

Estudio de la interacción precipitación-recristalización de un acero microaleado al vanadio con 0,35 % C

A.B. Quispe^(*), S.F. Medina^(*), J.M. Cabrera^(**) y J.M. Prado^(**)

Resumen Se describe un método que permite estudiar la interacción de la recristalización-precipitación inducida por deformación de un acero microaleado al vanadio y 0,35 % C. Mediante ensayos de torsión, y aplicando el método *Back Extrapolation*, se ha determinado la fracción recristalizada a diferentes temperaturas. Cuando la precipitación comienza, la fracción recristalizada se desvía de la ley de Avrami y esto permite conocer el instante en que la precipitación comienza (P_s) y el instante en que termina (P_f). De este modo, se pueden trazar los diagramas Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT), que muestran gráficamente la interacción Recristalización-Precipitación y que simultáneamente permiten la determinación de la temperatura crítica de recristalización estática (SRCT). Dicha temperatura crítica representa el límite entre las dos fases, antes y después de la precipitación.

Palabras clave: **Torsión. Interacción. Recristalización. Precipitación inducida. Diagramas RPTT.**

Study of the precipitation-recrystallization interaction in a vanadium microalloyed steel with 0.35 % C

Abstract A method is described which allows to study the interaction recrystallization-induced precipitation by the deformation of vanadium microalloyed steel and 0.35 % C. By means of torsion tests and applying the Back Extrapolation method, the recrystallized fraction at different temperatures has been determined. When the precipitation begins, the recrystallized fraction does not follow the Avrami's equation. This allows to know the instant when precipitation starts (P_s) and the instant when precipitation finishes (P_f). Therefore, Recrystallization-Precipitation-Time-Temperature (RPTT) diagrams can be obtained, which graphically show the interaction Recrystallization-Precipitation and simultaneously allows the determination of the static recrystallization critical temperature (SRCT). This temperature represents the limit between the two phases, before and after precipitation.

Keywords: **Torsion. Interaction. Recrystallization. Induced precipitation. RPTT Diagrams.**

1. INTRODUCCIÓN

Después de sometidos a una operación de deformación en caliente, la recristalización estática de los aceros microaleados se divide claramente en dos fases: antes y después de la precipitación inducida. En la primera fase, los aceros microaleados se com-

portan de forma similar a como lo hacen los aceros tipo C-Mn, ya que todos los elementos están en solución, y en la segunda, muestran una meseta causada por la formación de precipitados que inhiben la recristalización (1 y 2). Antes y después de la meseta, la curva de fracción recristalizada obedece a la ley de Avrami y esto hace posible trazar fácilmente el diagrama Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) (2). El límite entre las dos fases viene a denominarse Temperatura Crítica de Recristalización (SRCT) o temperatura a la cual comienza la inhibición de la recristalización estática como consecuencia de la precipitación inducida.

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

(**) Univ. Politécnica de Cataluña. Avda. Diagonal 647. 08028-Barcelona (España).

El contenido de vanadio apenas tiene influencia sobre la cinética de recristalización estática cuando los elementos están en solución, pero ejerce una notable influencia sobre el período de incubación de los precipitados y sobre el valor de SRCT (3).

La cinética de la recristalización estática de la austenita obedece a la ecuación de Avrami y se expresa como:

$$X_a = 1 - \exp \left[-0,693 \left(\frac{t}{t_{0,5}} \right)^n \right] \quad [1]$$

donde $t_{0,5}$ es el tiempo correspondiente al 50 % del volumen recristalizado y depende de la temperatura, T , deformación, ε , velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$, tamaño de grano, D , y composición química del acero, según la expresión:

$$t_{0,5} = A \varepsilon^p \dot{\varepsilon}^q D^s \exp \frac{Q}{RT} \quad [2]$$

donde Q es la energía de activación, $R = 8,3144$ J/mol K, y p , q , s y A son constantes.

Recientemente, se ha desarrollado un método para determinar simultáneamente la cinética de recristalización estática y el diagrama PTT para aceros microaleados (2 y 3). Este método es el que se ha empleado en el presente trabajo. El análisis de los resultados ha indicado la idoneidad de simplificación y perfeccionamiento, proporcionando nuevas ideas acerca de la interacción Recristalización-Precipitación. La determinación de los diagramas PTT, para aceros microaleados publicado por otros autores, se ha estudiado por ecuaciones teóricas (4 y 5), microscopía de transmisión (6) y método de relajación de tensiones (7).

