



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

PROF. JORGE A. SABATO

**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN
COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA**

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

**EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL
DE ACEROS AL Cr – Mo
DURANTE LA LAMINACIÓN
EN CALIENTE**

Jorge I. Besoky

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”

Evolución Microestructural de Aceros al Cr-Mo durante la Laminación en Caliente ^(*)

Por Ing. Jorge Ignacio Besoky

Directores

**Ing. Teresa E. Pérez
Dr. Gonzalo R. Gómez**

(*) Tesis para optar al título de Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales

República Argentina

2012



*A Luisina por su amor incondicional,
a Susana, Bocha, Juan y Eli.*

Prefacio

El presente trabajo de tesis para obtener el título de Magister en Ciencia y Tecnología de los Materiales, del Instituto de Tecnología “Profesor Jorge A. Sábato”, se realizó en los laboratorios del Departamento de Metalurgia del sector de Investigación y Desarrollo de Tenaris-Siderca. Por este motivo antes que nada quisiera agradecerles a la Ing. Teresa Pérez y al director de la Maestría Dr. Ricardo Carranza por todo el tiempo y esfuerzo dedicado para que esto me fuera posible. También agradecerles a todas las personas que se encontraron involucradas en este convenio por su ardua dedicación.

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a:

Mis directores de tesis la Ing. Teresa Pérez y al Dr. Gonzalo Gómez, por su compromiso, guía, experiencia y sinceridad sobre todo.

Al Ing. Ramiro Mazzina, por su colaboración en los ensayos termomecánicos y consultas permanentes.

A todo el Departamento de Metalurgia del Sector de Investigación y Desarrollo de Tenaris-Siderca.

A mis compañeros de maestría.

A todo el personal administrativo tanto del Instituto Sábato como de Tenaris-Siderca.

Resumen

La gran mayoría de los modelos metalúrgicos que describen la evolución microestructural durante la laminación en caliente tratan sobre productos planos y aceros con bajo contenido de carbono, sin embargo hay muy poca información para las químicas utilizadas en la industria petroquímica y para las condiciones específicas de la laminación de tubos sin costura. La utilización de un modelo validado que explique la evolución microestructural durante la laminación en caliente, teniendo en cuenta principalmente los mecanismos de recrystalización estática y crecimiento de grano, es una herramienta muy útil para evaluar cómo afectarán las distintas variables del proceso al grado del refinamiento de la microestructura y, por lo tanto, a las propiedades finales del producto.

En esta tesis se evaluó la evolución microestructural de un acero de medio carbono al Cr-Mo, del tipo 4130, con adiciones de microaleantes, durante y luego de la deformación en caliente (rango austenítico de temperaturas). Primero se estudió la resistencia a la deformación en caliente del material a través de varias compresiones variando la velocidad de deformación y temperatura. Luego se obtuvo la fracción de ablandamiento posterior a la deformación, que es una medida del avance de la recrystalización a través del método del *double hit*. Se analizaron distintas condiciones microestructurales iniciales (Nb en solución y Nb precipitado) para temperaturas de deformación entre 1200°C y 950°C.

Para algunas de las condiciones estudiadas con Nb previamente solubilizado se observó un plateau en la cinética de ablandamiento, que fue tentativamente asociado a la reducción en la movilidad de borde de grano por la precipitación del microaleante.

Por último se determinaron metalográficamente el tamaño de grano inicial previo a la deformación, el completamente recrystalizado y el sometido a un posterior crecimiento.

A partir de los resultados experimentales se logró ajustar el modelo para calcular con una muy buena precisión las curvas de tensión-deformación. Con el tiempo para el 50% de recrystalización y con el ajuste de los exponentes de las variables del proceso fue posible reproducir las cinéticas de ablandamiento. Con el modelo de Dutta-Sellars para la precipitación de (C,N)Nb se logró asociar el comienzo de la precipitación con el inicio del *plateau* observado en las cinéticas de ablandamiento. Los ajustes del modelo microestructural para determinar el tamaño de grano luego de la recrystalización y para su posterior crecimiento a alta temperatura también fueron satisfactorios.

Abstract

Many metallurgical models that describe the microstructural evolution during hot rolling have been developed. Most of them were devoted to plain carbon low alloy steels during strip and plate rolling. However, regarding seamless tubes and the specific chemistries used in the petrochemical industry there is almost no published information. The use of a validated model that explains the microstructural evolution during hot rolling of seamless pipes, principally taking into account the static recrystallization and grain growth mechanisms, it is a very useful tool to evaluate the influence of the different variables of the process on the microstructural refinement, and thereafter on the final product properties.

In this thesis the microstructural evolution during and after hot deformation in the austenitic range was analyzed for a medium carbon Cr-Mo steel (very similar as ASTM 4130) with microalloying additions. Firstly, the material resistance to hot deformation was studied through several compression tests, varying strain rate and temperature. Then, the softening kinetic after deformation, which is a measure of the extent of recrystallization, was obtained using the double hit method. Two initial conditions (Nb in solution and Nb precipitated) were analyzed for deformation temperatures between 1200°C and 950°C.

In some double hit tests, with Nb in solid solution prior to deformation, a plateau was observed in the softening rate. It was initially ascribed to a reduction of the grain boundary mobility due to strain induced Nb precipitation.

Finally, grain sizes before deformation, after recrystallization and grain growth were studied by metallographic methods.

From the above mentioned results, a microstructural model to calculate the stress-strain curves was adjusted, presenting very good agreement with experiments. From the experimental times to 50% recrystallization it was adjusted a semi-empirical model to describe the softening kinetic after deformation. With the Dutta-Sellars model for (C,N)Nb precipitation, it was possible to associate the precipitation start to the beginning of the softening rate plateau observed in some double hit tests. The adjustment of the models for recrystallized grain size and the subsequent growth was satisfactory.

Contenido

1	Introducción	8
1.1	Fundamentos generales del trabajado mecánico de los metales	8
1.1.1	Fabricación de tubos sin costura	9
1.2	Interés del estudio la evolución microestructural en aceros de medio carbono al Cr-Mo.....	10
1.3	Objetivos	11
1.4	Referencias	11
2	Fundamentos teóricos.....	13
2.1	Fenómenos metalúrgicos durante el trabajado en caliente.....	13
2.1.1	Mecanismos de deformación plástica	13
2.1.2	Mecanismos de evolución microestructural.....	15
2.2	Aplicación de modelos microestructurales a condiciones reales de laminación en caliente	34
2.3	Métodos experimentales para seguir la evolución de los procesos de recristalización y crecimiento de grano.....	34
2.3.1	Método directo de cuantificación metalográfica	35
2.3.2	Métodos indirectos para la determinación de cinética de ablandamiento	37
2.4	Referencias	38
3	Procedimiento experimental.....	45
3.1	Material utilizado.....	45
3.2	Tratamientos termomecánicos	45
3.2.1	Equipo utilizado	45
3.2.2	Caracterización del comportamiento en caliente del material	46
3.2.3	Determinación de fracción de ablandamiento	47
3.2.4	Determinación de tamaño de grano.....	50
3.3	Caracterización por microscopía óptica de las muestras correspondientes al estudio de tamaño de grano.....	53
3.4	Referencias	54
4	Resultados experimentales	55
4.1	Caracterización de la resistencia a la deformación en caliente.....	55
4.2	Determinación de la cinética de ablandamiento	57
4.2.1	Métodos utilizados para la determinación de fracción de ablandamiento	57
4.2.2	Cinética de ablandamiento	59

4.3	Determinación de tamaño de grano austenítico inicial.	65
4.4	Comparación entre las condiciones I y II.	72
4.5	Determinación de tamaño de grano austenítico posterior a la recristalización	76
4.5.1	Determinación de tamaño de grano 100% recristalizado.....	76
4.5.2	Determinación de crecimiento de grano posterior a la recristalización.....	77
4.6	Referencias	78
5	Modelización y discusiones	80
5.1	Deformación en caliente.....	80
5.2	Cinética de ablandamiento.	84
5.3	Comienzo de la precipitación	92
5.4	Crecimiento y tamaño de grano	95
5.5	Referencias	97
6	Conclusiones.....	99
7	Anexo 1	102
7.1	Transformaciones isotérmicas	102
7.2	Modelo de JMAK.....	102
7.3	Referencias	104
8	Anexo 2	106
8.1	Valores en bibliografía para el ajuste del parámetro del exponente de Avrami.	106
8.2	Valores en bibliografía para el ajuste de los parámetros de las variables para el tiempo de 50% de recristalización (t_{50}).....	107
8.3	Referencias	108
9	Anexo 3	109
9.1	Error experimental.....	109
9.2	Propagación del error experimental en la tensión.	109
9.3	Propagación del error experimental en la fracción de ablandamiento.	110

1 Introducción

1.1 Fundamentos generales del trabajado mecánico de los metales

Los objetivos principales del trabajado mecánico son el cambio de forma del material y la obtención de las propiedades deseadas. Estas últimas están directamente ligadas con la microestructura del mismo; la modificación microestructural es posible mediante la acción conjunta de procesos de deformación, recuperación, recristalización, crecimiento de grano y transformación de fases.

Una de las características principales de la deformación plástica de los metales es que la tensión requerida para producir una deformación aumenta continuamente si no intervienen mecanismos de recuperación. Este incremento de la tensión se conoce como endurecimiento por deformación y se debe a que durante la deformación plástica se produce un aumento en el número de dislocaciones, que en virtud de su interacción, crean un estado interno de tensión más elevado. La influencia de los límites de grano sobre la resistencia mecánica radica en que constituyen una barrera para el deslizamiento, por lo tanto las dislocaciones se apilarán a lo largo de planos de deslizamiento en estos sitios durante las primeras etapas de deformación produciendo un aumento de la tensión. ⁽¹⁾

Existen algunos fenómenos de gran incidencia sobre el comportamiento mecánico de los metales que se producen a una temperatura relacionada con la de fusión de éstos (i.e. temperatura de recristalización de un metal puro severamente deformado en frío) ⁽²⁾. Tomando como punto de partida este hecho Ludvik propuso expresar las propiedades de los metales en función de sus temperaturas homólogas (T_h), la cual se define como

$$T_h = \frac{T_{instantánea}}{T_{fusión}} \quad 1-1$$

Es posible describir en forma cualitativa el comportamiento de los metales de acuerdo con los mecanismos de deformación, de endurecimiento y/o ablandamiento en función de la temperatura homóloga a la cual se producen. Principalmente se suele dividir el trabajado del material en procesos de trabajado en frío y procesos de trabajado en caliente.

El trabajado en frío produce un aumento en la resistencia mecánica y una disminución de la ductilidad, razón por la cual suele realizarse en varias etapas con recocidos intermedios. La resistencia mecánica aumenta en estos casos debido al endurecimiento por deformación, mecanismo que se produce por la interacción de dislocaciones entre sí y con barreras, que impiden el movimiento de las dislocaciones a través de la red cristalina.

El trabajado en caliente ocurre cuando el material se deforma a una temperatura donde simultáneamente con el fenómeno de endurecimiento por deformación ocurren mecanismos de ablandamiento, los cuales serán tratados con mayor detalle a lo largo de la tesis. En general la deformación en caliente sucede por encima de una $T_h=0,6$ y se aplican deformaciones muy elevadas (0,5 a 5) con una velocidad relativamente alta (10^{-2} a 10^3 s^{-1}). ⁽²⁾

Durante el trabajado en caliente el factor metalúrgico crítico dentro del diseño del proceso es el desarrollo de la microestructura deseada. Por este motivo durante los últimos años se ha ampliado el diseño de procesos de control y optimización microestructural para aplicaciones específicas de servicio ⁽³⁾. Un claro ejemplo de esto es el procesado termomecánico, el cual, además de modificar la forma, asegura y/o mejora las propiedades a través del control de los cambios microestructurales durante la deformación en caliente. La aplicación dentro del procesado termomecánico más utilizada es la laminación controlada de aceros microaleados, la cual involucra el cuidadoso acondicionamiento de la austenita durante la deformación en caliente para que de esta manera transforme a una ferrita de grano fino en el producto final laminado ⁽⁴⁾.

En la Figura 1.1 se observan dos procesos termomecánicos junto con la laminación en caliente convencional, método indicado con la letra A. En esta última tanto el recalentamiento, como el desbaste y la etapa de finalización se desarrollan a la temperatura más alta posible, dado que uno de los objetivos primarios es una alta productividad. Con la letra B se indica la laminación controlada, donde la etapa de fin de laminación se realiza a una temperatura donde no es posible que el material recrystalice, resultando en una microestructura austenítica muy elongada (*pancake-like*) con defectos intergranulares que transformará en una ferrita fina durante el enfriamiento. El método indicado como C consiste en la laminación controlada por recrystalización, el éxito de esta técnica consiste en no sólo lograr un tamaño de grano austenítico fino mediante sucesivas recrystalizaciones, sino también en inhibir los mecanismos de crecimiento de grano. ⁽⁵⁾

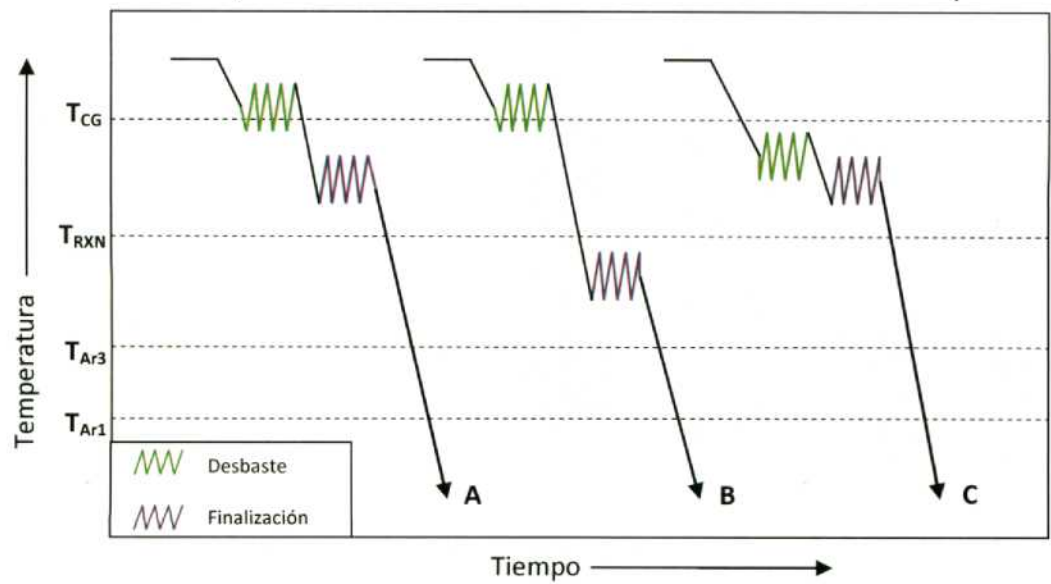


FIGURA 1.1 COMPARACIÓN DE DIFERENTES TRATAMIENTOS TERMOMECAÑICOS BASADOS EN LAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN DE LA AUSTENITA. A, LAMINACIÓN EN CALIENTE CONVENCIONAL; B, LAMINACIÓN CONTROLADA CONVENCIONAL; C, LAMINACIÓN CONTROLADA POR RECRISTALIZACIÓN. T_{CG} , TEMPERATURA DE CRECIMIENTO DE GRANO; T_{RXN} , TEMPERATURA FIN DE RECRISTALIZACIÓN; T_{Ar3} Y T_{Ar1} , TEMPERATURAS DE EQUILIBRIO DIAGRAMA FE-C.

1.1.1 Fabricación de tubos sin costura

El proceso de producción de tubos de acero sin costura en la planta de Tenaris en Campana nace de dos insumos primarios: chatarra seleccionada y mineral de hierro. El mineral de hierro pasa por un proceso de Reducción Directa para desoxidar el mineral produciendo "hierro

esponja". El hierro esponja se carga a un horno de arco eléctrico (EAF) junto con la chatarra seleccionada. Una vez que se separa la escoria, se vierten unas 80 toneladas de acero fundido (líquido) a una cuchara donde se le agregan ferro-aleaciones para conseguir la composición química deseada.

El acero líquido pasa por una máquina de colada continua donde se transforma en barras de acero con diámetros que van desde los 148mm hasta los 310mm. Estas barras son acondicionadas y preparadas para ser enviadas a los laminadores, allí son introducidas en el horno giratorio donde se calientan hasta alcanzar una temperatura de 1250°C. Al salir del horno giratorio, los tochos son perforados en el laminador perforador, quedando un semielaborado llamado "forado". Luego el forado se pasa por el laminador continuo para reducir su espesor de pared y estirarlo, obteniendo otro semielaborado llamado "esbozado". El último paso de laminación es el laminador reductor estirador, en el cual se alcanzan las dimensiones finales de diámetro y espesor del tubo.

