Estudio del crecimiento de grano de la fase austenítica en un acero HSLA de bajo contenido en carbono(*)

S. Illescas*, J. Fernández* y J.M. Guilemany*

Resumen

En el presente estudio se ha analizado el efecto que tienen los elementos microaleantes sobre el crecimiento de la fase austenítica en un acero HSLA de bajo contenido en carbono, mediante un modelo teórico de carburos y nitruros simples. Además, se ha establecido un criterio cuantitativo que permite discernir acerca de cuando se produce el crecimiento anormal y se han hallado las condiciones óptimas de austenización para el acero objeto de estudio, es decir, aquellas condiciones que generan el menor tamaño de grano homogéneo. La optimización de los parámetros (temperatura y tiempo) de austenización para conseguir un tamaño de grano homogéneo mínimo, es importante puesto que el tamaño de grano austenítico al inicio de la transformación $\gamma \rightarrow \alpha$ determina tanto el desarrollo de ésta como el tamaño de grano de la microestructura final, originando unas determinadas propiedades de resistencia y tenacidad.

Palabras clave

Acero HSLA. Tamaño de grano. Crecimiento de grano anormal. Microaleantes. Microaleado.

Austenitic grain growth study in a low carbon HSLA steel

Abstract The austenitic grain growth has been studied in a low carbon HSLA steel using a model of simples carbides and

nitrides. A quantitative criterion for abnormal grain growth has been established and the optimal conditions of heat treatment have also been found. These optimal conditions are the time and the temperature that provide the minimum homogeneous grain size. This optimisation is important because the grain growth at the beginning of

the $\gamma \rightarrow \alpha$ determines the development of this, and the final properties of the structure.

Keywords

HSLA steel. Grain size. Abnormal grain growth. Microalloying element. Microalloyed.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros microaleados, también conocidos como aceros HSLA o de alta resistencia y baja aleación pueden definirse como aquellos que contienen pequeñas cantidades, generalmente menores del 0,15 %, de elementos de aleación formadores de carburos, nitruros y carbonitruros los cuáles controlan directa o indirectamente la resistencia y otras propiedades de los aceros estructurales. Uno de los mecanismos de mejora de propiedades es precisamente por control del tamaño de grano.

Numerosos autores han estudiado el efecto de los precipitados y la microestructura inicial sobre el tamaño de grano^[1 y 2] y, también, han hecho estudios acerca de la anormalidad observada en el crecimiento^[3 y 4].

La obtención de un acero con propiedades mejoradas pasa por la realización de un tratamiento de austenización óptimo ya que, si la temperatura o el tiempo son insuficientes, la transformación de fase será incompleta. Por el contrario, si la temperatura o el tiempo son excesivos se produce un encarecimiento del producto final y, en el caso de los aceros microaleados, este exceso de tratamiento puede ir en detrimento de algunas de las propiedades del material.

Así pues, en los aceros microaleados la presencia de vanadio, niobio, titanio y aluminio provoca la aparición de precipitados en austenita capaces de producir el afino del grano, obteniéndose, a su vez, aumentos en los valores de algunas de sus propiedades mecánicas (dureza, límite elástico...).

Es, por tanto, primordial conocer el efecto que cada condición de austenización provoca sobre el

^(·) Trabajo recibido el día 18 de diciembe de 2006 y aceptado en su forma final el día 27 de junio 2007.

^{*} Dpto. Ciencia dels Material i Enginyeria Metal.lúrgica, Universitat de Barcelona, C/ Martí i Franquès, 1, 08028 Barcelona, España.

tamaño de grano del acero estudiado, puesto que como ya se ha mencionado, variaciones en el estado de la fase de alta temperatura conducen a fluctuaciones en los valores de propiedades mecánicas.

Además, es importante el estudio de la anormalidad del crecimiento de grano. Si bien el problema de medir el tamaño de grano es, en sí, independiente de la normalidad o anormalidad del mismo, lo que tiene un verdadero interés práctico es poder dilucidar cuantitativamente cuándo un grano es normal o anormal, es decir, distinguir las dos familias de grano cuando éstos son medidos.

Teóricamente, cuando se produce crecimiento anormal del grano, debe esperarse una distribución de tipo bi-modal. Sin embargo, esto se produce para toda la población estudiada y, en la práctica, se dispone de una muestra dónde los valores de tamaño de grano anormal son poco frecuentes, es decir, que quedan prácticamente integrados en la cola derecha de la distribución global.

Por lo tanto, parece claro que, para efectuar una caracterización del tamaño de grano anormal, se debe proceder a efectuar un estudio detallado de las colas de distribución de los tamaños de grano de toda la muestra.

Un método adecuado de caracterizar la cola derecha de las distribuciones consiste en dividir la distribución global en dos (Fig. 1).

Aquellos granos cuyo logaritmo de tamaño de grano sea mayor que la media de la distribución más dos veces la desviación estándar de la distribución logarítmica global son considerados inicialmente como candidatos a ser granos anormales. Si fuera cierto que la media y la desviación estándar de la muestra fueran las de la población, los últimos granos no pertenecerían a la población normal con una confianza del 97,7 %^[5].

Cada distribución, por tanto, queda caracterizada por:

- TGNormal: es el valor del tamaño de grano medio de la distribución.
- TGAnormal: es la media de la cola derecha de la distribución formada por el conjunto de valores que supera el valor de TGNormal más dos veces su desviación estándard. En el caso de que no se encuentren granos mayores que la media más dos desviaciones estándar, TGAnormal se asociará con el tamaño de grano máximo de la distribución global.

