos, a pesar de que du-

rante el enfriamiento se haya formado una microestructura de ferrita y perlita.

4. CONCLUSIONES

- Los procedimientos basados en la combinación de tratamientos térmicos y ataques químicos sólo revelaron los bordes de grano austenítico de los aceros microaleados estudiados para algunas temperaturas de austenización. Sin haber sido posible encontrar una explicación coherente, se ha podido comprobar que estos procedimientos no permitieron revelar el grano austenítico para todas las condiciones de austenización ensayadas en un mismo acero, ni, tampoco, para una determinada condición de austenización en aceros con composiciones químicas muy parecidas.
- El método del ataque térmico dio excelentes resultados en los tres aceros microaleados, a

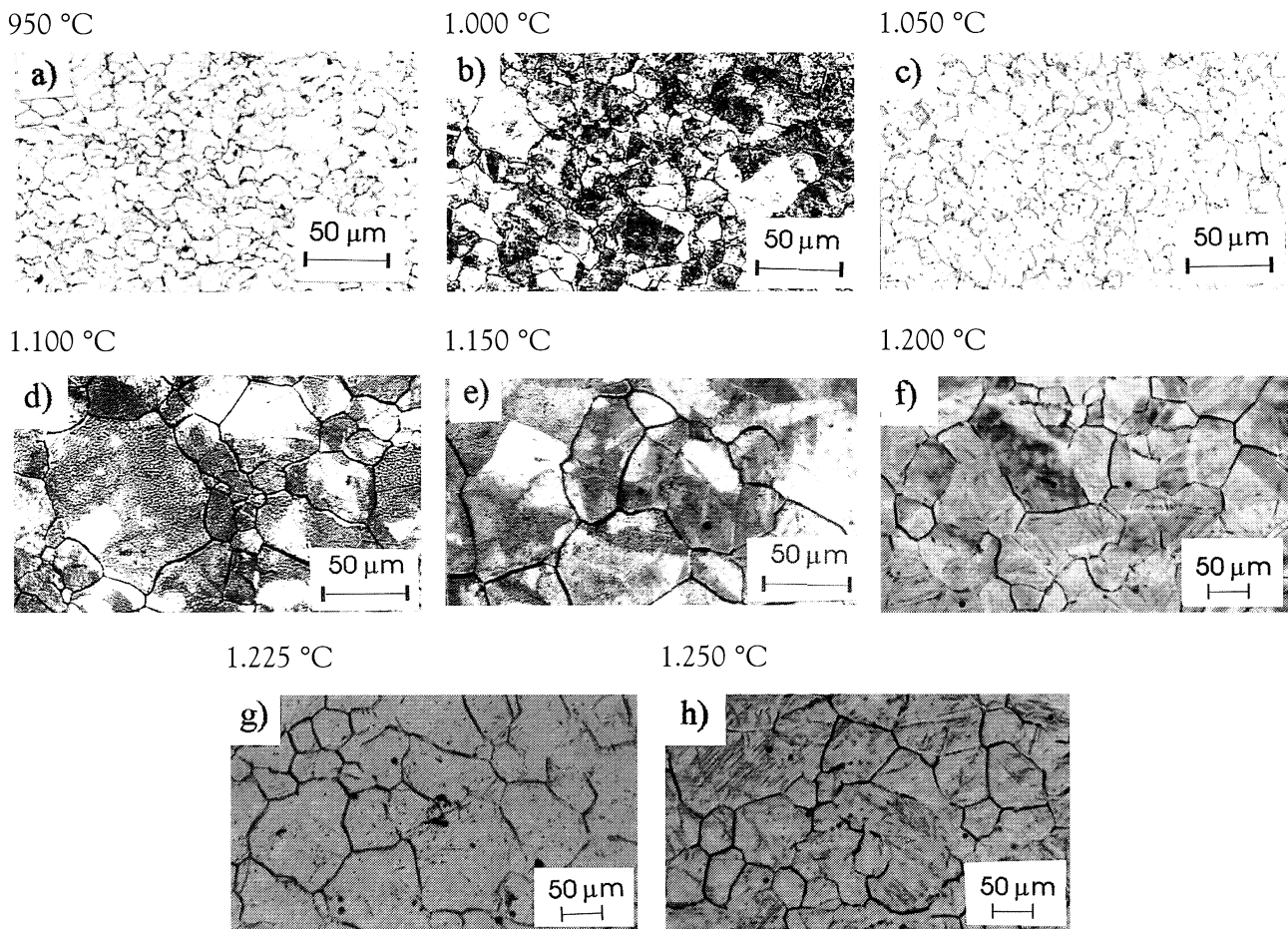


Figura 8. Micrografías ópticas de los granos austeníticos a diferentes temperaturas de austenización en el acero Ti revelados por ataque térmico: a) 950 °C; b) 1.000 °C, c) 1.050 °C, d) 1.100 °C, e) 1.150 °C, f) 1.200 °C, g) 1.225 °C, h) 1.250 °C.

Figure 8. Optical micrographs of the prior austenite grains at different austenitization temperatures in Ti steel revealed by thermal etching: a) 950 °C; b) 1000 °C, c) 1050 °C, d) 1100 °C, e) 1150 °C, f) 1200 °C, g) 1225 °C, h) 1250 °C.

todas las temperaturas de austenización, incluso a aquéllas para las que los otros métodos no permitieron revelar con claridad los bordes de grano austenítico. Este método puede considerarse como el más adecuado para determinar el TGA en este tipo de aceros.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación obtenida por parte de la Conserjería de Educación y Cultura de la Comunidad de Madrid (España) (Proyecto 07/0065/1998). Uno de los autores, C. Capdevila, agradece la beca postdoctoral concedida por la Consejería de Educación y Cultura de la Comunidad de Madrid (España).