Según el tipo de producto, hay otra etapa que consiste en el tratamiento térmico para conseguir las propiedades mecánicas requeridas. Por último, los tubos son inspeccionados (controles no destructivos) y roscados para ser despachados al cliente final.⁽⁶⁾

1.2 Interés del estudio de la evolución microestructural en aceros de medio carbono al Cr-Mo.

En los últimos años se han desarrollado varios modelos metalúrgicos que describen diferentes aspectos de la evolución microestructural durante la laminación en caliente^{(7) (8) (9) (10) (11) (12) (13) (14) (15)}. Inclusive en Tenaris REDE-AR se desarrolló un modelo para químicas y condiciones de procesos correspondientes a productos planos⁽¹⁶⁾. Dado que gran parte de la bibliografía trata sobre productos planos y aceros con bajo contenido de carbono, hay muy poca información sobre la evolución microestructural para las químicas utilizadas en la industria petroquímica. Además en la fabricación de tubos sin costura las condiciones de deformación y evolución térmica son distintas a los productos planos, imposibilitando la implementación de la laminación controlada. Sólo se ha encontrado el modelo desarrollado por Pussegoda y otros^{(17) (18)} dedicado a la laminación de tubos sin costura, el cual utiliza un programa de laminación basado en recristalización dinámica para aceros al Ti-V y Nb-V. La utilización de un modelo validado que explique la evolución microestructural durante la laminación en caliente es una herramienta muy útil para evaluar cómo afectan las distintas variables del proceso las propiedades finales del producto.

Para aplicaciones críticas en tubos de explotación de petróleo y gas, las químicas utilizadas corresponden a aceros de medio carbono al Cr-Mo, del tipo 4130, con mayor contenido de molibdeno y con posibles adiciones de microaleantes (Nb, V, Ti y B). La microestructura del producto final es martensita revenida. A través de los años se ha comprobado que estos tipos de aceros presentan un muy buen equilibrio entre las propiedades mecánicas y la resistencia a la Fisuración Bajo Tensión por Sulfhídrico (SCC, *sulfide stress cracking*). Las propiedades finales de este tipo de aceros son obtenidas mediante tratamientos de temple y revenido, sin embargo se ven afectadas por la condición microestructural a la salida de la laminación. Por

este motivo es de gran interés industrial conocer los efectos de la química y las condiciones de laminación en la evolución microestructural de la austenita.

Durante la laminación en caliente de tubos sin costura los mecanismos más influyentes sobre la evolución microestructural son la recrystalización estática y el subsiguiente crecimiento de tamaño de grano. A partir de estos fenómenos y su adecuada modelización, será posible controlar los procesos para lograr un alto grado de refinamiento de grano, manteniendo en lo posible en solución sólida ciertos microaleantes (V y Nb) que incrementan la templabilidad y endurecen por precipitación durante los tratamientos térmicos posteriores. Debido a su importancia a temperaturas de laminación en caliente, en esta tesis se evaluarán principalmente los dos mecanismos microestructurales previamente mencionados: recrystalización y crecimiento de grano.

1.3 Objetivos

El objetivo de esta tesis es caracterizar experimentalmente la evolución microestructural durante la laminación de tubos para un acero de medio carbono al Cr-Mo, enfocándose en los fenómenos de recrystalización y crecimiento de grano, para luego adaptar el modelo desarrollado previamente para productos planos por Gómez, Pérez y Moriconi⁽¹⁶⁾.

1.4 Referencias

1. Dieter, G. E. *Metallurgia mecánica*. Madrid, España : Aguilar, 1967.
2. Humphreys, F. J. y Hatherly, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd Edition. s.l. : Elsevier Ltd, 2004. 0-08-0441645.
3. Semiatin, S. L. Chapter 3 - Evolution of Microstructure during Hot Working. [book auth.] G. E. Dieter, H. A. Kuhn. and S. L. Semiatin. *Handbook of Workability and Process Design*. USA : ASM International, 2003.
4. Chapter 17 - Thermomechanical Processing by Controlled Rolling. [book auth.] G. E. Dieter, H. A. Kuhn and S. L. Semiatin. *Handbook of Workability and Process Design*. USA : ASM International, 2003.
5. DeArdo, A. J., Garcia, C. I. and Palmiere, E. J. Thermomechanical Processing of Steels . *ASM Handbook, Volume 4 - Heat treating*. USA : ASM International, 1991.
6. Tenaris. Página institucional de Tenaris. [Online] [Cited: Junio 15, 2011.] <http://www.tenaris.com.ar>.
7. Sellars, C. M. The physical metallurgy of hot working. [book auth.] C. M. Sellars and C. J. Davies. *Proc. Int. Conf, On Hot Working and Forming Processes*. s.l. : The Metal Society of London, 1980.
8. Dutta, B. and Sellars, C. M. 1987, Materials Science and Technology, Vol. 3, pp. 197-206.
9. Laasraoui, A. and Jonas, J. J. 1991, Metallurgical and Material Transactions A, Vol. 22, pp. 1545-1558.

10. Park, S. H., Yue, S. and Jonas, J. J. 1992, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 23, pp. 1641-1651.
11. Medina, S. F. and Mancilla, J. E. 8, 1996, ISIJ International, Vol. 36, pp. 1070-1076.
12. Siciliano, F. Jr. and Jonas, J. J. 2000, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31A, pp. 511-530.
13. Cho, S. H., Kang, K. B. and Jonas, J. J. 7, ISIJ International, Vol. 41, pp. 766-773.
14. Zurob, H. S., Brechet, Y. and Purdy, G. 2001, Acta Materialia, Vol. 49, pp. 4183-4190.
15. Zurob, H. S., et al. 2002, Acta Materialia, Vol. 50, pp. 3075-3092.
16. *44th MWSP Conference Proceedings*. Gómez, G., Pérez, T. and Moriconi, J. 2002. Vol. XL.
17. Pussegoda, L. N., Yue, S. and Jonas, J. J. 1990, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, pp. 153-164.
18. Pussegoda, L. N., Hodgson, P. D. and Jonas, J. J. 1992, Materials Science and Technology, Vol. 8, pp. 63-71.

2 Fundamentos teóricos

2.1 Fenómenos metalúrgicos durante el trabajado en caliente

La mayoría del trabajo utilizado en deformar un metal se libera en forma de calor y sólo una pequeña parte (cerca al 1%) permanece como energía almacenada en el material. En la mayoría de los casos esa energía almacenada proviene de la acumulación de dislocaciones; y la diferencia primordial entre los estados deformados y recocidos yace en el contenido y arreglo de las mismas. El incremento en la densidad de dislocaciones se debe principalmente al continuo atrapamiento de nuevas dislocaciones creadas durante la deformación.⁽¹⁾

Si se añaden defectos en la red (como por ejemplo: átomos intersticiales, átomos sustitucionales, vacancias y forestas de dislocaciones) o pequeños precipitados y bordes de grano, el movimiento de las dislocaciones también se verá dificultado requiriendo de esta manera una mayor tensión para continuar su deslizamiento. A partir de este principio, la habilidad de incrementar la tensión aplicada para comenzar la deformación plástica⁽²⁾, es que se generan varios mecanismos de endurecimiento.

2.1.1 Mecanismos de deformación plástica

La mayor parte de las estructuras cristalinas deforman plásticamente por medio de deslizamiento traslacional, en el cual parte del cristal desliza con respecto a la otra⁽³⁾. La resistencia teórica al deslizamiento de un metal como el hierro, se puede estimar en términos de la tensión requerida para mover un bloque de átomos simultáneamente sobre un bloque adyacente. En la mayoría de los sistemas de deslizamiento la tensión de corte máxima está dada por la ecuación 2-1 donde G es el módulo de corte (para los metales se encuentra entre 20 a 150 GPa).

$$\tau_{m\acute{a}x} = \frac{G}{2\pi} \quad 2-1$$

Por lo tanto la ecuación anterior predice una tensión teórica que se encontrará en ese rango (3 a 30 GPa), mientras que los valores de tensión de corte reales necesarios para producir una deformación plástica en cristales simples se encuentran entre 0,5 a 10 MPa. Debido a esta diferencia de casi 100 veces entre la resistencia observada y la calculada, se concluyó que existe otro mecanismo adicional al desplazamiento de planos de átomos que contribuye al deslizamiento⁽⁴⁾. El concepto de dislocación fue primeramente introducido para explicar esta discrepancia^{(5) (6) (7)}.

Cuando una tensión de corte apropiada se aplica sobre un cristal, la dislocación se moverá. Si este movimiento sólo es del tamaño del vector de Burgers se requerirá un pequeño reajuste atómico en la cercanía de la dislocación. Entonces, si lo anterior ocurre paso a paso la dislocación puede abandonar el cristal resultando en un desplazamiento de corte de la sección superior del cristal respecto de la inferior. Durante la deformación, las dislocaciones (con un vector de Burgers b) se mueven una distancia L , y la densidad de dislocaciones (ρ) se relaciona con la deformación verdadera a partir de la siguiente ecuación⁽¹⁾:

$$\varepsilon = \rho bL \quad 2-2$$

Sin embargo sólo una pequeña fracción de las dislocaciones generadas durante la deformación se eliminan. Por eso, al incrementar continuamente la deformación, la densidad de dislocaciones en el metal también se incrementa. Este aumento de dislocaciones retenidas generará un endurecimiento del material, es decir que el incremento de la dureza o resistencia del metal está íntimamente relacionado con la densidad de dislocaciones ⁽⁸⁾. Existen varios mecanismos postulados para describir el endurecimiento por deformación en monocristales ⁽⁵⁾ ⁽⁹⁾ ⁽¹⁰⁾ ⁽¹¹⁾ ⁽¹²⁾ ⁽¹³⁾ ⁽¹⁴⁾, los cuales también se pueden aplicar a materiales policristalinos, en general tienen la siguiente relación:

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \sqrt{\rho} \quad 2-3$$

donde σ_0 es el valor de la tensión extrapolado cuando no hay presencia de dislocaciones, en el caso de deformación en caliente sería cercano a 0, y α es una constante.

La resistencia del acero en la deformación en caliente depende de varias variables como por ejemplo la composición, la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$), la deformación (ϵ) y la temperatura (T). Por lo tanto una completa descripción del comportamiento requeriría una ecuación de la forma:

$$\sigma_* = f(\text{composición}, \epsilon, \dot{\epsilon}, T) \quad 2-4$$

donde σ_* es una medida general de la resistencia.

A continuación se describirán los efectos de la deformación, la velocidad de deformación y la temperatura, y posteriormente la influencia de la composición sobre la resistencia a la deformación en caliente.

En la bibliografía específica se puede encontrar varias fórmulas que relacionan la resistencia, la velocidad de deformación y la temperatura. Una de ellas es la siguiente que tiene validez sobre un amplio rango de velocidad de deformación y de temperaturas:

$$\dot{\epsilon} = A(\sinh(\alpha' \sigma_*))^{n'} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad 2-5$$

donde A , α' , n' son constantes independientes de la temperatura y Q es la energía asociada con el proceso de ablandamiento, todas estas constantes dependen del material. A tensiones bajas ($\alpha' \sigma_* < 0,8$) la ecuación 2-5 se reduce a una relación exponencial similar a la usada para los fenómenos de termofluencia:

$$\dot{\epsilon} = A' \sigma_*^{n'} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad 2-6$$

A tensiones altas ($\alpha' \sigma_* > 1,2$) se puede expresar como una relación exponencial:

$$\dot{\epsilon} = A'' \exp(\beta \sigma_*) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad 2-7$$

Las constantes α' y n' se relacionan mediante $\beta = \alpha' n'$. A partir de las ecuaciones 2-6 y 2-7 es posible determinar las constantes α' y n' para tensiones altas y bajas.

Las ecuaciones 2-5, 2-6 y 2-7 se pueden reordenar y obtener un parámetro de velocidad de deformación compensado por la temperatura llamado factor de Zenner-Hollomon (Z):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad 2-8$$

donde Z es igual a $A(\sinh \alpha' \sigma_*)^{n'}$ para la ecuación 2-5, $A' \sigma_*^{n'}$ para la ecuación 2-6 y $A'' \exp(\beta \sigma_*)$ para la ecuación 2-7.

2.1.2 Mecanismos de evolución microestructural

Como se explicó anteriormente en la introducción, la evolución microestructural durante la laminación en caliente depende en principio de las condiciones del proceso, como por ejemplo la temperatura de trabajo, la cantidad de deformación, la velocidad de deformación y la velocidad de enfriamiento. En general todo proceso de deformación en caliente tiene al menos tres etapas en las cuales ocurren distintos cambios microestructurales: calentamiento (austenizado), deformación y posterior enfriamiento.

Los principales objetivos del calentamiento previo a la deformación son: homogeneizar y ablandar el material para ser laminado; asegurar que el proceso de laminación del acero sea llevado a cabo generalmente en estado austenítico; y asegurar que los carburos y nitruros, no deseables, se encuentren en solución previamente a la laminación⁽¹⁵⁾.

Durante la deformación en caliente la energía es almacenada en forma de dislocaciones pudiendo ser liberada por alguno de estos procesos: recuperación, recrystalización y crecimiento de grano. Es importante por lo tanto definir con precisión los términos anteriores⁽¹⁶⁾. La recrystalización es el proceso de formación y migración de bordes de grano de alto ángulo impulsada por la energía almacenada de deformación. La recrystalización que ocurre mientras el metal es deformado se denomina recrystalización dinámica, mientras que la recrystalización que ocurre después que la deformación finaliza se puede clasificar en estática o en metadinámica. Los procesos de recuperación se pueden definir como todos los procesos de recocidos que ocurren en un material deformado sin la migración de bordes de grano de alto ángulo; en general involucran el reordenamiento de las dislocaciones para disminuir su energía⁽¹⁷⁾. Por último se define como crecimiento de grano al aumento de tamaño de grano medio debido a, específicamente, la reducción de área de borde de grano⁽¹⁸⁾.

La estructura de dislocaciones introducida durante una pasada de laminación puede cambiar en el intervalo de tiempo anterior a la pasada de deformación siguiente. Durante este lapso de tiempo pueden ocurrir varios cambios microestructurales estáticos (recuperación estática, recrystalización estática y crecimiento de grano) o, en ciertas condiciones, la recrystalización dinámica que nucleó durante la deformación puede completarse entre pasadas (recrystalización metadinámica). El grado o posibilidad de que estos fenómenos ocurran durante este lapso tiempo depende directamente de la cinética de cada uno.

Todos estos cambios microestructurales que suceden, no sólo afectan las propiedades del producto final sino también los procesos de laminación. A continuación se explicarán con mayor detalle los mecanismos claves que controlan la evolución microestructural durante el

trabajado en caliente (recuperación estática, recristalización estática, recuperación dinámica, recristalización dinámica, recristalización metadinámica, crecimiento de grano) y precipitación.

2.1.2.1 Recuperación estática

El término recuperación abarca todos los cambios microestructurales que no impliquen la migración de bordes de grano de alto ángulo. Es decir que la estructura cristalina retiene su identidad, mientras que la densidad de defectos y su distribución se modificará a través de diferentes etapas, como se muestra esquemáticamente en la Figura 2.1 y que serán descritas más adelante.