No obstante, estas representaciones gráficas no permiten determinar, de forma inequívoca, en qué situaciones se produce crecimiento anormal. Las

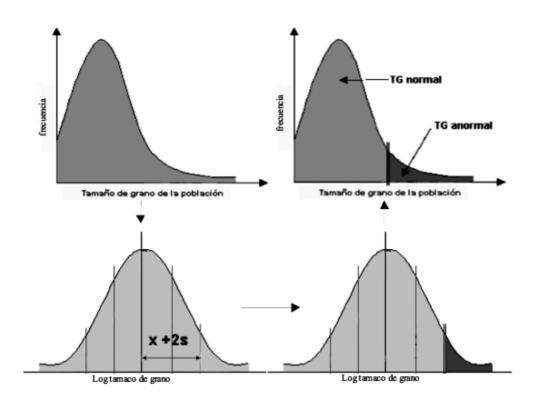


Figura 1. Esquema del método empleado en este estudio para la determinación del crecimiento anormal de grano.

Figure 1. Illustration of the method used to can determine the abnormal grain growth.

diferencias absolutas dependen del propio tamaño de grano y, por eso, no son útiles^[6]. Un análisis más apropiado consiste en una representación de las diferencias relativas (Ec. (1)) entre ambas familias de grano.

$$DR = \left[\frac{(TG_{anormal} - TG_{normal})}{TG_{normal}} \right]$$
 (1)

Para la realización de este trabajo de investigación se ha utilizado un acero microaleado laminado en caliente, designado como 16Mn4 y cuya composición se muestra en la tabla I. Se trata de un acero cuyo porcentaje en carbono es del 0,166 %, englobándose dentro del grupo de aceros microaleados de bajo contenido en carbono.

Se han obtenido piezas de 1x1x2 cm³ que fueron austenizadas a diferentes tiempos y temperaturas en un horno HOBERSAL-CR32 de resistencias de SiC y, posteriormente, fueron enfriadas en agua a temperatura ambiente por medio de temple.

Las muestras han sido observadas por medio de microscopia óptica, tras revelar los límites de grano mediante el ataque con reactivo a base de una solución sobresaturada de ácido pícrico en agua destilada a 60°C y con adición de un agente tensioactivo.

El método empleado para la determinación del tamaño de grano es el planimétrico de Jeffries detallado en la norma ASTM E-112. Los diferentes parámetros determinados en cada caso son:

— Número de granos por mm² (Na):

$$N_{A} = f \left[n_{1} + \frac{n_{2}}{2} \right] \tag{2}$$

donde,

$$f = \frac{(\text{magnificación})^2}{5000} \tag{3}$$

n₁ = número de granos dentro del círculo
n₂ = número de granos intersectados por el círculo.
Diámetro medio en mm (d):

$$d = \frac{1}{(N_A)^{1/2}}$$
 (4)

— Tamaño de grano ASTM (G):

$$G = 3.322 \log \times N_A - 2.95 \tag{5}$$

Se ha utilizado una media de 200 granos para caracterizar cada muestra.

Una vez realizado el recuento de granos, se ha proseguido con la determinación de la anormalidad de grano. Está documentado que el logaritmo de los tamaños de grano se ajusta a una ley normal, es decir, las distribuciones experimentales de tamaño de grano cuando se produce crecimiento normal siguen una distribución de tipo log-normal^[7].

Por último, se han realizado también indentaciones Vickers con un microdurómetro MATSUZAWA MXT bajo una carga de 300 g aplicada durante 15 s, sobre superficie pulida.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Determinación del tamaño de grano inicial

El material de partida es un acero laminado en caliente, por lo que presenta texturización y resulta interesante estudiar los tres planos de laminación. Para cada uno de los tres planos se ha determinado el tamaño de grano. Los resultados de tamaño de grano inicial se muestran en la tabla II.

Tabla I. Composición nominal del acero 16Mn4 (% peso)

Table I. Chemical composition of the 16Mn4 steel (%wt)

С	Mn	Si	Cr	Ni	Мо	V	Al	Cu	Р	S	N
0,166	1,24	0,16	0,02	0,02	0,001	0,051	0,0309	0,186	0,015	0,0151	0,0027

Plan	o XY	Plan	no YZ	Plano XZ		
D (µm)	TG (ASTM)	D (µm)	TG (ASTM)	D (µm)	TG (ASTM)	
17 14+1 86	8 78	16 77+1 25	8 84	16 86+0 61	8 83	

Tabla II. Valores de tamaño de grano para los diferentes planos de la estructura inicial Table II. Grain size values for the different planes in the initial material

3.2. Establecimiento de las condiciones de estudio

Antes de llevar a cabo los tratamientos térmicos que permitirán evaluar la influencia de los elementos de microaleación sobre los cambios que tienen lugar en el tamaño de grano de la fase austenítica, se ha realizado un barrido de temperaturas entre 850 °C y 1.300 °C a tiempo constante de 30 min. Así, se puede establecer el rango de temperaturas sobre el que es interesante realizar el estudio del crecimiento de grano en la fase austenítica.

Debido a las posibles diferencias entre los tres planos de laminación se han estudiado los tamaños de grano para cada uno de estos planos. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 2, donde se representan los tamaños de grano frente a la temperatura para cada uno de los planos.

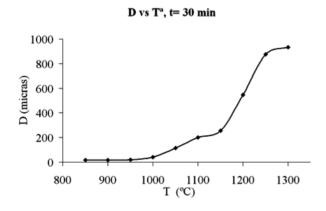


Figura 2. Representación del tamaño de grano (D) en función de la temperatura y a tiempo de tratamiento 30 min, siendo la misma para los tres planos del acero laminado.