En este trabajo se estudia, mediante ensayos de torsión, la interacción recristalización-precipitación para un acero microaleado al vanadio con 0,35 % C; sus resultados se muestran en el diagrama de Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT). La interacción recristalización-precipitación para diferentes porcentajes de fracción recr-

talizada ha hecho posible determinar SRCT con precisión y sencillez.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En la tabla I se muestra la composición química del acero estudiado, fabricado en una instalación de refusión bajo electroescoria (ESR) capaz de producir lingotes de 30 kg. Los ensayos de torsión en caliente se realizaron en una máquina completamente automatizada y de gran precisión. Las probetas usadas para torsión tenían 50 mm de longitud útil y 3 mm de radio. Durante el ensayo, la probeta era protegida por una corriente de argón para evitar la oxidación.

Previamente a la deformación, la probeta era calentada hasta 1.200 °C durante 10 min y, a continuación, la temperatura era reducida rápidamente hasta la temperatura de ensayo. La deformación equivalente aplicada fue de 0,35 y la velocidad de deformación, de 3,63 s⁻¹, calculadas ambas sobre la superficie cilíndrica de la probeta, de acuerdo con el criterio de Von Mises (8). Las fracciones recristalizadas se determinaron a diferentes temperaturas utilizando el método conocido como *back extrapolation* (9).

Para asegurar que las temperaturas de ensayo corresponden a la fase austenítica, las temperaturas críticas de transformación (Ac_3 y Ar_3) se determinaron por dilatometría a la velocidad de 0,25 °C/s, tanto en el calentamiento como en el enfriamiento (Tabla I).

El tamaño del grano austenítico a 1.200 °C durante 10 min de austenización se determinó mediante temple y posterior análisis metalográfico de 20 campos, aplicando la técnica de la intersección lineal. Por microscopía electrónica de transmisión (TEM), se determinaron, mediante la técnica de réplica con carbono, las características de los precipitados.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1 muestra la fracción recristalizada frente al tiempo a diferentes temperaturas, para una

TABLA I.- Composición química, %. Temperaturas de transformación Ac_3 y Ar_3 , °C, a 0,25 °C/s y tamaño de grano (D_γ , μm) a 1.200 °C \times 10 min del acero estudiado

TABLE. I.- Chemical composition, %. Transformation temperatures, Ac_3 and Ar_3 , at 0.25 °C/s and grain size (D_γ , μm) at 1.200 °C \times 10 min of the studied steel

C	Si	Mn	P	S	V	N ppm	O ppm	Ac_3 (°C)	Ar_3 (°C)	D_γ (μm)
0,35	0,21	1,23	0,008	0,014	0,033	121	52	779	712	165

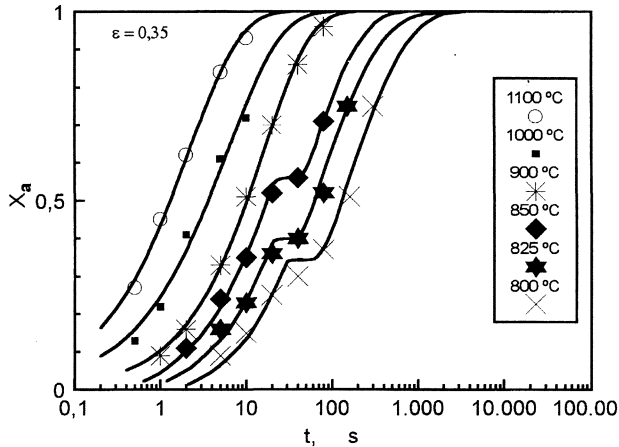


FIG. 1.— Fracción recristalizada (X_a) frente al tiempo, para una deformación de 0,35.

FIG. 1.— Recrystallized fraction (X_a) vs time for $\epsilon = 0.35$.

deformación de 0,35 y una velocidad de deformación de $3,63 \text{ s}^{-1}$. Se observa el comienzo de una meseta sobre las curvas correspondientes a 850, 825 y 800 °C, y una vez que la meseta ha finalizado, las curvas vuelven a ascender, completándose la recristalización. La formación de las mesetas se debe a la precipitación inducida y su comienzo y fin se identifican aproximadamente con el comienzo y final de la precipitación (2). Observaciones realizadas en el TEM muestran que el comienzo de la meseta no coincide exactamente con el comienzo de la precipitación, habiéndose estimado una precipitación de aproximadamente el 5 % en vol. (2). Las curvas que corresponden a temperaturas superiores a 850 °C muestran la forma habitual de la ley de Avrami para la recristalización. A temperaturas inferiores a 850 °C, las curvas muestran siempre la meseta, cuyo comienzo va teniendo lugar a fracciones recristalizadas cada vez menores.