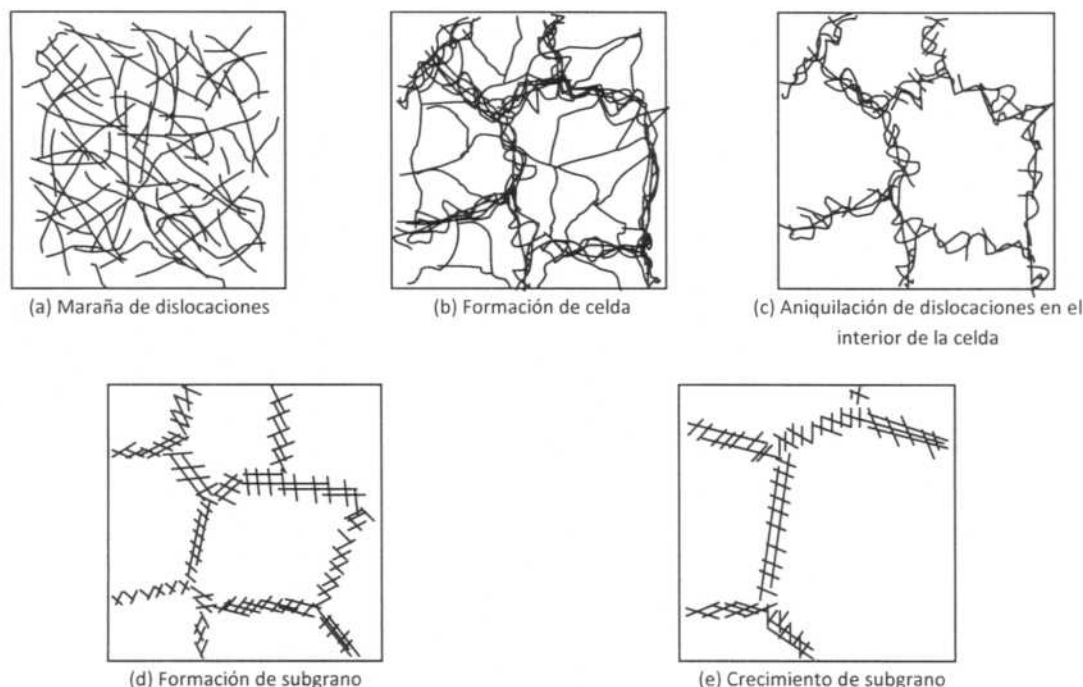


FIGURA 2.1 ETAPAS DURANTE LA RECUPERACIÓN DE UN MATERIAL DEFORMADO PLÁSTICAMENTE. ⁽¹⁾

En general la recuperación está asociada con el movimiento de las dislocaciones, por lo tanto cualquier mecanismo o propiedad intrínseca del material que dificulte esta movilidad generará un retraso o una ausencia de la recuperación. Una evidencia de esto es el efecto de la energía de falla de apilamiento. Mientras menor sea esta energía, más difícil será el deslizamiento cruzado y el trepado, que son los principales mecanismos necesarios para la aniquilación de dislocaciones. ⁽¹⁹⁾

En metales con baja energía de falla de apilamiento como el cobre, α -latón, aceros inoxidables austeníticos y aceros al carbono en fase austenítica, el trepado es muy difícil y por lo tanto ocurrirá una débil recuperación de la estructura de dislocaciones previa a la recristalización. Sin embargo en los metales con alta energía de falla de apilamiento como el aluminio y α -hierro, el trepado es rápido, facilitando la recuperación. Los elementos aleantes pueden alterar la recuperación mediante la modificación de la energía de falla de apilamiento, al trabar las dislocaciones o al modificar la concentración y movilidad de las vacancias. ⁽¹⁾

A continuación se describirán las etapas durante la recuperación y los mecanismos asociados a éstas (Figura 2.1). Estos procesos se podrían dividir en tres grandes grupos: aniquilación de dislocaciones, arreglo de dislocaciones y crecimiento de subgrano.

Existen varios mecanismos asociados a la aniquilación de dislocaciones y no es el objetivo principal de este trabajo entrar en detalle en este tipo de mecanismos, sin embargo se mencionarán brevemente los más aceptados. Mayor detalle se puede encontrar en bibliografía específica sobre física de dislocaciones ^{(20) (21)}. También existen numerosas ecuaciones empíricas que describen como varía la fracción recuperada (X_{recov}) en función del tiempo (t), las dos expresiones más comunes son las siguientes:

$$\frac{dX_{recov}}{dt} = -\frac{c_1}{t} \quad 2-9$$

$$\frac{dX_{recov}}{dt} = -c_1 X_{recov}^m \quad 2-10$$

donde c_1 es una constante y m es un número entero mayor que 1.

La primera aproximación teórica a la etapa de aniquilación es el estudio de dos dislocaciones paralelas que tienen un vector de Burgers opuesto, lo que se denomina dipolo de dislocaciones. Para un monocristal se ha encontrado ⁽²²⁾ que la cinética de aniquilación de dipolos de dislocaciones de borde, helicoidales y de carácter mixto, coincide con la cinética mostrada por la ecuación 2-10. En policristales o en monocristales que deformen en más de un sistema de deslizamiento, la complejidad del fenómeno de aniquilación es mucho mayor ⁽²³⁾. Esto es debido a que no se puede saber con precisión qué tipo de mecanismo controlará el movimiento de dislocaciones. Principalmente éstos mecanismos se pueden dividir en dos: (I) por trepado y deslizamiento de dislocaciones; y (II) por deslizamiento cruzado activado térmicamente de las dislocaciones ^{(24) (25) (23)}. Este último es el más aceptado para explicar la cinética de la recuperación estática que sigue una ecuación del tipo:

$$\sigma = \sigma_0 - A_{recov} \ln(1 + B_{recov} t) \quad 2-11$$

donde σ_0 es la tensión cuando finaliza la deformación, A_{recov} y B_{recov} son parámetros que dependen de la química y temperatura del material.

Verdier y otros ⁽²⁶⁾ han desarrollado un modelo para aleaciones Al-Mg el cual también se basa en la idea física que considera a la recuperación como un proceso de ablandamiento de tensiones internas ⁽²³⁾, en la que su variación es función de la velocidad de deformación plástica ($\dot{\epsilon}_p$). Las mejoras propuestas por Verdier y otros ⁽²⁶⁾ permiten una adecuada descripción de la evolución de $\dot{\epsilon}_p$ con la densidad de dislocaciones ($\sim(\sigma - \sigma_y)^2$) y velocidad de las mismas (variando como una función *sinh* de la tensión efectiva):

$$\frac{d(\sigma - \sigma_y)}{dt} = -\frac{64(\sigma - \sigma_y)^2 v_d}{9M^3 \alpha_r^2 E} \exp\left(-\frac{U_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{(\sigma - \sigma_y)V_a}{k_B T}\right) \quad 2-12$$

donde U_a y V_a son la energía y volumen de activación del proceso de recuperación respectivamente, independientes de la temperatura y composición, sólo en esta ecuación M es

el factor de Taylor ($\sim 3,1$ para FCC) y α_T es una constante del orden de 0,15. Las constantes u_d y E son la frecuencia de Debye y el módulo de Young respectivamente y k_B es la constante de Boltzman ($1,38E^{-23}$ J/K).

En principio sería posible identificar la aplicabilidad de los distintos modelos de recuperación (aniquilación de dislocaciones) a partir de la respuesta experimental del material durante el recocido. Sin embargo, todavía existen grandes limitaciones en este tipo de modelos, como por ejemplo:

- la relación entre las propiedades mecánicas y la microestructura es mucho más compleja que la usada en los modelos actuales;
- los mecanismos de arreglo de dislocaciones y aniquilación son procesos simultáneos;
- no es del todo claro aún, la influencia de la energía de falla de apilamiento y de los elementos aleantes sobre la movilidad de las dislocaciones;
- no puede ser despreciada la heterogeneidad de la microestructura.⁽¹⁾

Durante la deformación el número de dislocaciones generadas de distinto signo, no serán necesariamente iguales; por lo tanto durante el posterior tratamiento de recocido no todas podrán ser eliminadas por el mecanismo de aniquilación. Este exceso de dislocaciones se acomodará en arreglos de borde de grano de bajo ángulo (LAGBs) para reducir la energía almacenada. El caso más sencillo para comprender este comportamiento es el de un monocristal el cuál es flexionado (sólo se activa un sistema de deslizamiento) y posteriormente recocido⁽²⁷⁾, las dislocaciones se agruparán como se muestra en la Figura 2.2, este fenómeno se denomina poligonización.

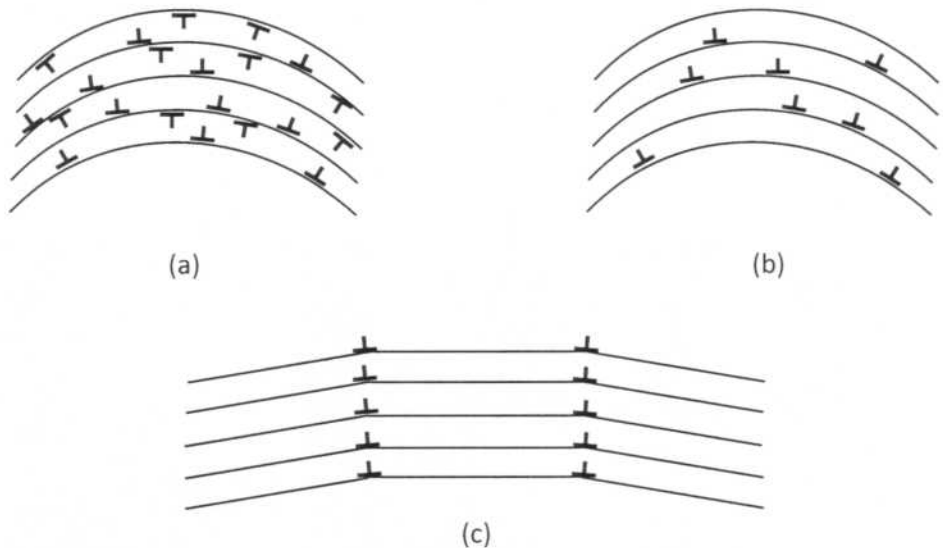


FIGURA 2.2 ESQUEMA DE RECUPERACIÓN MEDIANTE FENÓMENO DE POLIGONIZACIÓN CONTENIENDO SÓLO DISLOCACIONES DE BORDE. (A) MICROESTRUCTURA DEFORMADA, (B) LUEGO DE LA ANIQUILACIÓN DE DISLOCACIONES, (C) FORMACIÓN DE BORDES DE TILT.

En el caso de policristales y de deformaciones donde se activan más de un sistema de deslizamiento, al comienzo las dislocaciones formarán un arreglo en forma de **celdas** donde las paredes serán una compleja maraña de dislocaciones. Posteriormente en este arreglo irregular

las dislocaciones comenzarán a moverse y formar un **subgrano** con menor densidad de dislocaciones y bordes de subgrano de mayor desorientación y más agudos (Figura 2.1). Este tipo de subestructura es más fácil encontrarla en materiales con altas energía de falla de apilamiento, como el aluminio ⁽²⁸⁾.

2.1.2.2 Recristalización estática

El proceso de recristalización involucra la formación de nuevos granos libres de deformación en alguna parte de la microestructura y el subsiguiente crecimiento de éstos en la estructura deformada o recuperada. Las observaciones experimentales ^{(29) (30)} indican que el proceso de recristalización tiene las siguientes características:

- Es necesario que exista una deformación (crítica) para iniciar la recristalización.
- Mientras menor sea el grado de deformación, mayor deberá ser la temperatura para iniciar la recristalización.
- Incrementando los tiempos de recocido, disminuye la temperatura necesaria para iniciar la recristalización.
- El tamaño de grano recristalizado depende en primer lugar de la cantidad de deformación, a mayor deformación menor será el tamaño de grano recristalizado; y en segundo lugar de la temperatura de recocido.
- A mayor tamaño de grano inicial, mayor será la cantidad de deformación necesaria para obtener un tiempo y temperatura de recristalización equivalente.

Estas características pueden ser fácilmente comprendidas si se considera a la recristalización como un proceso de nucleación y crecimiento. Mediante evidencias metalográficas se ha demostrado que los núcleos se forman en zonas donde hay una elevada concentración de dislocaciones y un alto grado de endurecimiento por deformación. Por lo tanto es necesaria cierta concentración de energía elástica para generar un núcleo, de esta forma se explica la existencia de una deformación umbral (primer enunciado). Debido a que la nucleación es activada térmicamente, mayores tiempos de recocidos y mayores temperaturas incrementarán la probabilidad de generar un núcleo (segundo y tercer enunciado).

El tamaño de grano final dependerá del balance entre los procesos de nucleación y crecimiento; normalmente la velocidad de nucleación incrementa más rápidamente con el aumento del endurecimiento por trabajado, pero la velocidad de crecimiento aumenta más rápido al elevar la temperatura (cuarto enunciado). Dado que la mayoría de los procesos de nucleación se llevan a cabo en, o cerca, del borde de grano, un tamaño de grano inicial pequeño generará una alta densidad de núcleos (quinto enunciado) ⁽³¹⁾.

Como se mencionó anteriormente a través de los años y de muchos estudios experimentales se ha determinado que la transformación durante la recristalización es un proceso de nucleación y crecimiento. Sin embargo el primer término no es del todo correcto ⁽³²⁾ dado que la barrera de energía para la formación de nuevas zonas no deformadas es muy alta para que ocurra átomo por átomo por el mecanismo clásico de fluctuación térmica aplicado a transformaciones de estado sólido ^{(33) (34) (35)}. Actualmente es aceptado ^{(1) (36) (37)} que el "núcleo" de donde se origina la recristalización, no es un núcleo estrictamente termodinámico. Lo que

ocurre es que los nuevos granos crecen a partir de pequeñas regiones preexistente en la microestructura deformada como subgranos o celdas recuperados⁽²⁷⁾.

Durante los últimos años varios modelos han querido explicar el mecanismo de nucleación de la recrystalización, como por ej.: el crecimiento localizado de una región poligonizada de la estructura deformada^{(38) (39) (40)}, coalescencia de subgranos vecinos^{(41) (42) (43)}; sin embargo el más aceptado es el de migración de borde de grano inducida por deformación (*SIBM*)^{(44) (45) (46)}. Este último involucra a una protuberancia en el borde de grano pre-existente, la cual se irá moviendo dejando detrás una zona con menor densidad de dislocaciones, como se observa en el esquema de la Figura 2.3.

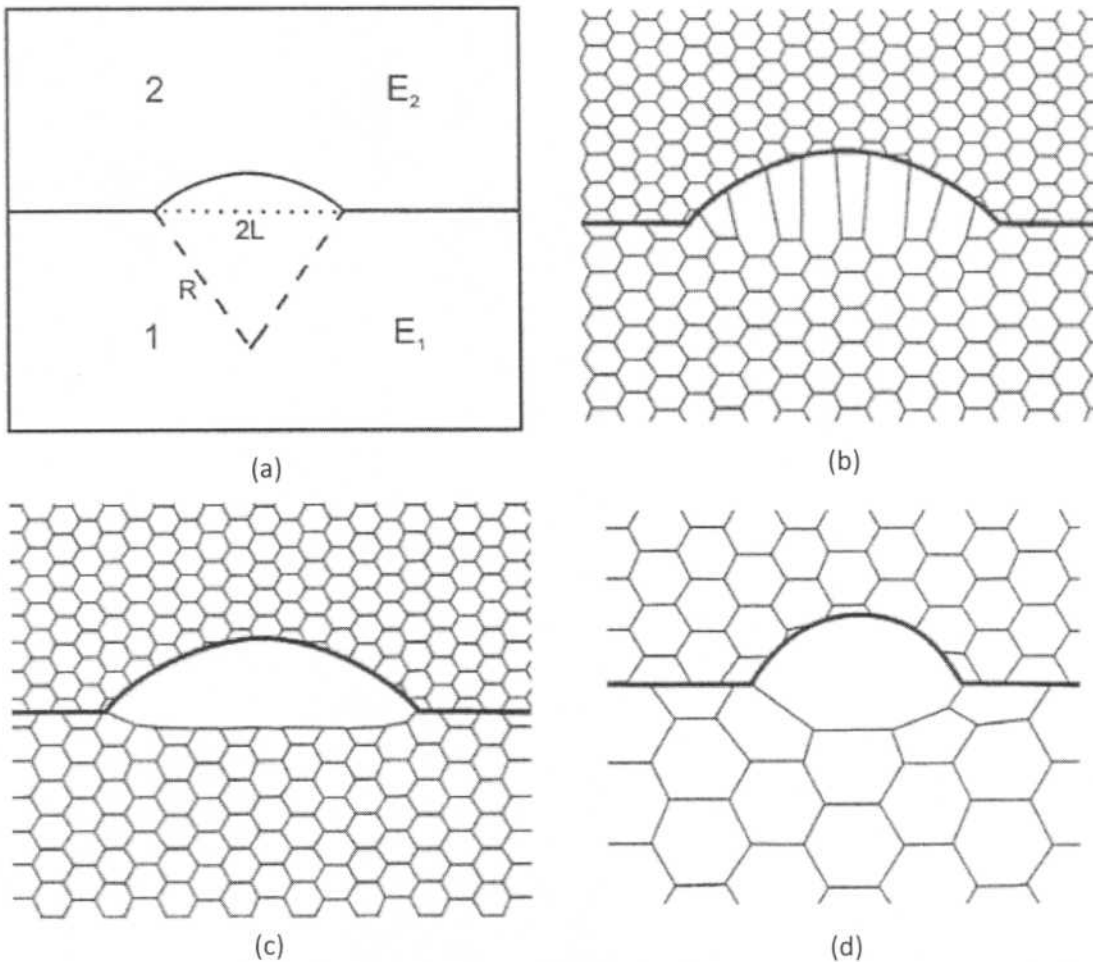


FIGURA 2.3 (A) *SIBM* DE UN BORDE SEPARANDO UN GRANO DE BAJA ENERGÍA (E_1) DE UNO DE ALTA ENERGÍA (E_2), (B) ARRASTRE DE LA ESTRUCTURA DE DISLOCACIONES DETRÁS DEL BORDE QUE MIGRA, (C) EL BORDE QUE MIGRA SE ENCUENTRA LIBRE DE DISLOCACIONES, (D) GENERACIÓN DE UN SUBGRANO MEDIANTE *SIBM*.⁽¹⁾

En la actualidad sigue siendo difícil tener un modelo cuantitativo teórico para calcular el número de núcleos y su variación con el tiempo y otros parámetros, debido a que las velocidades de nucleación para la recrystalización son muy difíciles de medir experimentalmente ($\dot{N}$)⁽¹⁾. Sin embargo si se realiza una simplificación y se asume que:

- el número de núcleos se mantiene constante durante la recrystalización,

- el proceso ocurre al comienzo del recocido en un número de sitios proporcionales al área de grano por unidad de volumen (S_v), la cual es aproximadamente igual a $3/D$, donde D es el tamaño de grano inicial,

la cantidad de núcleos de recristalización estará dada por:

$$N = \frac{kS_v}{A} \quad 2-13$$

donde k es un factor geométrico y A es el área ocupada por cada núcleo en el borde de grano, cuyo tamaño depende de la fuerza impulsora. La teoría clásica de nucleación predice que A es proporcional a $1/G^2$, donde G es la fuerza impulsora definida más adelante. Usando esta aproximación, es esperable que para una densidad de dislocaciones de $4 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$ el diámetro del núcleo sea de $3 \mu\text{m}$ ⁽⁴⁷⁾.