Figure 2. Evolution of the grain size (D) with the temperature for heat treatments during 30 minutes. The same behavior is observed for the tree planes of the as-rolled steel.

A partir de la figura 2 se observa, cómo el tamaño de grano para cada uno de los planos presenta los mismos valores y el mismo comportamiento en función de la temperatura a la que se lleva a cabo el tratamiento. Por ello, en el estudio posterior sólo se trabajará con uno de los tres planos.

Otro hecho observable es que el tamaño de grano inicial (17 mm para los 3 planos) es superior al tamaño de grano obtenido mediante el primer tratamiento térmico, hecho que implica que la estructura del acero inicial no estaba suficientemente recristalizada y que presentaba una considerable densidad de dislocaciones, suficiente como para que el proceso de recristalización tuviera lugar.

A partir de los valores obtenidos y con ayuda de la figura 2, se observa que entre 850 °C y 1.000 °C no se produce crecimiento de grano (el valor del tamaño de grano permanece, prácticamente, constante). Cuando alcanzamos la temperatura de 1.000 °C, empieza a producirse el crecimiento, hasta el punto que, a 1.300 °C, el grano austenítico ya ha crecido considerablemente.

Debido a que el crecimiento no se produce hasta los 1.000 °C, el rango de temperaturas escogido para realizar el estudio exhaustivo sobre el crecimiento de grano austenítico será de 1.000 °C a 1.300 °C.

3.3. Análisis del crecimiento de grano

Se han realizado tratamientos térmicos a temperaturas entre 1.000 y 1.300 °C y tiempos entre 5 y 180 min. El plano observado en todas las medidas ha sido el plano YZ. Sólo se ha observado uno puesto que en el rastreo de temperaturas se observó que los tres planos tenían un comportamiento similar frente al crecimiento de grano.

3.3.1. Observación microscópica

A continuación, se describe la evolución del tamaño de grano en función del tiempo, a partir de la observación por microscopia óptica realizada (Tabla III):

Tabla III. Valores de TG_{normal} y TG_{anormal} obtenidos por ajuste log-normal de las curvas de distribución y de las diferencia relativas definidas éstas como (TG_{anormal}-TG_{normal})/TG_{normal}. Se muestran resaltados los valores para los que tiene lugar crecimiento anormal

Table III. TG_{normal} y $TG_{anormal}$ values obtained from the log-normal distribution and the Relative Differences (DR = $(TG_{anormal}^{}-TG_{normal}^{})$). There are highlighted the values for abnormal grain growth

Tiempo (min)									
TG (μm) y DR 5 10 15 30 60 90 120									
Temperatura (°C)									
1.000 °C	TĠNormal	20	23	27	38	106	107	118	124
	TGAnormal	41	46	47	61	191	204	205	220
	DR	1,000	0,946	0,744	0,626	0,801	0,777	0,738	0,773
1.050 °C	TGNormal	27	92	97	114	148	172	176	186
	TGAnormal	54	129	131	172	184	216	227	241
	DR	0,984	0,396	0,354	0,508	0,243	0,253	0,290	0,300
1.100 °C	TGNormal	115	179	189	197	318	405	415	422
	TGAnormal	220	236	238	241	359	546	795	805
	DR	0,911	0,316	0,260	0,219	0,127	0,347	0,915	0,909
1.150 °C	TGNormal	200	216	237	246	437	516	608	634
	TGAnormal	246	269	387	441	542	986	1.175	1.221
	DR	0,231	0,247	0,633	0,791	0,241	0,910	0,932	0,926
1.200 °C	TGNormal	298	359	456	499	560	732	798	834
	TGAnormal	563	630	809	947	1.007	1.118	1.261	1.300
	DR	0,888	0,756	0,774	0,897	0,798	0,527	0,581	0,558
1.250 °C	TGNormal	532	631	860	863	895	900	940	968
	TGAnormal	797	1.096	1.103	1.157	1.184	1.280	1.457	1.550
	DR	0,498	0,737	0,283	0,341	0,293	0,423	0,550	0,601
1.300 °C	TGNormal	808	821	853	874	898	903	934	971
	TGAnormal	1.039	1.147	1.169	1.326	1.419	1.521	1.565	1.687
	DR	0,286	0,397	0,370	0,517	0,580	0,685	0,676	0,738

- 1.000 °C: A tiempos cortos (5-60 min), el tamaño de grano se mantiene prácticamente constante siendo heterogéneo para los primeros tiempos y homogéneo a tiempos algo más largos. Cuando el tiempo es suficientemente grande (a partir de los 60 min) se produce un crecimiento de grano, dando un mayor tamaño con morfología homogénea alcanzándose un estado estacionario para tiempos más largos, permaneciendo prácticamente constante, pero manteniéndose siempre la morfología homogénea. Por tanto, se puede concluir que el tiempo de 60 min supone la frontera entre un tamaño de grano menor que con el tiempo de tratamiento tiende a homogeneizarse y otro tamaño de grano superior que pasa a ser de tipo heterogéneo.
- 1.050 °C: A tiempos cortos de 5 min, el tamaño de grano es heterogéneo y para tiempos más largos su va aumentando de forma homogénea, hasta los 90 min, a partir del cual se mantiene prácticamente constante. Por tanto, se puede concluir que el tiempo de 90 min supone la frontera a partir de la cual el crecimiento de grano tiende a estabilizarse.
- 1.100 °C: Igual que para la temperatura anterior aparecen dos comportamientos diferentes. A tiempos cortos de 5 min, vuelve a observarse crecimiento heterogéneo y, para tiempos superiores, se observa como el grano va aumentando de tamaño de forma homogénea.
- 1.150 °C: A esta temperatura, no se observa crecimiento heterogéneo hasta tiempos largos (a partir de los 90 min). Además, a