El tamaño de grano austenítico a la temperatura de austenización ($1.200 \text{ °C} \times 10 \text{ min}$) fue de $165 \mu\text{m}$, valor considerado dentro del rango de estos aceros, debido a que el contenido de vanadio no influye de forma significativa en la disminución del tamaño de grano de la austenita (3). En la figura 2 se muestra la microestructura correspondiente a una deformación de 0,35, temperatura de 825 °C y tiempo de recristalización de 30 s. En la figura 3 se muestran los precipitados de vanadio observados por microscopía electrónica de transmisión (TEM) para las mismas condiciones anteriores utilizando la técnica de réplica por extracción con carbono. Se observa una distribución de precipitados heterogéneos con un tamaño promedio de 36 nm.

De la figura 1 se obtuvieron datos de las diferentes fracciones de recristalización, como es 0,1; 0,3;

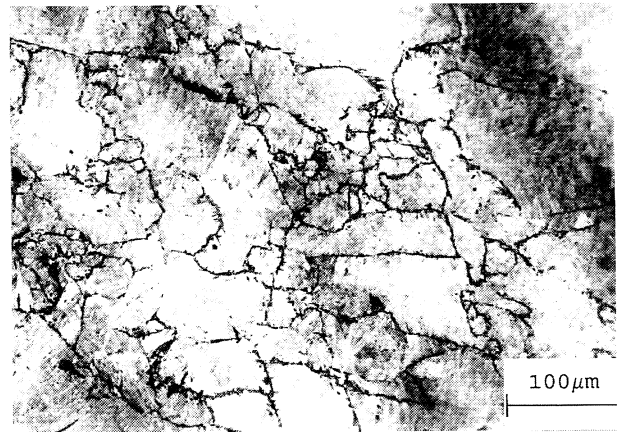


FIG. 2.— Microestructura del grano austenítico. $\epsilon = 0,35$; $T = 825 \text{ °C}$; $t_{\text{rec}} = 30 \text{ s}$; $X_{\text{am}} = 0,36$; $X_{\text{ac}} = 0,40$.

FIG. 2.— Austenite grain microstructure. $\epsilon = 0.35$; $T = 825 \text{ °C}$; $t_{\text{rec}} = 30 \text{ s}$; $X_{\text{am}} = 0.36$; $X_{\text{ac}} = 0.40$.

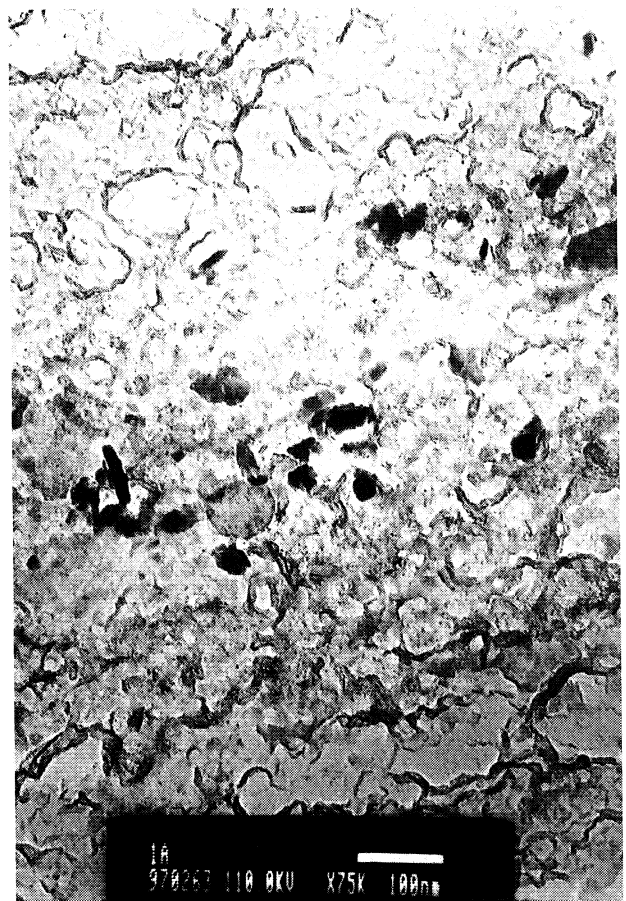


FIG. 3.— Réplica de extracción con carbono que muestra los precipitados de vanadio: $\epsilon = 0,35$; $T = 825 \text{ °C}$; $t_{\text{rec}} = 30 \text{ s}$; $X_{\text{am}} = 0,36$; $X_{\text{ac}} = 0,46$.