A partir del modelo de *SIBM* se puede hacer una estimación simple para determinar la fuerza impulsora para la recristalización (ecuación 2-14); si ρ es la densidad de dislocaciones almacenadas, μ es el módulo de corte y b es la magnitud del vector de Burgers, se puede asumir que la fuerza impulsora es la energía almacenada G_r ⁽⁴⁷⁾:

$$G_r = \frac{1}{2} \Delta \rho \mu b^2 \quad 2-14$$

Generalmente la velocidad de movimiento de un borde de grano de alto ángulo (v), es decir que la velocidad de crecimiento ($\dot{G}$), está dada por:

$$v = \dot{G} = M G_r \quad 2-15$$

donde M es la movilidad de borde de grano, la cual depende de la temperatura con una expresión del tipo Arrhenius. Esta ecuación será válida cuando la movilidad sea independiente de la fuerza impulsora (G_r), sin embargo existen algunos autores^{(48) (49)} que sí encuentran una dependencia y por lo tanto la relación dada por la ecuación 2-15 no se cumple. Si la movilidad fuera controlada por los solutos en solución se podría utilizar la expresión anterior, pero reemplazando a G_r por $G_r - P_{sol}$, donde P_{sol} sería la presión de retraso debido al efecto de arrastre de soluto (*solute drag*).

En el comienzo de la recristalización cuando los granos son pequeños (con un radio r) es necesario tener en cuenta la presión que se opone debido a la curvatura del borde de grano de alto ángulo con una energía específica γ_b . Por lo tanto habrá una presión en el límite de grano dada por la relación de Gibbs-Thomson:

$$P_c = \frac{2\gamma}{r} \quad 2-16$$

Comúnmente el avance de la recristalización en función del tiempo durante un recocido isotérmico, se representa como la fracción recristalizada (X) en función del logaritmo del tiempo como se observa en Figura 2.4. La curva de recristalización tiene, si no ocurre otros fenómenos metalúrgicos, una forma sigmoidal y presenta un tiempo de incubación previo a detectar la recristalización. Este comportamiento es seguido por un aumento en la velocidad

de recrystalización, una región lineal y por último una disminución de la velocidad de recrystalización. El avance de la recrystalización se describe a través de X . En general, para ensayos donde la temperatura es constante se define el tiempo en el cual la recrystalización se completó en un 50% (t_{50}).

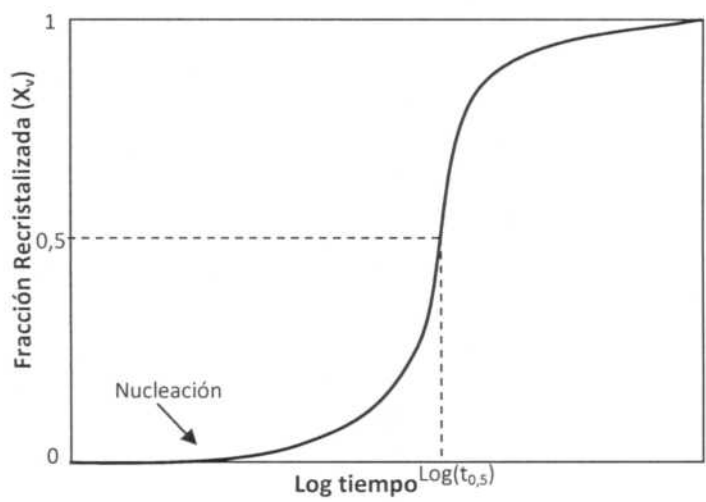


FIGURA 2.4 CURVA TÍPICA DE LA CINÉTICA DE RECRISTALIZACIÓN DURANTE UN RECOCIDO ISOTÉRMICO.

El tipo de curva anterior puede ser descrita fenomenológicamente por procesos constitutivos de nucleación y crecimiento. Los primeros trabajos en este tópico fueron desarrollados por Kolmogorov ⁽⁵⁰⁾, Johnson y Mehl ⁽⁵¹⁾ y Avrami ⁽⁵²⁾, conocido comúnmente como el modelo de JMAK (se encuentra tratado con mayor detalle en el Anexo 1). Este modelo, se basa en las siguientes suposiciones y simplificaciones:

- se asume que los potenciales núcleos tienen una distribución espacial al azar y se encuentran presentes en el material deformado,
- existen dos posibilidades: los núcleos se encuentran activos desde el comienzo de la nucleación o se formarán a una velocidad constante. En ambos casos habrá la misma cantidad de núcleos,
- los núcleos pueden crecer isotrópicamente en tres, dos o una dimensión,
- la transformación no puede ocurrir en regiones solapadas por lo que los núcleos no podrán crecer infinitamente deberán tener en cuenta sus vecinos.

La última suposición es principalmente un problema geométrico y da origen al volumen extendido (X_{ext}). El volumen recrystalizado se asocia con esta variable a través de la siguiente ecuación (ver Anexo 1):

$$X_v = 1 - \exp(-X_{ext}) \tag{2-17}$$

En los modelos físicos que intentan determinar la cinética de recrystalización se evalúa la velocidad de crecimiento ($\dot{G}$ o v) junto con la velocidad de nucleación ($\dot{N}$), para obtener un volumen extendido (X_{ext}) y finalmente la fracción del material recrystalizado. En este trabajo se mencionará el modelo desarrollado por Zurob y otros ^{(47) (53)}, en el cual, si se asume una saturación de sitios (N sitios por unidad de volumen), la ley de Avrami se puede escribir de la siguiente manera:

$$X_{ext} = N \left(\int_0^t M(t) G_r dt \right)^3 \quad 2-18$$

$$X_{ext} = N \left(\int_0^t M(t) \frac{1}{2} \rho \mu b^2 dt \right)^3 \quad 2-19$$

Es importante, para predecir la fracción recrystalizada, disponer de un valor preciso de la movilidad ($M(t)$) de bordes de grano de alto ángulo. En el modelo de Zurob se asume que el mecanismo dominante es el salto de átomos a través del borde de grano, que la velocidad del mismo (v) se mantiene constante y que M es independiente de la desorientación entre los granos ⁽¹⁾. En los trabajos desarrollados por Zurob y otros ^{(47) (53)}, se estima una movilidad estándar para un metal puro de acuerdo a la teoría clásica de Turnbull ⁽⁵⁴⁾ y luego se introduce el efecto de los solutos sobre la movilidad mediante la teoría de Cahn-Lücke-Stüwe ^{(55) (56) (57)} válida para velocidades de borde de grano bajas:

$$M_{puro} = \frac{\delta D_{gb} V_m}{10 b^2 R T} \quad 2-20$$

$$M(t) = \left(\frac{1}{M_{puro}} + \alpha C_{Nb} \right)^{-1} \quad 2-21$$

donde,

$$\alpha = \frac{\delta N_v (kT)^2}{E_b D} \left(\sinh \left(\frac{E_b}{kT} \right) - \frac{E_b}{kT} \right) \quad 2-22$$

En la ecuación 2-20, M_{puro} es la movilidad intrínseca del borde de grano en el metal puro, δ es el ancho del borde de grano, D_{gb} es el coeficiente de autodifusión de borde de grano, V_m es el volumen molar de la austenita, b es el vector de Burgers, R es la constante de los gases y T la temperatura. En la ecuación 2-21, C_{Nb} es la concentración de Nb en solución. Respecto a la ecuación 2-22, δ es el espesor de borde de grano, N_v es el número de átomos por unidad de volumen, E_b es la energía de unión borde de grano-soluto y D es el valor promedio del coeficiente de difusión del Nb en la cercanía del límite de grano.

A partir de las simplificaciones tenidas en cuenta anteriormente y considerando a la recrystalización solamente como un problema geométrico, en donde se supone que los núcleos son esféricos, Avrami obtuvo que la fracción recrystalizada en volumen (X_v) tiene la siguiente forma ⁽³¹⁾:

$$X_v = 1 - \exp(-kt^n) = 1 - \exp \left[-k' \left(\frac{t}{t_r} \right)^n \right] \quad 2-23$$

donde k es la constante de Avrami, k' depende de la definición de t_r (tratado a continuación), t es el tiempo de recocido y n es el exponente de Avrami. En los modelos físicos la ecuación general para n es $n = qd + B$, donde q es 1 ó $\frac{1}{2}$ dependiendo si el crecimiento es controlado por la interface o por difusión respectivamente, d son las dimensiones de crecimiento (1, 2 o 3) y B es 1 ó 0 dependiendo de si las condiciones de nucleación ocurren en sitios saturados, es

decir, todos los centros posibles de nucleación se extinguen en un comienzo temprano de la recrystalización, o si es una nucleación continua con una velocidad constante respectivamente ⁽⁵⁸⁾.

En la práctica también se han encontrado valores del coeficiente de Avrami distintos a los predichos teóricamente; esta diferencia podría atribuirse a la inhomogeneidad en la microestructura ⁽¹⁾. Esto implicaría que la distribución de los sitios de nucleación no sería al azar y que crecerían con una velocidad que disminuye con el tiempo ⁽⁵⁹⁾. En algunos modelos empíricos han encontrado que el exponente de Avrami tiene una variación, no del todo clara, con la composición del acero y la temperatura. Una revisión de los valores usuales de n se puede encontrar en el Anexo 2.

Para resolver la ecuación 2-23 es necesario definir t_r como el tiempo requerido para cierta fracción de recrystalización, esto determina el valor de k' que será $k' = -\ln(1 - f)$ donde f es la fracción elegida. Por lo general se utiliza el tiempo al cual ocurre el 50% de la recrystalización, entonces:

$$X_v = 1 - \exp \left[-0.69 \left(\frac{t}{t_{50}} \right)^n \right] \quad 2-24$$

La dependencia de t_{50} con las condiciones experimentales, es decir, temperatura, deformación, velocidad de deformación y composición química será tratado en detalle más adelante. La importancia de este tiempo de 50% de recrystalización radica en que si se conoce el valor de n , utilizando la relación 2-24 puede obtenerse la cinética completa de recrystalización.

Bajo condiciones industriales es importante predecir y cuantificar la recrystalización estática, no sólo debido a su influencia durante el proceso (tensión de fluencia del material que determinará la carga de los rodillos) sino también debido a la condición microestructural a la salida del laminador (tamaño de grano final, precipitación de aleantes y homogeneidad microestructural). Por este motivo, durante los últimos 40 años se han realizado numerosos estudios experimentales modificando principalmente las cuatro variables del proceso: deformación (ε), velocidad de deformación ($\dot{\varepsilon}$), temperatura (T) y tamaño de grano inicial (d_0). Sellars ⁽⁶⁰⁾ fue el primero en proponer que el efecto de estas variables modifican a t_{50} de la siguiente manera:

$$t_{50} = A \varepsilon^l \dot{\varepsilon}^m d_0^n \exp \left(\frac{Q_{SRX}}{RT} \right) \quad 2-25$$

donde A , l , m y n son parámetros ajustables para cada tipo de acero. En el Anexo 2 se recopilan algunos valores usuales de estos parámetros para distintos tipos de aceros.

De acuerdo a los resultados experimentales obtenidos primeramente por Sellars ⁽⁶⁰⁾ y por Weiss ⁽⁶¹⁾ se encontró que la temperatura de deformación (al igual que $\dot{\varepsilon}$) no tiene un efecto demasiado significativo en el tamaño de grano recrystalizado si la deformación ocurre por debajo de la deformación crítica (definida en la sección 2.1.2.4) en aceros de baja aleación. Sin embargo posteriormente Hodgson ⁽⁶²⁾ ⁽⁶³⁾ sí evaluó el tamaño de grano recrystalizado para un acero de baja aleación y alta resistencia teniendo en cuenta la temperatura (T) en conjunto

durante todo el crecimiento, otro factor adicional que puede limitar el tamaño son los nuevos granos que nuclean en los bordes que migran.⁽¹⁾

En la Figura 2.6 se observan dos curvas características de tensión deformación en caliente para un material que presenta recristalización dinámica, en ésta se observa uno o más picos los cuales difieren del *plateau* característico de un material que experimenta recuperación dinámica. Bajo condiciones en las cuales el parámetro de Zener-Hollomon es pequeño (bajas velocidades de deformación y alta temperatura), pueden aparecer múltiples picos a bajas deformaciones. Además Sakai y Jonas⁽⁷²⁾ han sugerido que este comportamiento depende de la relación entre el tamaño de grano inicial y el tamaño de grano recrystalizado. A modo de resumen la Figura 2.7 ilustra esquemáticamente la relación de estos parámetros con el comportamiento de la curva tensión deformación.

A diferencia de la recristalización estática el tamaño de grano recrystalizado dinámicamente se mantiene constante con el avance de la misma⁽⁷³⁾, observaciones experimentales han corroborado este hecho y además han encontrado una fuerte dependencia del tamaño de grano con la tensión aplicada y no así con la temperatura de deformación. Derby y Ashby⁽⁷⁴⁾ han establecido que el tamaño de grano medio durante la recristalización dinámica está asociado con la velocidad de nucleación y crecimiento, explicando de esta manera las dependencias con la tensión y en menor medida con la temperatura.

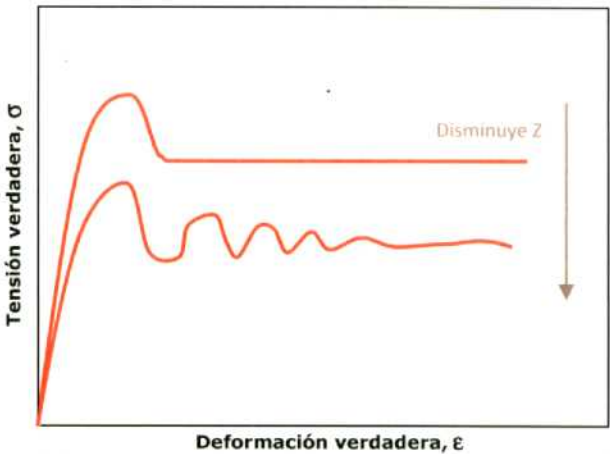


FIGURA 2.6 EFECTO DE Z SOBRE LA CURVA DE TENSIÓN-DEFORMACIÓN PARA UN MATERIAL QUE RECRISTALIZA DINÁMICAMENTE.

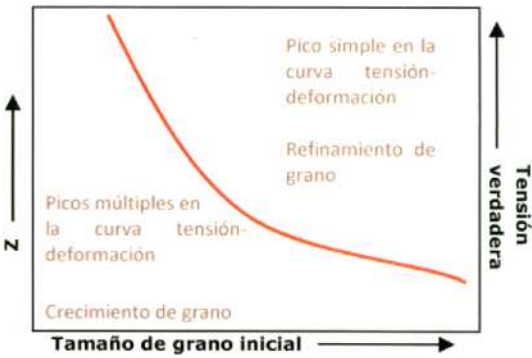


FIGURA 2.7 CONDICIONES PARA QUE SE PRODUZCA UNO O MÚLTIPLES PICOS DURANTE LA RECRISTALIZACIÓN DINÁMICA.