- partir de los 60 min, se da un crecimiento brusco del tamaño de grano.
- 1.200 °C: A esta temperatura, a diferencia de las anteriores, a los 5 min, ya se observa un tamaño de grano que ha crecido de forma homogénea. A lo largo de los diferentes tiempos se produce un crecimiento de grano, observándose que a partir de los 90 min se produce un mayor crecimiento de grano.
- 1.250 °C: El comportamiento observado es exactamente igual al anterior con la diferencia de que el grano es algo mayor y que el salto brusco se da a tiempos menores (30 min). El crecimiento es homogéneo en todos los tiempos de tratamiento.
- 1.300 °C: A esta temperatura, a los 5 mins ya se observa un gran crecimiento de los granos, obteniéndose un valor prácticamente constante a lo largo del tiempo. El crecimiento observado es homogéneo.

3.3.2. Cálculos estadísticos

Tal y como se ha señalado y se muestra en la figura 3, la observación microscópica permite diferenciar entre dos tipos de distribuciones:

- Homogénea: Donde el tamaño de grano es uniforme a lo largo de toda la muestra, situación que debe corresponder al fenómeno de crecimiento normal.
- Heterogénea: Donde el tamaño de grano no es uniforme y aparecen unidades muy grandes junto a otras muy pequeñas, situación que

debe corresponder al fenómeno de crecimiento anormal.

Sin embargo, la observación microscópica, aunque imprescindible, no proporciona más que un criterio cualitativo de separación entre ambos mecanismos, el de crecimiento normal y anormal. Se hace necesario, pues, un análisis más riguroso, que involucre la estadística, para llegar a establecer un criterio cuantitativo que permita asegurar de forma inequívoca cuándo se produce el crecimiento anormal.

A partir de las micrografías obtenidas por microscopia óptica de cada tratamiento realizado, se lleva a cabo la medida del tamaño de grano con la ayuda de un programa informático, tal y como se describe en el método experimental.

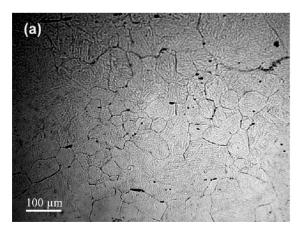
Con los tamaños de grano obtenidos se realiza un estudio estadístico, determinando los valores de:

- TGNormal: media de la distribución de los valores de log D.
- TGAnormal: media del conjunto de valores que superan el valor de la media de la distribución normal más dos veces su desviación estándar. En caso de que ningún valor lo supere se cogerá como TGAnormal el valor máximo de tamaño de grano.

Para cada tratamiento se han realizado las distribuciones logarítmicas.

En las distribuciones se muestra que tanto aquellas distribuciones catalogadas como heterogéneas en la observación microscópica como las homogéneas se ajustan a una curva log-normal y, por tanto, las diferencias deberán buscarse mediante el estudio de la cola derecha de las distribuciones obtenidas.

El análisis de las curvas de frecuencia permite obtener los valores de tamaño de grano normal y



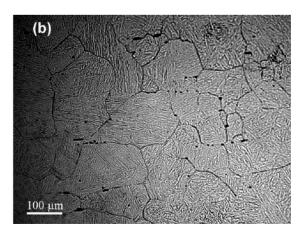


Figura 3. Micrografias que muestran los dos tipos de crecimiento: (a) Crecimiento heterogéneo (1.000 °C, 5 min) y (b) Crecimiento homogéneo (1.050 °C, 60 min).

Figure 3. Micrographs showing the two types of grain growth: (a) Heterogeneous grain growth (1000 °C, 5 min) and (b) Homogeneous grain growth (1050 °C, 60 min).

anormal, a través de los cuales se puede realizar el cálculo de las diferencias relativas DR (Ec. (1)).

Se observa la presencia de un tamaño de grano normal y anormal para todas las condiciones ensayadas, aunque esto no implica que se produzca crecimiento anormal en todos los casos, sino que es una herramienta de cálculo que, posteriormente, permitirá establecer un criterio de crecimiento anormal a través de la combinación de la observación microestructural con el cálculo del valor de las diferencias relativas.

El conjunto de los resultados obtenidos aparece resumido en la tabla III, destacando los valores de las diferencias relativas para los que se ha observado la presencia de crecimiento heterogéneo mediante microscopia óptica y, por tanto, la presencia de crecimiento anormal.

Un hecho a destacar es que los valores obtenidos a 30 min, para cualquier temperatura, se corresponden bien a los que ya se habían determinado en el rastreo de temperaturas, hecho que marca una fiabilidad de los resultados y el método usado para su determinación.

3.4. Condición de crecimiento anormal

A partir de los resultados obtenidos y para facilitar la interpretación de los resultados, se han realizado diferentes tipos de representaciones.

3.4.1. Representación del tamaño de grano frente a la temperatura para los diferentes tiempos

La figura 4 muestra las tendencias más significativas de la relación entre el tamaño de grano frente a la temperatura, para alguno de los tiempos de tratamiento térmico.