FIG. 3.— Extraction replication with carbon showing the vanadium precipitates. $\epsilon = 0.35$; $T = 825 \text{ °C}$; $t_{\text{rec}} = 30 \text{ s}$; $X_{\text{am}} = 0.36$; $X_{\text{ac}} = 0.46$.

0,5; 0,9 y 0,95 a las diferentes temperaturas de ensayo y también los tiempos iniciales (P_s) y finales (P_f) de la precipitación inducida. De este modo, se trazó el diagrama recristalización-precipitación-tiempo-temperatura (RPTT) con las fracciones de recristalización mencionadas, como se muestra en la figura 4. De la intersección de las curvas de distinta fracción recristalizada con la curva P_s , se obtiene la recta de regresión que, al trazar hasta la fracción recristalizada igual a 1, determina la SRCT, siendo en este caso de 1.159 K (886 °C), y que también representa la asíntota para las curvas P_s y P_f de la figura 4.

La tabla II contiene el valor de SRCT y el período mínimo de incubación correspondiente a la nariz de las curvas P_s , así como la temperatura de solubilidad deducida de los productos de solubilidad para nitruros y carburos de vanadio (10). Una comparación de los valores de SCRT con las temperaturas de solubilidad calculadas, permite identificar con buena aproximación la naturaleza química de los precipitados. Estos son nitruros de vanadio, ya que

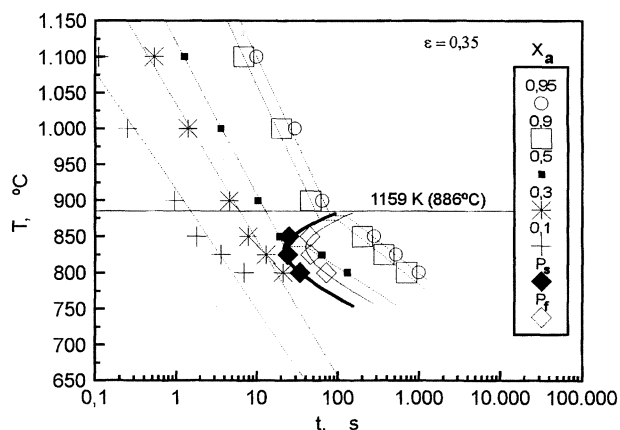


FIG. 4.— Interacción recristalización-precipitación, diagrama RPTT, para $\epsilon = 0,35$.

FIG. 4.— Interaction recrystallization-precipitation, RPTT diagram for $\epsilon = 0,35$.

TABLA II.— Temperatura crítica de recristalización estática (SCRT); temperatura T_N de la nariz P_s ; período de incubación t_N de la nariz P_s y temperatura de solubilidad (T_s)

TABLE II.— Static critic recrystallization temperature (SCRT); T_N , of the nose P_s , incubation period t_N of the nose P_s , and solubility temperature, (T_s)

Deformación	SCRT K, (°C)	P_s , "nariz" T_N , K (°C) t, s	Precipitado T_s , K (°C)
$\epsilon = 0,35$	1.159 (886)	1.103 (830) 22	VN : 1.230 (957) VC : 1.046 (773)

los carburos se forman a temperaturas más bajas. Esta afirmación se comprobó con el análisis de dispersión de energía de rayos X en el STEM (Fig. 3) revelando contenido de nitrógeno y con la difracción de electrones se determinó el parámetro de red, siendo de 0,41113 nm, valor comprendido dentro del rango de un nitruro de vanadio. Se observa, además, que la SCRT siempre es menor que la temperatura de solubilidad, debido a que la precipitación inducida por la deformación se aleja de las condiciones termodinámicas de equilibrio, con las que se determinan los productos de solubilidad. A medida que la fracción recristalizada a la que se presenta la meseta disminuye, el período de incubación crece notablemente. Después de que la precipitación ha finalizado, las curvas de diferente fracción recristalizada tienen una pendiente menor en valor absoluto, pero continúan siendo paralelas, igual que antes de la precipitación, lo que significa que la relación $\ln t_{0,5} \propto Q/RT$, al ser inversamente proporcional a la temperatura, la energía de activación, Q , será, mayor.