Para iniciar la recrystalización dinámica es necesario aplicar una deformación mayor a la crítica (ε_c), la cual ocurre antes del pico (σ_p) encontrado en la curva de tensión-deformación, en general la relación entre $\varepsilon_c/\varepsilon_p$ se encuentra entre 0,67 y 0,86 y en la mayoría de los casos se toma el valor de 0,8. Poliak y Jonas ⁽⁷⁵⁾ han desarrollado un método para determinar un valor teórico de ε_c . Sellars ⁽⁶⁰⁾ sugirió la siguiente expresión para la deformación al pico como función de parámetros termomecánicos, obteniendo un muy buen acuerdo con resultados experimentales:

$$\varepsilon_p = Ad_0^{0,5} Z^n \quad 2-32$$

donde A y n son constantes, d_0 es el tamaño de grano inicial y Z es el parámetro de Zener-Hollomon

Debido a que no es el propósito de esta tesis evaluar la recrystalización dinámica no se mencionarán en detalle los mecanismos de nucleación y crecimiento, sin embargo mayor información puede encontrarse en el libro de Humphreys y Hatherly ⁽¹⁾ y en una revisión de McQueen ⁽⁷⁶⁾. Al igual que la recrystalización estática es posible describir la cinética de la recrystalización dinámica con la ayuda de las relaciones de Avrami, a partir de la sustitución de la variable del tiempo de la recrystalización estática por la deformación utilizando la relación $\varepsilon = \dot{\varepsilon}t$ (siempre que la velocidad de deformación sea constante) e incluir a la deformación crítica para el inicio de la recrystalización. Con la ayuda de estas definiciones el ablandamiento debido a la recrystalización dinámica puede expresarse como:

$$X = 1 - \exp[-k_2(\varepsilon - \varepsilon_c)^n] \quad 2-33$$

donde k_2 es la constante de Avrami aplicable a la recrystalización dinámica.

Cuando se supere el valor de ε_c , en el material habrá presentes núcleos de recrystalización y si la deformación se detiene pero el recocido continúa, estos núcleos crecerán en una matriz heterogénea parcialmente recrystalizada sin un período de incubación. Este fenómeno se denomina recrystalización metadinámica y fue tratada primeramente por Djaic y Jonas ⁽⁷⁷⁾ y Petrovic y otros ⁽⁷⁸⁾.

El efecto de la recrystalización dinámica en la curva de tensión-deformación muestra una disminución en la tensión estacionaria y la aparición del pico mencionado. Es posible calcular la tensión luego del pico utilizando una ecuación del tipo Avrami, teniendo en cuenta el efecto de la recuperación y la recrystalización a partir de:

$$\sigma = \sigma^{drec} - [\sigma_{ss}^{drec} - \sigma_{ss}^{drxn}] \times [1 - \exp(-K(t/t_{50})^{n_D})] \quad 2-34$$

En esta ecuación σ^{drec} es la tensión cuando la recuperación dinámica es el único mecanismo que opera (σ en la Ecuación 2-30), σ_{ss}^{drxn} es el estado estacionario una vez que en el material ha ocurrido la recrystalización dinámica, t es el tiempo, t_{50} es el tiempo en que ocurre el 50% de ablandamiento debido a la recrystalización dinámica, y K y n_D son constantes. Si la velocidad de deformación se mantiene constante el término t/t_{50} es igual a $(\varepsilon - \varepsilon_p)/(\varepsilon_{0,5} - \varepsilon_p)$, donde $\varepsilon_{0,5}$ es la deformación requerida para ablandar el 50% del

material mediante la recrystalización dinámica. El valor de $\varepsilon_{0,5}$ al igual que el de ε_p puede ser calculado a partir de la ecuación 2-32 modificando el valor de las constantes.

2.1.2.5 Crecimiento del tamaño grano recrystalizado

El proceso de crecimiento normal de grano ocurre acompañado con la disminución en el área de borde de grano y la consecuente reducción de la energía asociada a este, debido a que ciertos granos crecen a expensas de sus vecinos. Por lo que la fuerza impulsora para el crecimiento de grano proviene únicamente de la reducción en la energía de borde de grano⁽⁷⁹⁾. El crecimiento de grano simple puede tomar dos formas diferentes: crecimiento normal de grano o crecimiento anormal de grano. En la primera la distribución en el tamaño de grano es uniforme, mientras que el crecimiento anormal de grano tiene como característica la presencia de una pequeña fracción de granos de gran tamaño que crecen a expensas de los más pequeños⁽⁸⁰⁾.

Uno de los primeros modelos referidos al crecimiento normal de grano fue propuesto por Burke⁽⁸¹⁾ y Burke y Turnbull⁽³⁰⁾ y consistió en asumir que la presión ejercida sobre el borde de grano provenía solamente de la curvatura del borde. Además hicieron las siguientes suposiciones:

- La energía de borde de grano (γ_b) es la misma para todos los bordes.
- El radio de curvatura de un grano individual (R) es proporcional al radio de curvatura promedio ($\bar{R}$). Entonces si α es constante geométrica:

$$P = \frac{\alpha \gamma_b}{\bar{R}} \quad 2-35$$

- La velocidad del borde de grano (dR/dt) es proporcional a la fuerza impulsora P , es decir que $dR/dt = cP$, donde c es una constante relacionada con la movilidad de borde de grano. Entonces:

$$\frac{d\bar{R}}{dt} = \frac{\alpha c_1 \gamma_b}{\bar{R}} \quad 2-36$$

$$\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2 = c_2 t \quad 2-37$$

La ecuación 2-37 es el resultado de integrar la ecuación 2-36. c_2 es una constante que depende de la temperatura de una forma del tipo Arrhenius y $\bar{R}_0$ es el tamaño del radio de grano inicial promedio.

En general los resultados experimentales no son consistentes con el valor de 2 para el exponente de tamaño de grano^{(79) (82)}, sin embargo en algunos metales de muy alta pureza este valor si es cercano a 2. La razón de este comportamiento no es del todo clara pero en general se exponen las siguientes dos razones:

- La movilidad de grano varía debido a la presencia de solutos en el mismo⁽¹⁾, como se mencionó en la sección 2.1.2.2.

- A tiempos largos o cuando los granos son grandes, la fuerza impulsora para el crecimiento disminuye y por lo tanto, como se indicará en la siguiente sección, las fuerzas que inhiben el crecimiento comenzarán a tener un rol más importante⁽⁸³⁾.

En varios trabajos experimentales se ha propuesto una variante de la ecuación 2-37, donde el valor del exponente se encuentra entre 4 y 10 dependiendo de la química del acero y de si el material sufre recristalización estática o metadinámica:

$$\bar{R}^n - \bar{R}_0^n = t \exp\left(\frac{Q_{GG}}{RT}\right) \quad 2-38$$

El control del tamaño de grano austenítico a través de la adición de microaleantes es una práctica muy utilizada actualmente. El inhibir el crecimiento a través de la formación de carburos, nitruros o carbonitruros puede conducir a un crecimiento anormal de grano cuando las partículas disminuyen su efectividad en el anclaje de bordes de grano debido a su engrosamiento o disolución^{(79) (84) (85)}. Los modelos de crecimiento de grano anormal y la influencia de los precipitados sobre la recristalización serán tratados con mayor detalle en la siguiente sección.

2.1.2.6 Interacción de la precipitación en la recristalización y en el crecimiento de tamaño de grano

La adición de elementos aleantes en el acero afecta el comportamiento en caliente durante la laminación ya sea cuando están en solución o cuando precipitan⁽⁸⁶⁾. Cuando los solutos se encuentran en solución retardan la recristalización debido a que afectan la movilidad de borde de grano (ver sección 2.1.2.2). El efecto de los microaleantes cuando precipitan sobre la recristalización y el crecimiento de grano será tratado a continuación.

Durante la laminación en caliente los precipitados de microaleantes pueden estar presentes previos a la deformación, formarse durante la deformación ó luego de ella. La precipitación que tiene lugar durante la laminación se denomina dinámica, mientras que la que ocurre isotérmicamente sin deformación se la conoce como estática. Es ampliamente conocido que la precipitación de AlN, NbCN y VCN se acelera con la deformación, cuando se compara con la precipitación durante tratamientos isotérmicos en estructuras no deformadas a la misma temperatura^{(86) (87) (88) (89)}. Este incremento en la cinética de precipitación es debido a la introducción durante la deformación de sitios favorables para la nucleación⁽⁹⁰⁾.

Dutta y Sellars⁽⁹¹⁾ fueron los primeros en elaborar una teoría de nucleación para el fenómeno de precipitación de (C,N)Nb inducida por deformación. El modelo tiene en cuenta los procesos de nucleación controlados por difusión⁽⁹²⁾ y los productos de solubilidad del Nb, C y N en la austenita⁽²⁾ para evaluar el comienzo de la precipitación como función de la deformación, temperatura, velocidad de deformación y composición. Como resultado obtuvieron la ecuación 2-39 para el tiempo del comienzo (5%) de precipitación, $t_{0.05}$, ajustando los parámetros a través del análisis de datos experimentales.

$$t_{0.05} = A[Nb]^{-1} \varepsilon^{-1} Z^{-0.5} \left(\exp \frac{270000}{RT} \right) \left(\exp \frac{B}{T^3 (\ln k_s)^3} \right) \quad 2-39$$

Donde $[Nb]$ es el porcentaje en peso de Nb en solución durante el calentamiento, ε es la deformación verdadera y Z es el parámetro de Zener Hollomon durante la deformación. T es la temperatura absoluta y k_s es la relación de sobre-saturación a una temperatura T :

$$k_s = [Nb][C + 12N/14]_{soln}/10^{2.26-6770/T} \tag{2-40}$$

A y B son constantes, la primera depende de la historia temomecánica del material, mientras que la segunda en general tiene el valor de $2.5 \cdot 10^{10} K^3$, donde K es la constante de equilibrio de la formación del (C,N)Nb. Posteriormente Dutta, Sellars y otros ^{(93) (94)} realizaron algunas modificaciones del modelo teniendo en cuenta que durante la formación de los precipitados la difusión del Nb ocurre principalmente a lo largo de las dislocaciones. Con la finalidad de ajustar el modelo de precipitación de Dutta-Sellars para la laminación en caliente de aceros de bajo carbono al Nb, varios autores han realizado algunas modificaciones adicionales teniendo en cuenta el efecto de los elementos aleantes como el Si, el Mn y el Cr ^{(95) (96) (97)}.

Liu y Jonas ⁽⁹⁸⁾ propusieron un modelo similar al de Dutta y Sellars para aceros microaleados al Ti, en los cuales no es posible relacionar de manera simple el producto de solubilidad del Ti(C,N) con la fuerza impulsora debido a que la concentración de N varía en el núcleo crítico. Luego Liu ⁽⁹⁹⁾ extendió este modelo para aceros al Nb, sin embargo en este trabajo no tiene en cuenta el engrosamiento (*coarsening*) de los precipitados ⁽⁹⁴⁾.

La dispersión de pequeñas partículas ejerce un retardo en la fuerza o presión de un borde de grano de bajo o alto ángulo, produciendo un importante efecto en los procesos de recuperación, recristalización y crecimiento de grano. Este efecto fue primeramente evidenciado por Zener y publicado por Smith ⁽¹⁰⁰⁾. La Figura 2.8 (a) representa una partícula de radio r situada en un límite de grano representado por una línea vertical. Ahora si el borde de grano se moviera hacia la derecha como se indica en la Figura 2.8 (b), este se curvaría y la fuerza de anclaje ejercida por esta partícula sobre el límite de grano estaría dada por la ecuación 2-41, donde γ es la energía de interfase del límite de grano, generalmente $0,8 \text{ Jm}^{-2}$.

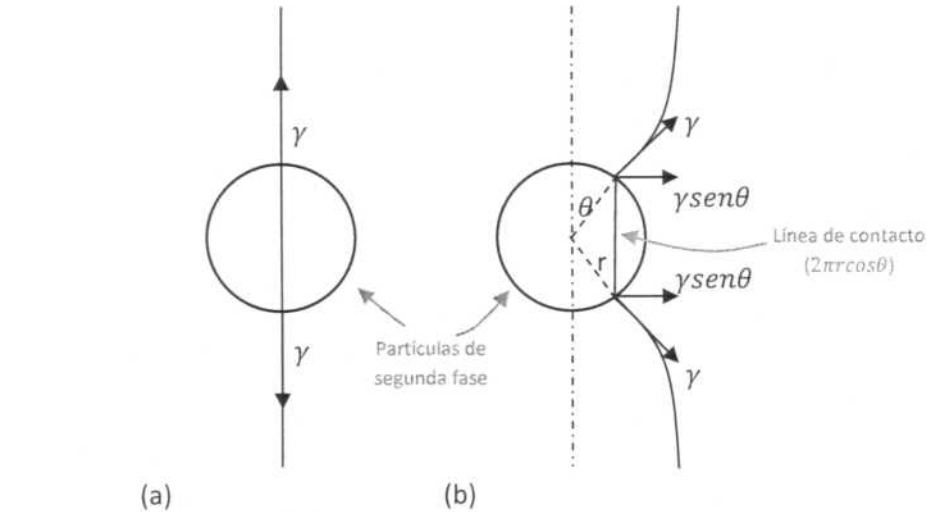


FIGURA 2.8 INTERACCIÓN ENTRE UN LÍMITE DE GRANO Y UNA PARTÍCULA DE SEGUNDA FASE ⁽¹⁰¹⁾.

$$F_z = 2\pi r \gamma \sin\theta \cos\theta \tag{2-41}$$

La fuerza de anclaje de Zener (F_z) alcanzará su valor máximo cuando $\theta = 45^\circ$:

$$F_z = \pi r \gamma \quad 2-42$$

Para una fracción en volumen F_v de una distribución de partículas esféricas de radio r , el número de partículas por unidad de volumen (N_v) está dado por:

$$N_v = \frac{3F_v}{4\pi r^3} \quad 2-43$$

La presión de pinning, es decir la fuerza de anclaje de Zener, que las partículas ejercen en el borde de grano difiere según el tipo de interacción entre la partícula y el borde, lo cual modifica el cálculo del número de partículas por unidad de área de grano (N_s). Entonces si se considera que el borde de grano es planar o semi planar, el tamaño de grano o subgrano es mucho mayor que el espaciado entre las partículas y el borde de grano es rígido, como supone Gladman⁽¹⁰²⁾, N_s estará dada por:

$$N_s = N_v 2r = \frac{3F_v}{2\pi r^2} \quad 2-44$$

Este tratamiento difiere del original realizado por Zener⁽¹⁰⁰⁾, en el cual el número de partículas por unidad de volumen se multiplica por r en vez de $2r$. Sin embargo es una muy buena aproximación para el cálculo de la fuerza de Zener. Tratamientos más rigurosos pueden encontrarse en trabajos como los de Cuddy⁽¹⁰³⁾; Hansen y otros⁽¹⁰⁴⁾; Nes y otros⁽¹⁰⁵⁾; Hillert⁽¹⁰⁶⁾; y Doherty y otros⁽¹⁰⁷⁾.

Considerando las ecuaciones 2-42 y 2-44 se obtiene la fuerza de anclaje máxima debido a todas las partículas, P_z , sobre el límite de grano:

$$P_z = N_s F_z = \frac{3F_v \gamma}{2r} \quad 2-45$$

También puede ser escrita de manera general como $P_z = \gamma z$ donde $z = (3F_v/2r)$ se denomina factor de Zener.

Teniendo en cuenta los tratamientos anteriores la fuerza impulsora total para la recrystalización (P_{tot}) estará dada por las ecuaciones 2-15, 2-16 y 2-45, entonces:

$$P_{tot} = G_r - P_c - P_z = \frac{1}{2} \Delta \rho \mu b^2 - \frac{2\gamma}{r} - \frac{3F_v \gamma}{2r} \quad 2-46$$

Los granos recrystalizados no crecerán a menos que P_{tot} sea positiva y por lo tanto es esperable que la recrystalización se detenga cuando F_v/r sea mayor que un valor crítico, el cual será mayor para fuerzas impulsoras para la recrystalización pequeñas. De acuerdo a Humphreys y Hatherly⁽¹⁾ la nucleación se detendrá cuando $F_v/r > 0,15 \mu m^{-1}$, valor que coincide con los observados experimentalmente, mientras que el crecimiento de un núcleo recrystalizado se detiene para valores de F_v/r entre $0,2$ y $0,6 \mu m^{-1}$. Por lo tanto la precipitación tiene un rol preponderante tanto en la nucleación como en el crecimiento de los granos recrystalizados. Además es importante mencionar que: si la relación entre F_v/r es grande, es decir si la

partícula es mayor a $1\mu\text{m}$, los precipitados comienzan a actuar como sitios de nucleación aumentando en este caso la velocidad de nucleación, esta teoría fue desarrollada por Humphreys^{(108) (109) (110)} y se conoce como nucleación estimulada por precipitación (*particle stimulated nucleation, PSN*)⁽¹¹¹⁾.