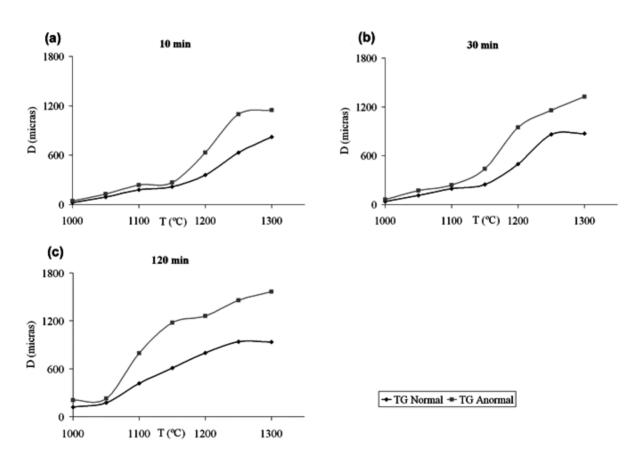


Figura 4. Representación del TGNormal y TGAnormal en función de la temperatura para los diferentes tiempos de tratamiento térmico mostrando las tendencias básicas: (a) 10 min, (b) 30 min y (c) 120 min.

Figure 4. Relationship between the grain size (TGNormal and TGAnormal) and the Temperature for the different times of heat treatment showing the principal tendencies: (a) 10 minutes, (b) 30 min and (c) 120 min.

Mediante este tipo de representaciones se observa que las curvas para crecimiento normal presentan una tendencia sigmoidal, es decir, el tamaño de grano crece lentamente hasta los 1.150 °C a tiempos cortos (hasta los 10 min), hasta 1.100 °C a tiempos medios (de 15 a 60 min) y hasta los 1.050 °C a tiempos mayores (de 90 a 180 min), temperaturas a partir de la cuales se produce un crecimiento abrupto, seguido de un crecimiento lento.

Las curvas para crecimiento anormal, sin embargo, muestran un comportamiento distinto. Inicialmente, éstas y las de crecimiento normal se mantienen prácticamente paralelas, hasta el punto en que $TG_{anormal}$ se separa de TG_{normal} , a partir de los 1.150 °C para tiempos cortos (5-15 min) y de los 1.100 °C para tiempos mayores.

3.4.2. Representación del valor de los tamaños de grano en frente al tiempo para cada temperatura

En la figura 5 se representa el valor de los tamaños de grano en función de los diferentes tiempos para algunas de las temperaturas de tratamiento estudiadas (mostrando las principales tendencias observadas) donde se puede apreciar que, a tiempos largos, la temperatura a la que tiene lugar el crecimiento de grano disminuye, hecho relacionado con la cinética de disolución de los precipitados.

Con este tipo de representaciones se puede observar que para todos los tratamientos realizados, exceptuando el correspondiente a una temperatura de 1.300 °C, el tamaño de grano presenta dos magni-

tudes diferenciadas. Así, nos encontramos con un tiempo a partir del cual se produce un crecimiento brusco que marca la separación entre dos intervalos claramente diferenciados por el valor que adopta el tamaño de grano de la fase austenítica. En cada uno de estos intervalos apenas tiene lugar un crecimiento del grano. El tiempo de tratamiento para el cual se produce este salto brusco en la morfología del grano, es diferente para cada temperatura, pero suele producirse a tiempos cortos (entre 10 y 15 min), exceptuando la temperatura menor en la que no tiene lugar hasta los 30 min.

A 1.300 °C este crecimiento en dos rangos no se produce, sino que incluso para los tiempos más cortos, el grano ya presenta un valor elevado con un crecimiento posterior muy suave. Así, pues, el crecimiento de grano se origina a tiempos de tratamiento mucho menores a los estudiados. El hecho de que, incluso a tiempos cortos, se alcance un valor elevado en el tamaño de grano, es debido a que a esa temperatura deben quedar pocos precipitados y la razón de que el crecimiento de grano sea apenas apreciable se debe a que al tener un tamaño de grano elevado, la velocidad de crecimiento es pequeña.

Otro hecho destacable es que para todas las temperaturas estudiadas, las curvas para TG_{anormal} y TG_{normal}, exceptuando algún punto, permanecen prácticamente paralelas aunque, eso sí, a partir del tiempo en el que observamos el salto brusco en el valor de TG, ambas curvas están más separadas que para tiempos menores. Además, la interpretación de las gráficas obtenidas a partir del cálculo estadístico está en concordancia con los comentarios efectuados a partir de la observación microscópica.

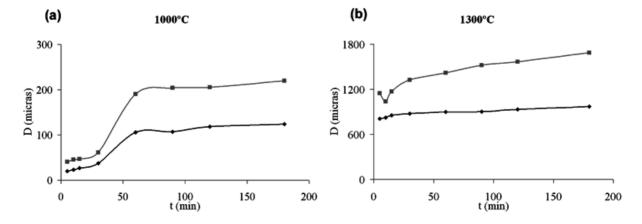


Figura 5. Representación del TGNormal y TGAnormal en función del tiempo para diferentes temperaturas de tratamiento térmico mostrando las tendencias básicas: (a) 1.000 °C y (b) 1.300 °C.

Figure 5. Relationship between the grain size (TGNormal and TGAnormal) and the time for different temperatures of heat treatment showing the principal tendencies: (a) 1000 °C and (b) 1300 °C.

3.4.3. Representación del valor de los Diferencias Relativas en frente de la temperatura para cada uno de los tiempos

Con la finalidad de obtener un criterio cuantitativo se han representado los valores de las diferencias relativas, en función de la temperatura, para cada uno de los tiempos de tratamiento. Algunas de las representaciones más significativas de las diferentes tendencias se muestran en la figura 6.

En estas representaciones se observa cómo aparece un máximo con un valor semejante de DR, situado a 1.200 °C para los tratamientos de menor tiempo (de 5 a 60 min) y a 1.150 °C para tiempos mayores (a partir de 90 min).