REFERENCIAS

- [1] H. OHTANI, F. TERASAKI and T. KUNITAKE, *Trans. ISIJ* 12 (1972) 118-127.

- [2] N. J. PETCH, *J. Iron Steel Inst.* 174 (1953) 25-28.
 [3] A. GRANGE, *Trans. ASM* 59 (1966) 26-48.
 [4] E. E. UNDERWOOD, *Quantitative Stereology*, Addison-Wesley Reading, MA, EE.UU., 1970.
 [5] G. F. VANDER VOORT, *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Book Company, N.Y., EE.UU., 1984, pp. 440-465.
 [6] L. ZHANG y D. C. GUO, *Mater. Chart.* 30 (1993) 299-305.
 [7] P. BALDINGER, G. POSCH y A. KNEISSLAAS, *Prakt. Metall.* 31 (1994) 252-261.
 [8] G. F. VANDER VOORT, *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Book Company, N.Y., EE.UU., 1984, pp. 322-323.
 [9] M. G. LOZINSKII, *High Temperature Metallography*, Pergamon Press, Oxford, Inglaterra, 1961, pp. 241.
 [10] M. OKAMOTO, O. MIYAGAWA, y T. SAGA, *Trans. Jpn. Inst. Met.* 7 (1966) 217-223.
 [11] H. MODIN y S. MODIN, *Metallurgical Microscopy*, Butterworths, London, Inglaterra, 1973, (a) pp. 181-183.

- [12] G. F. VANDER VOORT, *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Book Company, N.Y., EE.UU., 1984, pp. 219-223.
- [13] G. F. VANDER VOORT, *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Book Company, N.Y., EE.UU., 1984, pp. 435-440.
- [14] H. MODIN y S. MODIN, *Metallurgical Microscopy*, Butterworths, London, Inglaterra, 1973, pp. 175.
- [15] J. WIEDERMANN, J. WOJTAS, y J. STEPIEN, *Prakt. Metallogr.* 25 (1988) 449-455.
- [16] S. LEITNER y H. J. KÖSTLER, *Prakt. Metallogr.* 15 (1978) 66-77.
- [17] A. BROWNRIGG, P. CURCIO y R. BOELEN, *Metallography* 8 (1975) 529-533.
- [18] R. L. BODNAR, V. E. MCGRAW y A. V. BRANDEMARTE, *Metallography* 17 (1984) 109-114.
- [19] X. JIANG y Y. ZHOU, *Prakt. Metallogr.* 24 (1987) 521-534.
- [20] B. H. CHAMPMAN, M. A. COOKE y S. W. THOMPSON, *Scripta Metall.* 26 (1992) 1547-1552.
- [21] E. SCHACHT y J. RICHTER, *Prakt. Metallogr.* 35 (1998) 384-395.
- [22] J. R. VILELLA, *Metallographic Technique for Steel*, American Society for Metals, Metals Park, Cleveland, OH., EE.UU., 1938, pp. 26-52.
- [23] G. KRAUSS, *Steels: Heat treatment and processing principles*, ASM International, Materials Park, OH., EE.UU., 1988, pp. 188-193.
- [24] S. BÉCHET y L. BEAUJARD, *Rev. Mét.* 10 (1955) 830-836.
- [25] G. A. DREYER, D. E. AUSTIN y W. D. SMITH, *Met. Prog.* 86 (1964) 116-117.
- [26] O. O. MILLER y M. J. DAY, *Met. Prog.* 56 (1949) 692-695.
- [27] R. A. GRANGE, *Metall. Trans.* 2 (1971) 65-78.
- [28] R. RIEDL, *Pract. Metallogr.* 15 (1978) 537-541.
- [29] R. RIEDL, *Metallography* 14 (1981) 119-128.
- [30] A. K. SINHA, *Ferrous Physical Metallurgy*, Butterworth Publishers, MA., EE.UU., 1989, pp.315-317.
- [31] H. TOBIN and R. L. KENYON, *Trans. ASM* 26 (1938) 133-152.
- [32] W. I. HALLIDAY, *ISI Special Report No 81*, Iron and Steel Inst., London, Inglaterra, 1963. pp. 65-67.
- [33] M. J. DAY and J. B. AUSTIN, *Trans. ASM* 28 (1940) 354-371.
- [34] O. O. MILLER and M. J. DAY, *Trans. ASM* 30 (1942) 541-568.
- [35] W. W. MULLINS, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 333-339.
- [36] W. W. MULLINS, *Trans. Met. Soc. AIME* 218 (1960) 354-361.
- [37] S. R. SRINIVASAN y R. TRIVEDI, *Acta Metall.* 21 (1973) 611-620.
- [38] A. K. SINHA, *Ferrous Physical Metallurgy*, Butterworth Publishers, MA., EE.UU., 1989, pp.574-576.
- [39] G. KRAUSS, *Steels: Heat treatment and processing principles*, ASM International, Materials Park, OH., EE. UU., 1988, pp. 236-239.
- [40] A. H. UCISIK, C. J. MCMAHON, JR., y H. C. FENG, *Metall. Trans.* 9A (1978) 321-329.
- [41] I. OLEFJORD, *Inter. Met. Rev.* 23 (1978) 149-163.
- [42] J. B. COHEN, A. HURLICH y M. JACOBSON, *Trans. ASM* 39 (1947) 109-138.
- [43] D. A. PORTER y K. E. EASTERLING, *Phase Transformation in Metals and Alloys*, Chapman & Hall, London, Inglaterra, 1992, pp. 124-130.