En la actualidad sigue siendo cuestión de debate e investigaciones la interacción entre los precipitados y la recrystalización de la austenita^{(112) (113) (114)}. Un claro ejemplo son los trabajos recientemente publicados por Vervynckt y otros^{(115) (116)}, en los cuales se realiza un estudio detallado de los precipitados mediante microscopía de transmisión, cálculos termodinámicos, espectroscopía de masa y difracción de rayos x y evalúa como afecta la precipitación, junto con el efecto de arrastre por solutos, a la recrystalización de la austenita modificando la fuerza impulsora.

En los aceros microaleados la relación entre los precipitados y los fenómenos de ablandamiento es complicada debido a que la presencia de una microestructura deformada puede afectar la naturaleza y la cinética del proceso, además de la interferencia directa de los precipitados en la recuperación y la recrystalización. Por ejemplo la fuerza impulsora para el comienzo de la recrystalización, durante algún momento, puede ser menor a la fuerza de anclaje debido a la nucleación de precipitados y luego volver a ser mayor cuando estos comienzan a coalescer. Esta competencia entre estas fuerzas explicaría la aparición y la finalización del *plateau* observado en algunas curvas durante la cinética de ablandamiento, como se detalla en la Figura 2.9. En el trabajo de Vervynckt y otros⁽¹¹⁵⁾ se demuestra mediante el análisis por microscopía electrónica de transmisión la aparición de los precipitados al comienzo del *plateau*.

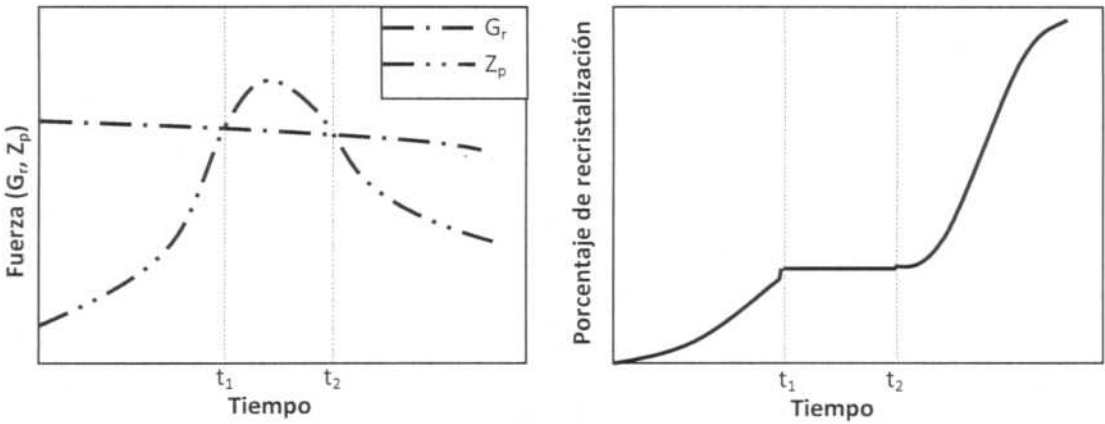


FIGURA 2.9 INFLUENCIA DE LA PRECIPITACIÓN SOBRE LA RECRISTALIZACIÓN.

Además de influir en la recrystalización, las partículas de segundas fases pueden afectar la recuperación mediante (I) el anclaje individual de las dislocaciones restringiendo la formación inicial de bordes de bajo ángulo, o (II) restringiendo el crecimiento de los subgranos. En los últimos años se han realizado algunos avances en el estudio del efecto de las partículas en el crecimiento de subgranos^{(117) (118)}, sin embargo todavía no existe una teoría unificada de movilidad de borde de grano basada en la interacción de las dislocaciones⁽¹¹¹⁾.

La manera en que interaccionan las partículas y la distribución de tamaño de grano para determinar el crecimiento normal y anormal de grano fue estudiada por Gladman⁽¹⁰²⁾. Esta teoría define un radio crítico de precipitado por encima del cual no podrá anclar más el borde de grano generando el crecimiento de grano.

El modelo de Zenner fue utilizado en varias teorías concernientes al crecimiento normal y anormal de grano, en la mayoría de ellas para determinar la cinética y distribución se utiliza la relación básica dada por la ecuación 2-15 con la incorporación de la presión de Zenner. Ejemplos de esto son los modelos desarrollados por Hillert⁽⁷⁹⁾, Andersen y Grong⁽⁸⁵⁾, y Rios⁽¹¹⁹⁾. Humphreys⁽¹²⁰⁾ ⁽¹²¹⁾ propuso una teoría unificada de recuperación, recrystalización y crecimiento de grano en microestructuras celulares que contengan partículas. El mayor obstáculo que presenta este modelo es la falta de información de parámetros básicos de cada material, como por ejemplo energías de borde de grano y movilidades las cuales son entradas esenciales del modelo, además de no ser una buena aproximación para materiales con baja energía de fallas de apilamiento (hierro en fase austenítica).

2.2 Aplicación de modelos microestructurales a condiciones reales de laminación en caliente

Cuando se modelan procesos termo-mecánicos industriales es muy difícil predecir apropiadamente, o en suficiente detalle, la microestructura deformada. Una de las razones principales es que no es fácil conocer las condiciones específicas de deformación y temperatura a las cuales está sometido el material. El uso de modelos de elementos finitos y un adecuado ajuste y validación del mismo en base a datos experimentales, permitirá describir el estado deformado y los gradientes de temperatura. Además de esta información, para conocer la evolución microestructural a través de aplicación de modelos teóricos son necesarias mediciones experimentales de una gran precisión (como por ejemplo: movilidad de grano, densidad de dislocaciones). En estos casos es de uso común el acople de un modelo de elementos finitos, para conocer las condiciones del material, con un modelo constitutivo semiempírico para la evolución microestructural (por ejemplo: recrystalización, recuperación o transformaciones de fase). Respecto al primer método escapa a la temática de este trabajo, mientras que como modelo de evolución microestructural será evaluada la recuperación, recrystalización, precipitación de microaleantes y crecimiento de grano, descritos en las secciones anteriores.

2.3 Métodos experimentales para seguir la evolución de los procesos de recrystalización y crecimiento de grano

La principal dificultad experimental radica en seguir la evolución microestructural a alta temperatura. Para determinar la cinética de recrystalización se pueden utilizar métodos directos como la cuantificación metalográfica en muestras templadas para mantener la microestructura de alta temperatura, o métodos indirectos como la deformación interrumpida y *stress relaxation*. Los métodos directos consisten en cuantificar, a través de microscopía óptica, microscopía electrónica o difracción de electrones retrodispersados (EBSD), el tamaño, distribución y forma del grano. Sin embargo estos procedimientos son tediosos, conllevan mucho tiempo de análisis y en muchos casos son imposibles de utilizar debido a la baja

templabilidad del acero, o a las complejas microestructuras obtenidas después de enfriar la austenita. Mientras que los procedimientos indirectos (mecánicos) evalúan la evolución de la recrystalización a través del grado de ablandamiento del material. Es importante mencionar que la fracción de ablandamiento medida para este tipo de procedimientos será el resultado de la combinación de los procesos de recrystalización y recuperación, indistinguibles en la mayoría de los casos⁽¹²²⁾.

En este trabajo se utilizaron mediciones indirectas para determinar la cinética de ablandamiento (ver en sección 2.3.2) y métodos directos para estudiar el tamaño de grano recrystalizado y su crecimiento a alta temperatura.

A continuación se tratarán en detalle los métodos directos para determinar la fracción de recrystalización y el tamaño de grano; y posteriormente se detallarán los métodos mecánicos indirectos para determinar la fracción de ablandamiento.

2.3.1 Método directo de cuantificación metalográfica

2.3.1.1 Determinación de la fracción de recrystalización

Durante la deformación plástica el material sufre cambios a diferentes niveles: microestructuralmente los límites de grano de alto ángulo se orientan en la dirección de mayor deformación. A partir de esta observación es posible discernir entre los granos que siguen deformados y los ya recrystalizados que tienen una geometría equiaxial. En la Figura 2.10 se observa un esquema de la evolución de una microestructura deformada hasta que recrystaliza completamente y se produce el crecimiento de grano.

Mediante la microscopía óptica y electrónica de barrido es posible observar los límites de grano de alto ángulo, en la Figura 2.10 los indicados con trazos más gruesos. Además de la importancia de la resolución del instrumento de caracterización, es fundamental revelar adecuadamente estos bordes de grano (ver sección 3.2.4: Determinación de tamaño de grano) para su correcta determinación. El método más directo para cuantificar la recrystalización es superponer dos grillas rotadas 90° entre sí y evaluar en las intersecciones si el grano se encuentra recrystalizado. Luego se divide la cantidad de intersecciones en las que hay granos recrystalizados sobre las intersecciones totales y así es posible obtener el porcentaje de recrystalización. Mientras menor sea la separación entre las grillas, más preciso será el análisis. Si alguna intersección coincide con el límite entre un grano recrystalizado y otro no, se contará como ½.

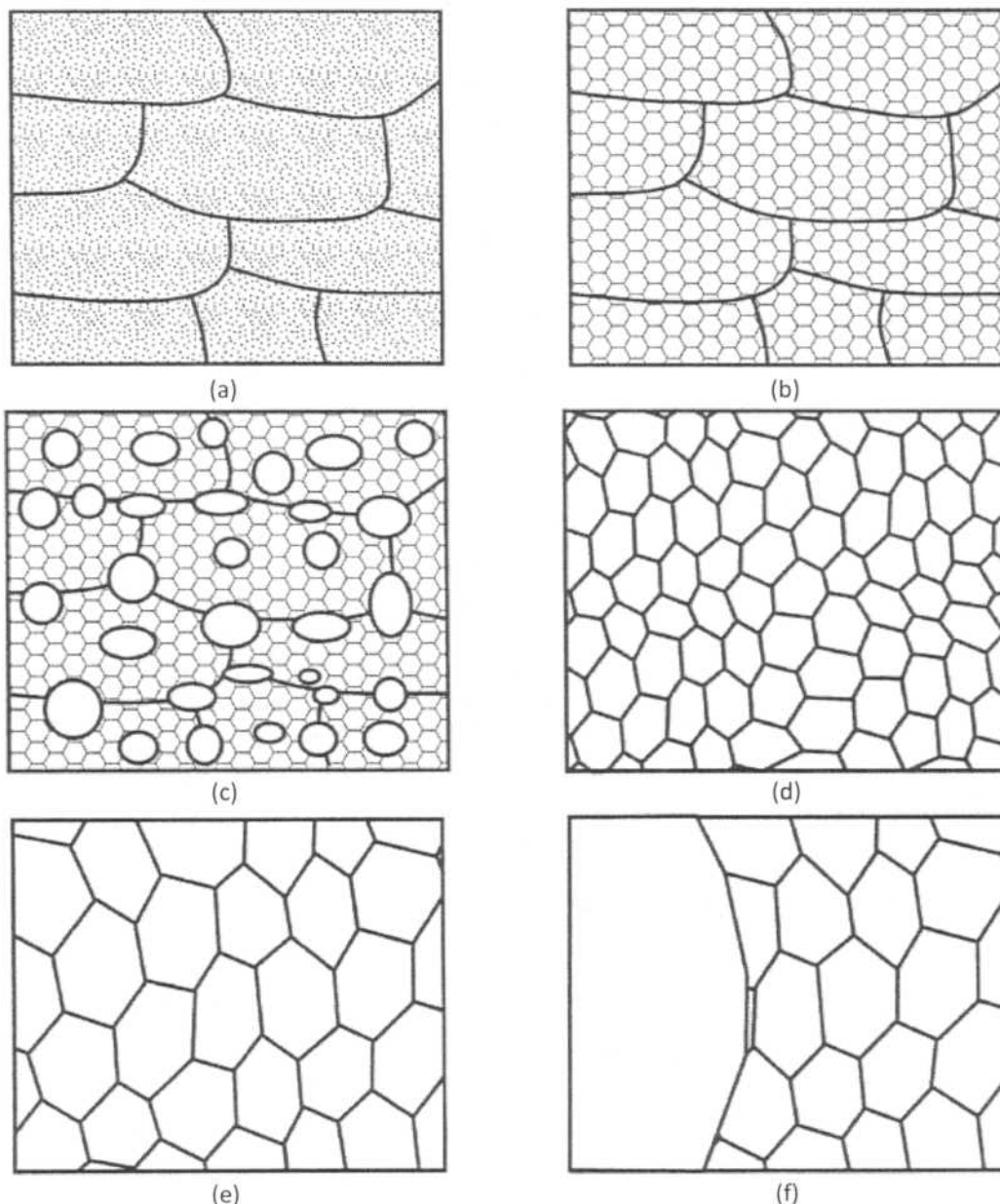


FIGURA 2.10 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE LOS PRINCIPALES PROCESOS DE ABLANDAMIENTO; (A) ESTADO DEFORMADO, (B) RECUPERACIÓN, (C) PARCIALMENTE RECRISTALIZADO, (D) TOTALMENTE RECRISTALIZADO, (E) CRECIMIENTO DE GRANO Y (F) CRECIMIENTO DE GRANO ANORMAL. ⁽¹⁾

2.3.1.2 Determinación de tamaño de grano

En la actualidad las únicas herramientas confiables para estimar el tamaño de grano durante la laminación en caliente son las simulaciones termomecánicas hechas en laboratorio, con el posterior "congelamiento" de la microestructura a través del temple y evaluando el tamaño de grano austenítico resultante. Algunas técnicas modernas como la atenuación ultrasónica laser permitiría tener una estimación del tamaño de grano en tiempo real durante la laminación en caliente ⁽¹²³⁾.

Principalmente existen tres métodos para la determinación metalográfica del tamaño de grano. Estos son: (I) Método de comparación con cartilla, (II) Método de intercepción de Heyn y (III) Método planimétrico de Jeffries. Los detalles sobre estos métodos se encuentran en la

norma ASTM E112⁽¹²⁴⁾, el utilizado en este trabajo fue el de Heyn y será detallado en la sección 3.3 del procedimiento experimental.

2.3.2 Métodos indirectos para la determinación de cinética de ablandamiento.

Debido a que muchas veces es difícil la distinción entre un grano deformado y uno recrystalizado, a pesar de que el ataque haya revelado correctamente el límite de grano austenítico primario, es común la utilización de diferentes ensayos mecánicos como el *double-hit* (DHT) y *stress relaxation* (SRT) para determinar la cinética de ablandamiento. Estos permiten determinar la fracción de ablandamiento como función de la temperatura en un intervalo de tiempo luego de la deformación, también pueden realizarse con una gran variedad de modos de deformación en distintos tipos de equipos, como por ejemplo: torsión en una máquina de torsión en caliente, compresión uniaxial en un plastodilatómetro o en una prensa de alta velocidad y compresión a deformación plana en una Gleeble®.

A pesar de la numerosa bibliografía disponible sobre la cinética de recrystalización de aceros microaleados, no es sencillo relacionar los datos entre sí debido a que esta se encuentra influenciada por el esquema de deformación, el equipamiento utilizado y el método de análisis. Hasta el día de hoy sólo se han informado algunas comparaciones entre las diferentes técnicas y métodos^{(125) (122) (126) (127) (128)}. También en varios trabajos se han realizado comparaciones entre los métodos de DHT y SRT^{(129) (130) (131)}, encontrándose discrepancias entre los diferentes autores. Sin embargo debido a que los autores utilizaron diferentes equipos y métodos de análisis para obtener los resultados, es sumamente difícil encontrar las razones para estas discrepancias⁽¹³²⁾. A continuación se describirán brevemente los dos ensayos mecánicos, en la sección de procedimiento experimental se tratará en detalle el análisis de los resultados del DHT debido a que fue el utilizado en el desarrollo de la tesis para determinar la fracción de ablandamiento.

2.3.2.1 Double-Hit

El método de ensayo de Double-Hit fue desarrollado por Petkovik y otros⁽¹³³⁾ para analizar el comportamiento de la austenita durante los intervalos entre deformaciones de la laminación en caliente. Consiste en aplicar una deformación, luego descargar el material durante un tiempo determinado, en el cual actuarán los mecanismos de ablandamiento, y aplicar nuevamente una deformación de igual magnitud a la primera. La fracción de ablandamiento se determinará al comparar las dos curvas de tensión-deformación. La forma de la segunda curva se encontrará fuertemente influenciada por el tiempo intermedio entre las deformaciones.