Estos picos observados se corresponden con zonas de crecimiento anormal, es decir, zonas en las que se ha producido la disolución de los precipitados causantes del efecto del afino de grano^[8] Cuando a una determinada temperatura se sobrepasan los picos, el valor de estas diferencias decrece hasta alcanzar un valor constante.

Por tanto, combinando la observación metalográfica que indicaba cuando se producía crecimiento homogéneo y heterogéneo, se puede establecer el criterio de crecimiento anormal: la condición de crecimiento anormal de grano es aquella que cumple DR > 0,9, puesto que se encuentra que es el valor límite por debajo del cuál no se aprecia crecimiento anormal.

Es interesante comentar que si se tuviera una aleación ideal con un único tipo de precipitado, en el momento de finalizarse el proceso de disolución de dicho precipitado, cabría esperar un aumento en el tamaño de grano de la matriz, produciéndose un crecimiento libre de ésta, de manera que la heterogeneidad de la matriz desaparecería y el crecimiento anormal pararía.

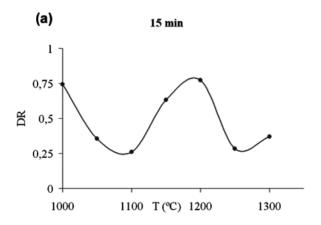
En el caso del presente estudio, la matriz no puede crecer de forma libre debido a la presencia de otras fases adicionales, puesto que en este caso no hay un único precipitado presente debido a la existencia de diferentes elementos de aleación (vanadio y aluminio) capaces de formar diversos nitruros, carburos y carbonitruros (causantes del endurecimiento y afino de grano de este tipo de aceros).

Así pues, el comportamiento del grano después del máximo (a una misma temperatura) puede ser asimilado al de una matriz libre de partículas de forma que los granos podrán crecer, aunque dicho crecimiento sólo puede progresar hasta el tamaño de grano determinado por los precipitados todavía presentes tras el fenómeno de crecimiento anormal.

En el razonamiento anterior se ha destacado la importancia que tiene la estabilidad de los precipitados en el fenómeno de crecimiento anormal, por tanto, se hace necesario conocer cuál es la solubilidad de los carburos y nitruros de los microaleantes de este acero con el fin de establecer relaciones entre la solubilidad de éstos y la aparición de crecimiento de grano anormal.

3.5. Análisis según modelo de carburos y nitruros simples

La aparición del crecimiento anormal guarda estrecha relación con la disolución de los precipitados presentes en la matriz del acero estudiado y se ve limitado si existe la presencia de otro tipo de precipitados,



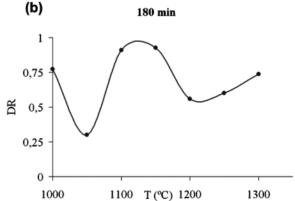


Figura 6. Representación de DR en función de la temperatura para diferentes tiempos de tratamiento térmico mostrando las tendencias básicas: (a) 15 min y (b) 180 min.

Figure 6. Relationship between the relative differences (DR) and the temperature for different times of heat treatment showing the principal tendencies: (a) 15 min and (b) 180 min.

puesto que éstos siguen actuando como controladores del tamaño de grano. Por este efecto de la estabilidad de los diferentes precipitados sobre el tipo de crecimiento observado, es conveniente realizar un estudio detallado del producto de solubilidad de carburos y nitruros simples en austenita. Dicho estudio teórico se ha realizado a partir del modelo de carburos y nitruros simples, calculando los productos de solubilidad para los diferentes precipitados existentes en la matriz del acero a estudiar a través de los parámetros que se listan en la tabla IV.

La fórmula del producto de solubilidad empleado es^[8]:

$$K_{MX} = C \times 10^{8 - \frac{A}{T}} = \frac{(Fe)^2}{\times (M) \times (X)} = [M_a] \times [X_a]$$
 (6)

a partir de la cual se puede determinar que:

$$T = \frac{A}{-\log \frac{M\%(Fe)}{100(M)} - \log \frac{X\%(Fe)}{100(X)} + \log \frac{(Fe)^2}{10^4(M)(X)} + B}$$
 (7)

Conociendo A y B (dados por la Tabla IV) y la concentración de carbono y nitrógeno presentes (X %), se pueden elaborar tablas en las que variando la concentración de elementos de microaleación (M %) se obtenga la temperatura de solubilidad por sustitución en la ecuación (7). La representación de estos valores se muestra en la figura 7 dónde se reproducen las curvas de solubilidad de los compuestos formados por los microaleantes en este acero. Así, para la composición particular del acero objeto de estudio se hallan las temperaturas de solubilización que se resumen en la tabla V.

El análisis conjunto de los valores de DR ya analizados y de las temperaturas de solubilización de los distintos precipitados presentes, permite apreciar la

Tabla IV. Parámetros A y B empleados para el cálculo de la solubilidad de carburos y nitruros en austenita

Table IV. A and B parameters to determine the solubility of carbides and nitrides in austenite

COMPUESTO	Α	В
AIN	6.770	1,03[8]
VC VN	9.500 8.330	6,72 ^[9] 3,4 + 0,12(%Mn) ^[10]

Tabla V. Temperaturas de solubilización para cada uno de los precipitados formados en el acero 16Mn4

Table V. Temperature of solubilitation for the precipitates present in the 16Mn4 steel

COMPUESTO	VN	AIN	VC	
$T_{solub}(^{\circ}C)$	1.134	1.341	1.081	

presencia de crecimiento anormal en los siguientes casos:

— 1.000 °C y 1.050 °C: A estas temperaturas se produce crecimiento anormal de grano para los menores tiempos de tratamiento estudiados (5-10 min, en el caso de los 1.000 °C y 5 min, para 1.050 °C). Por lo tanto existen dos tipos de comportamiento: a "tiempos largos" no se observa crecimiento anormal debido a la ausencia de precipitados dentro de la muestra que solubilicen a esta temperatura según el modelo utilizado, mientras que a "tiempos cortos" el crecimiento anormal se atribuye a la texturización del material de partida, produciéndose una recristalización en aquellas zonas del material en las que se da un 20 % de deformación. Esta recristalización en determinadas zonas provoca que aparezca una anormalidad en el crecimiento de grano, con un valor de tamaño de grano similar al de la estructura

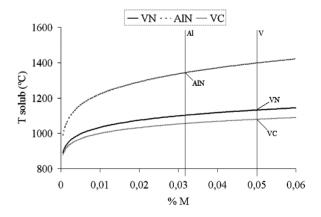


Figura 7. Curvas de solubilidad de los carburos y nitruros microaleados para el acero 16Mn4.

Figure 7. Solubility curves of the carbides and nitrides of the microalloying elements for the 16Mn4 steel.

- laminada inicial (combinación del tamaño de grano recristalizado de 10 micrómetros y el tamaño de grano no recristalizado de magnitud superior).
- 1.100 °C: El crecimiento anormal aparece para tiempos cortos (5 min) y para tiempos largos (a partir de los 120 min) de tratamiento. Así pues se puede diferenciar entre dos comportamientos: a "tiempos largos" la presencia de crecimiento anormal se halla condicionada a la disolución de los precipitados de nitruro de vanadio (VN), puesto que según el modelo termodinámico de Irvine^[11] su temperatura de disolución es 1.134 °C, mientras que a "tiempos cortos" aparece un tamaño de grano heterogéneo con origen en la cinética del proceso (al llevarse a cabo el cálculo de la temperatura de disolución de los precipitados mediante un modelo termodinámico, no se contemplan los aspectos cinéticos debidos a la inercia térmica, fenómeno ocasionado por la naturaleza del propio método experimental, puesto que las probetas se introdujeron en el horno directamente a la temperatura de austenización estando, por lo tanto, sometidas a elevadas velocidades de calentamiento. Así pues, debido a que la solubilización de precipitados es un proceso que lleva asociada una determinada cinética, cabe atribuir el crecimiento anormal a un compuesto con una temperatura de disolución inferior a la de tratamiento (aunque próxima a ésta). Así, en este caso se asigna este comportamiento al carburo de Vanadio (VC), con una temperatura de solubilización de 1.080 °C^[10], de manera que a
- 1.100 °C éstos deberían estar completamente disueltos. Este fenómeno es debido a la sobresaturación transitoria de dichos precipitados en la matriz producido por la inercia térmica del proceso).
- 1.150 °C: a tiempos cortos no se observa un crecimiento anormal por lo que se ha perdido el efecto de la texturización inicial del material. El crecimiento anormal aparece sólo para tiempos largos (a partir de los 90 min), de manera que, en este caso, se asigna este comportamiento al nitruro de vanadio, con una temperatura de solubilización de 1.134 °C^[11].
- 1.200 °C, 1.250 °C y 1.300 °C: para estas temperaturas de tratamiento no se observa crecimiento anormal puesto que no existen precipitados con una temperatura de solubilización en este rango.

Merece mención, una vez más, que no se ha tenido en cuenta la posibilidad de formación de carbonitruros mixtos de los elementos de microaleación y es, por ello, que algunos de los comportamientos observados no se han podido justificar correctamente (en el caso del crecimiento anormal a 1.250 °C que indica la solubilización de algún tipo de precipitado, aunque no se corresponde con ningún compuesto simple).

3.6. Estudio de la dureza para cada tratamiento térmico realizado

En los apartados anteriores se ha observado que, tras los tratamientos térmicos realizados, se

Tabla VI. Microdurezas HVN_{300g} obtenidas para cada uno de los tratamientos de austenización realizados.

	Tiempo (min)							
HVN _{300g}	5	10	15	30	60	90	120	180
Temperatura (°C)								
1.000	545±4	550±11	553±9	547±6	539±5	529±9	532±10	529±5
1.050	523±6	515±6	519±11	505±10	502±5	506±3	495±9	484±6
1.100	502±5	515±3	506±8	485±4.5	481±6	475±10	472±8	468±13
1.150	489±5	492±10	479±9	481±6	465±7	459±10	455±14	444±10
1.200	488±15	467±11	455±9	458±12	441±7	438±5	436±13	440±5
1.250	443±5	438±2	429±5	425±7	419±8	420±11	411±12	416±15
1.l300	409±15	417±10	402±9	413±5	406±9	419±7	413±10	399±14

Table VI. Microhardness HVN_{300q} values for the different heat treatments.

obtienen variaciones en el tamaño de grano austenítico. Ahora, cabe plantearse si estos cambios afectan de algún modo a alguna propiedad tecnológica del material.

Puesto que la dureza es la propiedad más fácilmente caracterizable, se ha procedido a la evaluación de la microdureza de todas las piezas obtenidas tras los diversos procesos de austenización realizados. Los resultados obtenidos por ensayos de microdureza Vickers a 300 g, son los que aparecen listados en la tabla VI.

Estos resultados muestran que el valor de la microdureza oscila entre 550 HVN $_{300g}$ para los tratamientos a menor temperatura y tiempos más cortos, y 400 HVN $_{300g}$ para aquellos tratamientos sometidos a condiciones más agresivas.