La intersección de P_s , P_f y $t_{0,5}$ da la temperatura en el instante que comienza y finaliza la precipitación al 50 % de recristalización. Esto se refleja al representar el logaritmo de $t_{0,5}$ frente al inverso de la temperatura absoluta (Fig. 5). La pendiente de cada recta multiplicada por la constante universal de los gases (R) da el valor de Q , antes y después de la precipitación, de acuerdo con la ec. [2]. En la primera fase, Q resultó ser 167 kJ/mol, valor que coincide aproximadamente con aceros microaleados al vanadio con bajo contenido de carbono de acuerdo con un modelo publicado (3). En la segunda fase, después de la precipitación, la energía de activación fue de 335 kJ/mol. Es decir, el valor de la energía de activación cambia de una fase a otra y esto ocurre a temperatura constante durante el tiempo en que se produce la precipitación ($P_f - P_s$). Después de la precipitación, la energía de activación crece significativamente, lo que se traduce, obviamente, en una mayor dificultad para que la austenita recristalice.

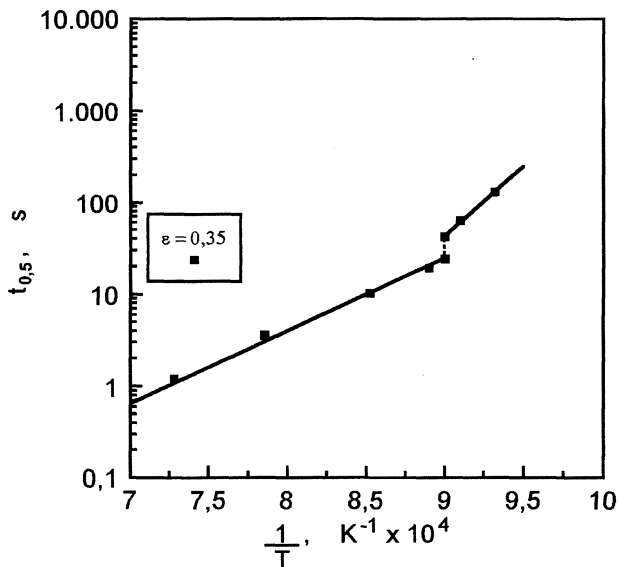


FIG. 5.— Variación del parámetro $t_{0.5}$, frente a la inversa de la temperatura absoluta, para $\epsilon = 0,35$.

FIG. 5.— Variation of the parameter $t_{0.5}$ vs absolute inverse temperature for $\epsilon = 0.35$.

4. CONCLUSIONES

- El método desarrollado permite determinar los diagramas RPTT, la temperatura crítica de recristalización (SRCT) y la interacción recristalización-precipitación.
- En la “nariz” de la curva P_s se produce el comienzo de la interacción recristalización-precipitación cuando la fracción recristalizada es de aproximadamente 0,5.
- Cuando la fracción es menor de 0,5, el período de incubación se hace cada vez mayor y cuando la fracción alcanza valores aún más bajos ($< 0,3$), la nucleación de los precipitados es prácticamente imposible.

- La temperatura SRCT es menor que la temperatura de solubilidad.
- La energía de activación es mayor después de la precipitación, lo que dificulta notablemente la recristalización estática. Por consiguiente, la obtención de estructuras finas en la laminación en caliente, especialmente en el tren de bandas, exige que los últimos pasos se realicen a temperaturas inferiores a SRCT.

Agradecimiento

Los autores agradecen a la CICYT la financiación concedida al proyecto MAT 94-0798, y al Instituto de Cooperación Iberoamericana (ICI), la de la estancia en el CENIM del Ing. A. Quispe.

REFERENCIAS

- (1) SAMUEL, F.H., YUE, S., JONAS, J.J. y ZBINDEN, B.A. *ISIJ Int.*, 29 (10), 1989: 878-886.
- (2) QUISPE, A., MEDINA, S.F. y VALLES, P. *ISIJ Int.*, 37 (8), 1997: 783-788.
- (3) MEDINA, S.F. y MANCILLA, J.E. *ISIJ Int.*, 36 (8), 1996: 1.070-1.076.
- (4) DUTTA, B. y SELLARS, C.M. *Mater. Sci. Technol.*, 3 (3), 1987: 197-207
- (5) SUN, W.P., MILITZER, M., BAI, D.Q. y JOMAS, J.J. *Acta Metall. Mater.* 41 (12), 1993: 3.595-3.604.
- (6) LE BON, A., ROFES-VERNIS, J. y ROSSARD, C. *Met. Sci.*, 9, 1975: 36-42
- (7) LIU, W.J. y JONAS, J.J. *Metall. Trans. A*, 19A (1989): 1.403-1.413.
- (8) FAESSEL, A. *Rev. Metall. CIT*, 4, 1976: 875-892.
- (9) ANDRADE, H.L., AKBEN, M.G. y JONAS, J.J. *Metall. Trans. A*, 14A (10), 1983: 1.967-1.977.
- (10) TURKDOGAN, E.T. *Trans. ISS*, 3 (5), 1989 : 61-75.