En la Figura 2.11 se observan dos gráficos esquemáticos: el primero (a) corresponde a las curvas de tensión-deformación para la primera y la segunda compresión (colores verde y negro, respectivamente), que, como se mencionó, dependerá fuertemente del tiempo intermedio. Si éste es el suficiente como para que ocurra un ablandamiento total la segunda curva será idéntica a la primera. Para cada tiempo intermedio se obtendrán diferentes fracciones de ablandamientos (R) mediante una regla de proporciones (ver sección 4.2: Determinación de la cinética de ablandamiento). Calculado el R para cada Δt , es posible graficar la cinética de ablandamiento como se observa en la Figura 2.11 (b).

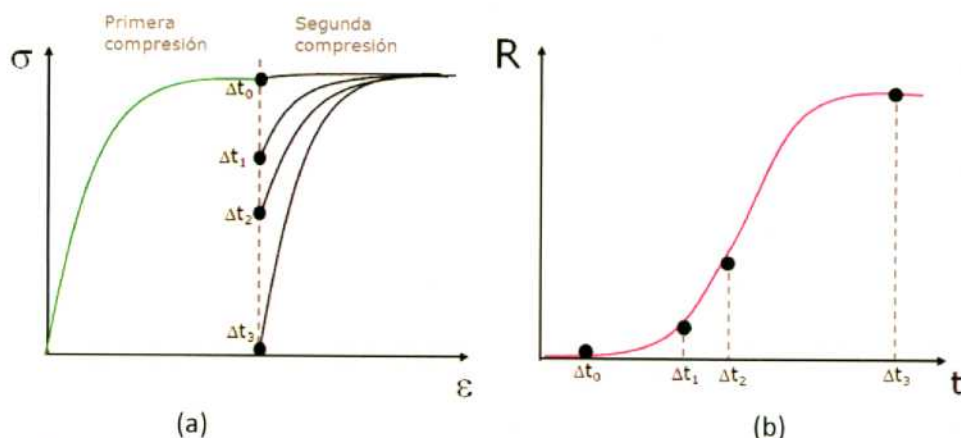


FIGURA 2.11 ESQUEMA PARA DETERMINAR LA CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO. $\Delta t_0 < \Delta t_1 < \Delta t_2 < \Delta t_3$, ESTE ÚLTIMO ES EL TIEMPO PARA QUE EL MATERIAL SUFRA UN ABLANDAMIENTO TOTAL.

2.3.2.2 Stress relaxation

Mediante este ensayo es posible seguir la evolución de la tensión en función del tiempo a la temperatura a la cual se deformará el material. Primero es necesario aplicar una deformación, luego el desplazamiento se mantiene constante y se mide la tensión en función del tiempo de ablandamiento. En algunos casos es necesario aplicar una segunda compresión luego de la relajación para corroborar si el ablandamiento fue total. La ventaja de este método es que es posible diferenciar el ablandamiento debido a la recuperación del debido a la recrystalización y además permite obtener la curva de cinética de ablandamiento a partir de un solo ensayo. La razón por la cual no es tan utilizado a pesar de las grandes ventajas que presenta es que existen problemas prácticos como: la homogeneidad en la deformación, el envejecimiento y el endurecimiento por deformación durante el ensayo, la sensibilidad del equipamiento con la temperatura y la relajación del equipamiento ^{(134) (132)}.

El análisis de la curva de relajación obtenida no siempre es del todo claro. De acuerdo a Karjalainen ^{(135) (136) (130)} si se asume que la recuperación estática y la recrystalización estáticas no ocurren al mismo tiempo, es posible diferenciar estos procesos a partir de la curva típica de forma sigmoidal de la tensión en función del logaritmo del tiempo obtenida del ensayo.

2.4 Referencias

1. Humphreys, F. J. y Hatherly, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd Edition. s.l. : Elsevier Ltd, 2004. 0-08-0441645.
2. Gladman, T. *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*. London : The institute of Materials, 1997. 0 910716 81 2.
3. Monti, Ana María. *Apunte de Curso de Maestría en Ciencia y Tecnología de los Materiales: Defectos en Cristales*. San Martín : Instituto Sábato, 1994.
4. Dieter, G. E. *Mechanical metallurgy*. Third Edition. s.l. : McGraw-Hill, 1986.
5. Taylor, G. I. 362, Londres : s.n., 1934, Proc. Roy. Soc., Vol. A145, pág. 388.
6. Orowan, E. 1934, Z. Physik, Vol. 89, pág. 605.

7. Polanyi, M. 1934, Z. Physik, Vol. 89, pág. 660.
8. Reed-Hill, Robert E. y Abbaschian, Reza. *Physical Metallurgy Principles. Third Edition.* Boston : PWS Publishing Company, 1992. 0-534-92173-6.
9. Kochendörfer, A. 1938, Zeit. Phys., Vol. 108, pág. 244.
10. Laurent, P. 1945, Rev. Mét., Vol. 42, págs. 79, 125, 156, 194, 230.
11. Kuhlmann, D. 1951, Proc. Phys. Soc., Vol. A64, pág. 140.
12. Mott, N.F. Proc. Phys. Soc., Vol. B 64, pág. 729.
13. Seeger, A. *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals.* New York : John Wiley and sons, 1957. pág. 243.
14. Wiedersich, H. 1964, Journals of Metals, Vol. May, pág. 425.
15. Pauskar, P.M. y Shivpuri, R. Simulation of Microestructural Evolution in Steels. [ed.] D.U. Furrer y S.L. Semiatin. *ASM Handbook. Volume 22A. Fundamentals of Modelling for Metals Processing.* Ohio : ASM International, 2009.
16. Doherty, R.D., y otros. 1997, Materials Science and Engineering, Vol. A238, págs. 219-274.
17. Panel Discussion on Recrystallization Texture. Doherty, R. D., y otros. [ed.] J.S. Kallend y G. Gottstein. Warrendale, PA : TMS, 1988. ICO-TOM 8. pág. 369.
18. Novikov, V. *Grain Growth and Control of Microstructure and Texture in Polycrystalline Materials.* Boca Raton, FL : CRC Press, 1996.
19. Cahn, R.W. Chapter 28. Recovery and Recrystallization. [aut. libro] R.W. Cahn y P. Haasen. *Physical Metallurgy: fourth, revised and enhanced edition.* Amsterdam : Elsevier Science, 1996.
20. Hirth, J. P. y Lothe, J. *Theory of dislocations. Second edition.* Malabar, Fl. : Krieger Publishing Company, 1982.
21. Hull, D. y Bacon, D. J. *Introduction to dislocations. Fourth edition.* Oxford : Butterworth-Heinemann, 2001.
22. Li, J.C.M. *Recrystallization, Grain Growth and Textures.* Ohio : ASM, 1966, pág. 45.
23. Friedel, J. *Dislocations.* London : Addison-Wesley, 1964.
24. Kuhlmann, (ahora Kuhlmann-Wilsdorf). 1948, Z. fur Phys., Vol. 124, pág. 468.
25. Cottrell, A. H. y Aytakin, V. 1950, J. Inst. Metals, Vol. 77, pág. 389.
26. Verdier, M., Brechet, Y. y Guyot, P. 1, 1999, Acta mater., Vol. 47, págs. 127-134.
27. Cahn, J.W. 1949, J. Inst. Metals, Vol. 76, pág. 121.

28. Lacombe, P. y Beaujard, L. 1947, J. Inst. Metals, Vol. 74, pág. 1.
29. Mehl, R.F. *ASM Metals Handbook*. Metals Park, Ohio : ASM, 1948, pág. 259.
30. Burke, J. E. y Turnbull, D. 1952, Prog. Metal Phys., Vol. 3, pág. 220.
31. Montheillet, F. y Jonas, J. J. Models of Recrystallization. [aut. libro] ASM. *ASM Handbook. Volume 22A: Fundamentals of Modeling for Metals Processing*. Metals Park, Ohio : ASM International, 2009.
32. Doherty, R. D. 1974, Met. Sci. J., Vol. 8, págs. 132-142.
33. Turnbull, D. y Fisher, J. C. 1949, J. Chem. Phys., Vol. 17, pág. 71.
34. Turnbull, D. [aut. libro] F. Sietz y D. Turnbull. *Solid State Physics, vol. 3*. New York : Academic Press, 1956, pág. 226.
35. Christian, J. W. *The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Part I*. Oxford : Pergamon, 2002.
36. Doherty, R. D. [aut. libro] F. Haessner. *Recrystallization of Metallic Materials*. Berlin : Dr. Rieder Verlag, 1978, pág. 23.
37. *On the nucleation kinetics of static recrystallization*. Sun, W. P., Hawbolt, E. B. y Meadowcroft, T. R. s.l. : ISS, 1996. 37th MWSP Conf. Proc. Vol. XXXIII, págs. 679-688.
38. Cahn, R.W. 1950, Proc. Phys. Soc., Vol. A63, pág. 323.
39. Cottrell, A. H. 1953, Prog. Met. Phys., Vol. 4, pág. 255.
40. Beck, P.A. 1954, Adv. Phys., Vol. 3, pág. 245.
41. Hu, Hsun. 1962, Acta Metall., Vol. 10, pág. 112.
42. Hu, Hsun. 1962, Trans. Met. Soc. AIME, Vol. 224, pág. 75.
43. Hu, Hsun. *Recovery and Recrystallization of Metals*. New York : Interscience, 1963. pág. 311.
44. Beck, P. A. y Sperry, P. R. 1949, Trans. AIME, Vol. 180, pág. 240.
45. Beck, P. A. y Sperry, P. R. 1950, J. Appl. Phys., Vol. 21, pág. 150.
46. Bailey, J. E. y Hirsch, P. B. 1962, Proc. Roy. Soc., Vol. 267A, pág. 11.
47. Zurob, H. S., Brechet, Y. y Purdy, G. 2001, Acta Mater., Vol. 49, págs. 4183-4190.
48. Gleiter, H. 1969, Acta Metall., Vol. 17, pág. 853.
49. Smith, D.A., Rae, C.M.F. y Grovenor, C.R.M. *Grain boundary Structure and Kinetics*. ASM Metals Park, Ohio : Ballufi, 1980, pág. 337.

50. Kolmogorov, A.N. 1, USSR-Ser-Matemat : s.n., 1937, Izv. Akad. Nauk., Vol. 3, pág. 355.
51. Johnson, W.A. y Mehl, R.F. 1939, Trans. Metall. Soc. AIME, Vol. 135, pág. 416.
52. Avrami, M. 1939, J. Chem. Phys., Vol. 7, pág. 1103.
53. Zurob, H.S., y otros. 2002, Acta Mater., Vol. 50, págs. 3075-3092.
54. Turnbull, D. 1951, Transactions of the American Institute of Mining Engineers, Vol. 191, pág. 661.
55. Cahn, J.W. 1962, Acta Metall., Vol. 10, pág. 789.
56. Lücke, K. y Stüwe, H.P. [ed.] L. Himmel. *Recovery and Recrystallization in Metals*. s.l. : Interscience Publications, pág. 171.
57. Lücke, K. y Stüwe, H.P. 1971, Acta Metall., Vol. 19, pág. 1087.
58. Li, J. J., y otros. 2007, Acta Mater., Vol. 55, pág. 825.
59. Furu, T., Marthinsen, K. y Nes, E. 1990, Mats. Sci. and Tech., Vol. 6, pág. 1093.
60. *The physical metallurgy of hot working*. Sellars, C.M. [ed.] G. Davies y C.M. Sellars. London : The Metals Society, 1980. Hot working and Forming Processes. págs. 3-15.
61. Weiss, H. y otros. 1973, J. Iron Steel Inst., Vol. 211, pág. 703.
62. Hodgson, P.D. y Gibbs, R.K. 1992, Iron Steel Inst. Jpn. Int., Vol. 32, págs. 1329-1338.
63. Hodgson, P.D., y otros. [ed.] A.J. DeArdo, P. Repas y G. Tither. Warrendale, PA : ISS-AIME, 1996. Microalloying '95. págs. 585-590.
64. Semiatin, S.L. Chapter 3 - Evolution of Microestructure during Hot Working. [aut. libro] G.E. Dieter, H.A. Kuhn y S.L. Semiatin. *Handbook of Workability and Process Desing*. Metals Park, Ohio : ASM International, 2003.
65. Roberts, W. [aut. libro] G. Krauss. *Deformation, Processing and Structure*. Metals Park, OH : ASM, 1982, págs. 109-184.
66. Blum, W. [aut. libro] R.W. Cahn, P. Haasen y E.J. Kramer. *Materials Science and Technology*. Weinheimen : VCH, 1991, Vol. 6, págs. 363-405.
67. Kocks, U.F. 1976, Eng. Mater. Technol. Trans. AIME, Vol. 98, págs. 76-85.
68. Estrin, Y. y Mecking, H. 1984, Acta Metall., Vol. 32, págs. 57-70.
69. Bergström, Y. 1969-70, Mater. Sci. Eng., Vol. 5, págs. 193-200.
70. Laasraoui, A. y Jonas, J.J. 1991, Metall. Trans. A, Vol. 22, pág. 1545.
71. Yoshie, A., Morikawa, H. y Onoe, Y. 1987, Trans. ISIJ, Vol. 27, pág. 425.

72. Sakai, T. y Jonas, J.J. 1984, Acta Metall., Vol. 32 , pág. 189.
73. Sah, J. P., Richardson, G. J. y Sellars, C. M. 1974, Metal Sci., Vol. 8, pág. 325.
74. Derby, B. y Ashby, M. F. 1987, Scripta Metall., Vol. 21, pág. 879.
75. Poliak, E.I. y Jonas, J.J. 1, 1996, Acta Mater., Vol. 44, págs. 127-136.
76. McQueen, H.J. 2004, Materials Science and Engineering A, Vols. 387-389, págs. 203-208.
77. Djaic, R.A.P. y Jonas, J. J. 1972, J. Iron and Steel Inst., Vol. 210, pág. 256.
78. Petkovic, R.A., Lutton, M.J. y Jonas, J.J. 1979, Acta Metall., Vol. 27, pág. 1633.
79. Hillert, M. 1965, Acta Metall., Vol. 13, págs. 227-238.
80. Zavaleta Gutierrez, Nilthon Emerson. Estudio del proceso de crecimiento heterogéneo de grano austenítico en aceros martensíticos 9%Cr. *Tesis Doctoral. Instituto Sábato*. San Martín, Bs.As., Argentina. : s.n., 2010.
81. Burke, J.E. 1949, Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., Vol. 180, pág. 73.
82. Hu, H. y Rath, B.B. 1970, Met. Trans., Vol. 1, pág. 3181.
83. Gladman, T. *Grain Size Control*. London : Maney, 2004. 1904350224.
84. Gladman, T. University of Sussex : s.n., 28-30 de March de 1969, Joint Activity, Reprints of Papers, págs. 57-64.
85. Andersen, I. y Grong, O. 7, 1995, Acta metall. mater., Vol. 43, págs. 2673-2678.
86. Akben, M.G., Weiss, I. y Jonas, J.J. 1981, Acta Metallurgica, Vol. 29, págs. 111-121.
87. Vodopivec, F. 1973, JISI, Vol. 211, págs. 664-665.
88. Weiss, I. y Jonas, J. J. 1979, Metall. Trans. A., Vol. 10A, págs. 831-840.
89. Le Bon, A., Rofes-Vernis, J. y Rossard, C. 1975, Met. Sci., Vol. 9, págs. 36-40.
90. Crowther, D. N., Mohamed, Z. y Mintz, B. 1987, Metall. Trans. A, Vol. 18A, pág. 1929.
91. Dutta, B. and Sellars, C. M. 1987, Materials Science and Technology, Vol. 3, pp. 197-206.
92. Russell, K.C. 1980, Adv. Colloid Interface Sci., Vol. 13, págs. 205-318.
93. Dutta, B., Valdes, E. y Sellars, C.M. 4, 1992, Acta metall. mater, Vol. 40, págs. 653-662.
94. Dutta, B., Palmiere, E.J. y Sellars, C.M. 2001, Acta Materialia, Vol. 49, págs. 785-794.
95. Siciliano, F., y otros. [ed.] T. Chandra y T. Sakai. Warrendale, PA : TMS, 1997. Thermec '97. págs. 347-353.