Para relacionar de forma más precisa los valores de microdureza obtenidos con el tamaño de grano, se representan los valores del tamaño de grano en función de la microdureza (Fig. 8).

En la representación mostrada en la figura 8 se observa que cuando el tamaño de grano austenítico disminuye, los valores de dureza aumentan, siguiendo dicha relación un comportamiento lineal, tal y como muestra la ecuación presentada en el gráfico, de acuerdo con la relación de Hall-Petch. La representación de los valores de microdureza obtenidos para cada tratamiento realizado con respecto al tamaño de grano muestra una ley lineal, donde al aumentar el tamaño de grano disminuye la dureza (HVN).

La ecuación obtenida para el acero estudiado es:

$$HVN_{300q} = -0.1314D + 529.89$$

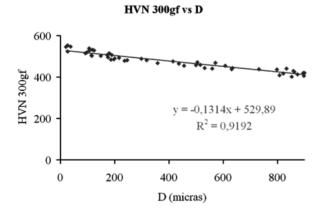


Figura 8. Valores del tamaño de grano austenítico en función de la microdureza para los diferentes tratamientos térmicos realizados.

Figure 8. Relationship between the austenitc grain size and the HVN_{300g} for the different heat treatments.

En esta ecuación, la ordenada en el origen corresponde al valor de la microdureza de las muestras con tratamientos de austenización a baja temperatura y tiempos cortos. La pendiente negativa (indicio de que como ya es de suponer la dureza aumenta al disminuir el tamaño de grano) presenta un valor pequeño, hecho que hace pensar en la presencia de algún precipitado endurecedor de la matriz.

6. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados y la discusión realizada se concluye acerca de la caracterización del proceso de crecimiento del grano austenítico que:

- En función de la temperatura se han identificado dos tipos de crecimiento de grano, homogéneo (asociado a un crecimiento de grano normal) y heterogéneo (asociado al crecimiento anormal o recristalización secundaria). Se ha caracterizado la condición de crecimiento anormal para un valor del parámetro de heterogeneidad superior a 0,9.
- Para todos los tiempos de tratamiento se cumplen dos intervalos de crecimiento con diferente magnitud en el valor del tamaño de grano, produciéndose un salto brusco a una temperatura de 1.150 °C para tiempos cortos (5-10 min), de 1.100 °C para tiempos medios (15-60 min) y de 1.050 °C para tiempos largos (a partir de 60 min).
- El tratamiento térmico óptimo mediante el cual se consigue un menor tamaño de grano homogéneo es el realizado a 1.000 °C durante 15 min.
- A tiempos de tratamiento cortos (5-10, imutos) y temperaturas menores (1.000-1.050 °C) se observa anormalidad en el tamaño de grano que viene originada por la texturización del material de partida que provoca una recristalización (tamaño de grano de 10 mm) en determinadas zonas del material (aquellas, con un 20% de deformación), mientras que en otras se produce crecimiento de grano.
- Para la temperatura de 1.100 °C y tiempos cortos (control cinético) el crecimiento anormal es debido a la disolución de precipitados de VN (1.134 °C) por efecto cinético. Durante tratamientos prolongados (control termodinámico) y temperaturas de 1.100 °C y 1.150 °C, la aparición de crecimiento anormal se asigna a la disolución de los precipitados de VC (1.080 °C) y de VN (1.134 °C), respectivamente. A las temperaturas de 1.200, 1.250 °C y 1.300 °C no se produce crecimiento anormal para ninguno de

- los tiempos, puesto que no existe ningún precipitado que solubilice a esta temperatura según el modelo de carburos y nitruros simples.
- El análisis de carburos y nitruros simples constituye una buena aproximación para dar explicación al proceso de crecimiento anormal.

Agradecimientos

Los autores quieren agradecer al Prof Asensio de la Universidad de Oviedo por el suministro del material de partida, así como a la Generalitat de Catalunya por la Beca FI otorgada a Silvia Illescas (2003FI00470).

REFERENCIAS

[1] A. AL OMAR, A. CHENAOUI, R. DKIOUAK, J.M CABRERA Y J.M. PRADO, Rev. Metal. Madrid 42 (2006) 103-113.

- [2] D. SAN MARTÍN, F. G. CABALLERO, C. CAP-DEVILA Y C. GARCÍA-DE-ANDRÉS, Rev. Metal. Madrid 42 (2006) 128-137.
- [3] T. KATAJARINNE, M. SOMANI, P. KARJALAINEN Y D. PORTER, Rev. Metal. Madrid 40 (2004) 329-334.
- [4] S.F. MEDINA, M. CHAPA, M. GÓMEZ, A. QUISPE, V. LÓPEZ Y B. FERNÁNDEZ, Rev. Metal. Madrid 39 (2003) 408-417.
- [5] G.E. BOX, W.G HUNTER Y J.S. HUNTER, Statistics for Experimenters, Ed John Wiley & Sons, New York, EE.UU. 1978.
- [6] J.M. CABRERA, A. AL OMAR Y J.M. PRADO, Rev. Metal. Madrid 31 (1995) 3-13.
- [7] C.J. TWEED, N. HANSEN Y B. RALPH, Metallography 18 (1985) 115-127.
- [8] T.GLADMAN, The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels, *The Institute of Materials*, London, Inglaterra, 1997.
- [9] W.C. LESLIE, R.L. RICKETT, C.L. DOTSON Y C.S. WALTON, *Trans ASM* 46 (1954) 1.470.
- [10] K. NARITA, Trans. ISIJ 15 (1975) 145.
- [11] K.J. IRVINE, F.B. PICKERING Y T. J. GLADMAN, *Iron Steel Inst.* 205 (1967) 165.