96. **Siciliano, F. Jr. y Jonas, J. J.** 2000, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31A, págs. 511-530.
97. **Bai, D.Q.** *Ph.D. Thesis.* Montreal : McGill University, 1995. págs. 28-32.
98. **Liu, W.J. y Jonas, J.J.** 1989, Metall. Trans. A, Vol. 20A, págs. 689-697.
99. **Liu, W.J.** 1995, Met. Mat. Trans. A, Vol. 26A, págs. 1641-1657.
100. **Smith, C.S.** 1948, Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., Vol. 175, pág. 4.
101. **Reed-Hill.** *Principios de metalurgia física.* México : Editorial Continental, 1973.
102. **Gladman, T.** 1966, Proc. R. Soc. London, Vol. A294, pág. 298.
103. **Cuddy, L.J.** [ed.] A. J. DeArdo, G.A. Ratz y P.J. Wray. Pittsburgh : s.n., August 17-19 (1981). Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite. pág. 129.
104. **Hansen, S.S., Vander Sande, J.B. y Cohen, M.** 1980, Metall. Trans. A, Vol. 11A, pág. 387.
105. **Nes, E., Ryumand, N. y Hunderi, O.** 1985, Acta Metall., Vol. 33, pág. 11.
106. **Hillert, M.** 1988, Acta Metall., Vol. 36, pág. 3177.
107. **Doherty, R.D., y otros.** [ed.] Bilde-Sorensen y otros. Riso, Denmark : s.n., 1989. Proc 10th Riso Symp. pág. 31.
108. **Humphreys, F.J.** 1977, Acta Metall., Vol. 25, pág. 1323.
109. **Humphreys, F.J.** 1979, Met. Sci. J, Vol. 13, pág. 136.
110. **Humphreys, F.J.** [ed.] N. Hansen y otros. Roskilde, Denmark : s.n., 1980. Ist Int. Symp. on Metallurgy and Materials Science,. pág. 35.
111. **Manohar, P.A., Ferry, M. y Chandra, T.** 9, 1998, ISIJ International, Vol. 38, págs. 913-924.
112. **Kang, K.B., y otros.** 11, 1997, Scripta Materialia, Vol. 36, págs. 1303-1308.
113. **Dutta, B. y Palmiere, E.J.** 2003, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 34A, págs. 1237-1247.
114. **Ma, L., y otros.** 3, 2008, Journal of Iron and Steel Research International, Vol. 15, págs. 31-36.
115. **Vervynckt, S., y otros.** 2011, Materials science and Engineering A, Vol. 528, págs. 5519-5528.
116. **Vervynckt, S., y otros.** 6, 2009, ISIJ Internarional, Vol. 49, págs. 911-920.
117. **Jones, A.R. y Hansen, N.** 1981, Acta Metall., Vol. 29, pág. 589.
118. **Chang, S.K.** 1992, Mater. Sci. Technol., Vol. 8, pág. 760.

119. Rios, P.R. 1997, Acta Materialia, Vol. 45, págs. 1785-1789.
120. Humphreys, F.J. 10, 1997, Acta Materialia, Vol. 45, págs. 4231-4240.
121. Humphreys, F.J. 12, 1997, Acta Materialia, Vol. 45, págs. 5031-5039.
122. Fernández, López y Rodríguez-Ibabe. 5, 1999, Scripta Materialia, Vol. 40, págs. 543-549.
123. Dubois, M., y otros. 2000, Scripta Materialia, Vol. 42, págs. 867-874.
124. ASTM-International. ASTM E112 -10. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. WC, United States : s.n., 2010.
125. Parraguirre, I., y otros. 2005, Mater. Sci. Forum, Vols. 500-501, pág. 677.
126. Andrade, H. L., Akben, M. G. y Jonas, J. J. 1983, Metall. Trans. A, Vol. 14A, pág. 1967.
127. Yanagida, A. y Yanagimoto, J. 2008, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 487, pág. 510.
128. Rao, K.P., y otros. 2, 1993, Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 32, págs. 165-175.
129. Airaksinen, K., y otros. 1998, Mater. Sci. Forum, Vols. 284-286, pág. 119.
130. Perttula, J.S. y Karjalainen, L. P. 1998, Mater. Sci. Technol., Vol. 14, pág. 626.
131. Dzubinzky, M., Husain, Z. y van Haaften, W.M. 2004, Mater. Charact., Vol. 52, pág. 93.
132. Vervynckt, S., y otros. 3, 2010, Steel Research Int., Vol. 81, págs. 234-244.
133. Petkovic, R.A., Luton, M. J. y Jonas, J. J. 1975, Can. Met. Quart., Vol. 14, pág. 137.
134. Okazaki, K., Kagawa, M. y Aono, Y. 1976, Z. Metallkd., Vol. 67, pág. 47.
135. Karjalainen, L.P. 1995, Mater. Sci. Technol., Vol. 11, pág. 557.
136. Karjalainen, L.P. y Perttula, J.S. Monterey, California, USA : s.n., 1996. The third Intern. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena, REX '96.

3 Procedimiento experimental

A continuación se describen los procedimientos experimentales utilizados en la determinación de la fracción de ablandamiento y en la caracterización microestructural.

3.1 Material utilizado

El material utilizado fue un acero del tipo SAE/AISI 4130 modificado con un mayor contenido de Mo y la adición de microaleantes para refinar el grano (Nb, B, Ti). En la Tabla 3.1 se detalla la composición química del material utilizado.

TABLA 3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO UTILIZADO EN %PESO.

C	Mn	Si	Cr	Mo	Otros
0.24	0.41	0.22	1.01	0.72	Al-Nb-B-Ti

Todas las probetas fueron obtenidas de un tubo sin costura con un diámetro externo de 273,1mm y un espesor de pared de 26,88mm. Las condiciones originales del tubo fueron dos: (I) salido del laminador de la planta industrial; y (II) material de la condición anterior se austenizó a 900°C durante una hora en un horno Lindberg de laboratorio y luego se templó. Este último tratamiento se realizó con la finalidad de promover la precipitación de NbC.

3.2 Tratamientos termomecánicos

Estos tratamientos se efectuaron para simular distintas etapas del proceso de laminación en caliente. En este caso particular se realizaron ensayos de compresión a temperaturas entre 950°C y 1200°C, para determinar la fracción de ablandamiento y adicionalmente se realizaron temple a ciertos tiempos para caracterizar la microestructura.

Las probetas utilizadas fueron cilindros de 10mm de diámetro y 15mm de altura, esta relación de 1,5 entre la altura y el diámetro disminuye el efecto de abarrilamiento generado por la fuerza de fricción entre la muestra y las mordazas.

3.2.1 Equipo utilizado

Todos los ensayos fueron realizados en el simulador termomecánico Gleeble 3500. Este dispone de una cámara en la que se pueden realizar ensayos con atmósfera controlada, como por ejemplo en vacío, en atmósfera de argón y en mezclas de gases.

El sistema de calentamiento es de resistencia directa con control mediante lazo cerrado, alcanzando velocidades de calentamiento de hasta 10000°C/s. La temperatura es medida mediante termocuplas. Dependiendo del tipo utilizado, es posible el control de temperaturas hasta 1700°C ó 3000°C con una precisión de $\pm 1^\circ\text{C}$. El enfriamiento puede realizarse: por extracción del calor a través de las mordazas, ó si se requieren mayores velocidades de enfriamiento, por inyección de aire, agua ó mezclas de aire y agua. En los casos que fue necesario temprar la probeta se utilizó la opción de inyección de agua.

El sistema mecánico está provisto de válvulas servo-hidráulicas combinadas con un sistema hidráulico, y permite velocidades máximas de movimiento de pistón de 1m/s y una fuerza máxima de 98 kN.

La adquisición de datos y control se realiza por medio de un equipo de computación que opera mediante interfaces gráficas de usuario. Esta última facilita la programación de procesos a simular.

Para este tipo de ensayo (compresiones en caliente) se añadieron dos láminas de tantalio separadas por una de grafito entre la probeta y la mordaza para mejorar la conductividad térmica y una grasa de alta temperatura para disminuir el rozamiento, como se muestra esquemáticamente en la Figura 3.1. Para controlar la temperatura se soldó a la probeta una termocupla tipo S (Pt/Pt-Rh).

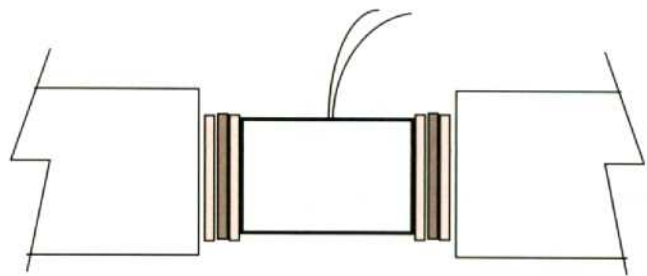


FIGURA 3.1 ESQUEMA DE LA PROBETA EN EL SIMULADOR GLEELE.

3.2.2 Caracterización del comportamiento en caliente del material

Para caracterizar el material de partida en la condición I (salido del laminador, *as-rolled*), primero se efectuaron nueve compresiones en caliente hasta una deformación real del 100%, aproximadamente, variando la temperatura y la velocidad de deformación. Antes de efectuar la compresión la probeta se mantuvo durante 2 minutos a 1250°C para asegurarse que todo el Nb se encontrara en solución y luego se enfrió a la temperatura a la que se efectuarán la compresión y se mantuvo durante 2 minutos para homogeneizar la temperatura, como se esquematiza en la Figura 3.2. En la Tabla 3.2 se resumen las compresiones realizadas.

Los resultados obtenidos son curvas de compresión en caliente que se grafican como tensión real vs deformación real.

TABLA 3.2 COMPRESIONES REALIZADAS

Temperatura (°C)	Velocidad de deformación, $\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)
1200	10; 1; 0,1
1100	10; 1; 0,1
1000	10; 1; 0,1

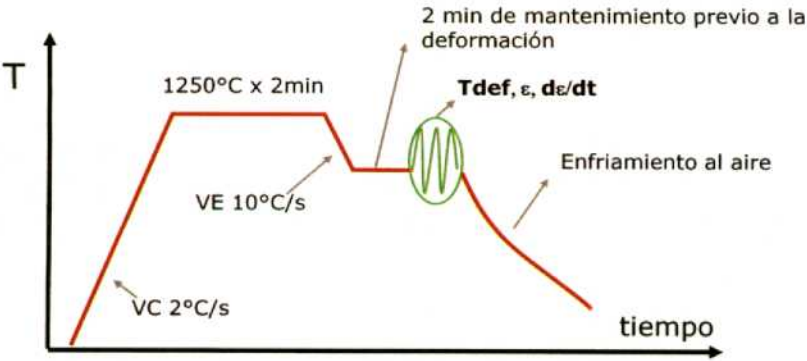


FIGURA 3.2 ESQUEMA DE CICLO TÉRMICO PREVIO A LA COMPRESIÓN

3.2.3 Determinación de fracción de ablandamiento

Con el propósito de evaluar la recristalización estática se utilizó el método de compresión interrumpida (*double hit*). Obtenidas las curvas de tensión-deformación a partir del ensayo de compresión es posible determinar la deformación crítica, ε_c , por debajo de la cual sólo es posible que el material recristalice estáticamente. Una vez elegida una deformación menor a la crítica y una velocidad de deformación (que fueron 0,15 y 1s⁻¹, respectivamente), se efectuaron los ensayos de compresión interrumpida, variando la condición inicial, la temperatura, y el tiempo entre la primera y segunda compresión. También se modificó la deformación y la velocidad de deformación para una temperatura (1100°C) dado que es importante evaluar la influencia de estas variables sobre la cinética de recristalización. En la Tabla 3.3 se resumen los ensayos realizados.

TABLA 3.3 ENSAYOS DE COMPRESIÓN INTERRUMPIDA

Condición inicial	Temperatura de deformación (°C)	Deformación, ε	Velocidad de deformación, $d\varepsilon/dt$ (s ⁻¹)	Tiempo entre 1 ^{ra} y 2 ^{da} deformación (s)
Condición I (Nb en solución)	1200	0.15	1	3, 7, 15, 20.
	1100	0.15	1	3, 7, 15, 20, 30.
	1100	0.3	1	3, 5, 10.
	1100	0.15	10	3, 6, 20, 40.
	1050	0.15	1	10, 20, 30, 60, 100, 300, 500, 1000.
	1000	0.15	1	15, 60, 250, 300, 600, 900, 1300, 1800, 2700, 3600.
	950	0.15	1	60, 100, 300, 600, 900, 1200, 1800, 2700, 3600.
Condición II (Nb precipitado)	1100	0.15	1	3, 5, 10, 20, 40.
	1000	0.15	1	3, 7, 10, 15, 30, 300.
	950	0.15	1	15, 30, 40, 60, 90.

Las dos condiciones iniciales fueron pensadas para analizar cómo afecta el niobio la cinética de ablandamiento. Para la condición I se usó el mismo ciclo de recalentamiento descrito en la compresión simple. Mientras que para la condición II, en la cual el Nb se encontraría inicialmente precipitado, se calentó las muestras a la temperatura a la que se deseaba realizar la compresión durante 2 minutos. En la siguiente figura se muestran los dos esquemas de los ciclos termomecánicos para las compresiones interrumpidas efectuadas en el simulador Gleeble.

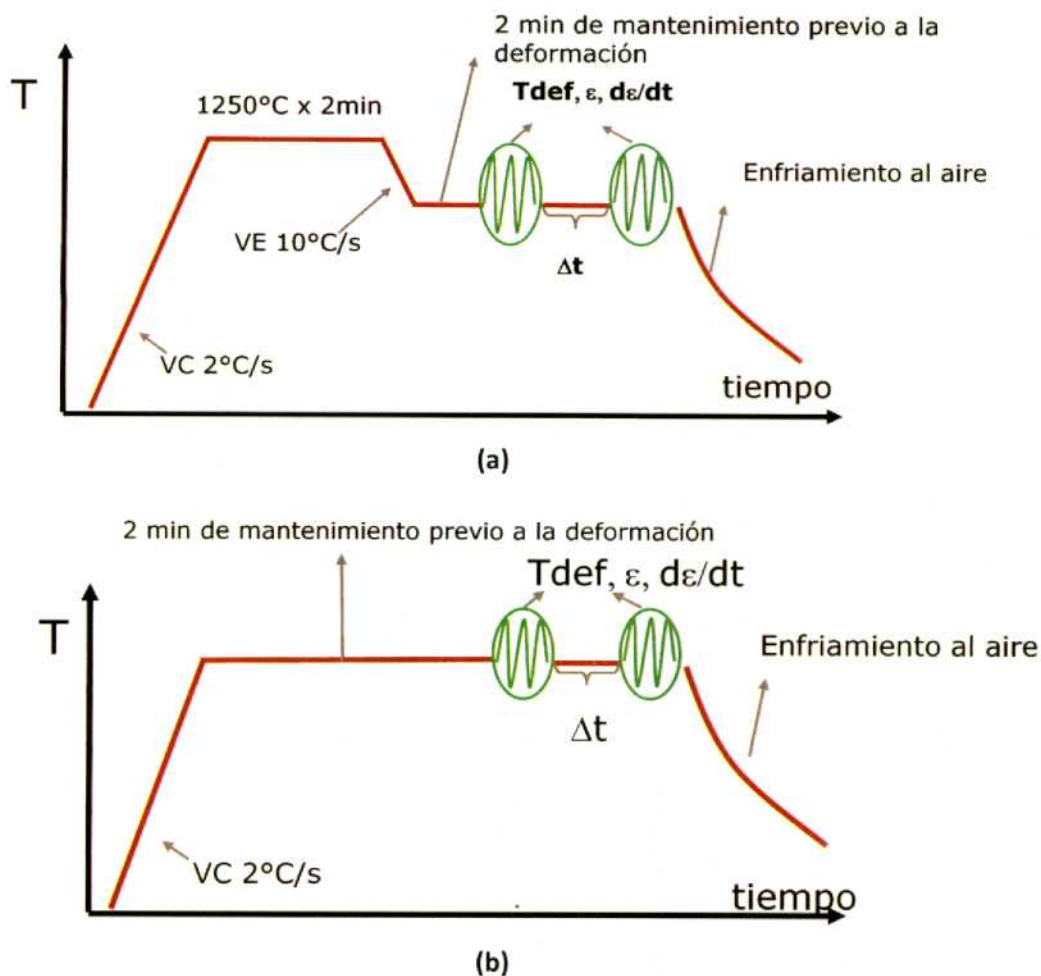


FIGURA 3.3 CICLOS TERMOMECAÑICOS DE COMPRESIÓN INTERRUPTIDA EFECTUADOS EN EL SIMULADOR TERMOMECAÑICO. (A) CONDICIÓN I; (B) CONDICIÓN II.

Con los datos obtenidos a partir del ensayo de compresión interrumpida se pueden graficar las curvas de tensión-deformación correspondientes a la primera y segunda compresión. Mediante el análisis de las mismas es posible determinar la fracción de ablandamiento. En la actualidad existen varios métodos para analizar estos datos, que principalmente se pueden dividir en tres grupos: método compensado, método de extensión bajo carga y método de la integral. En la sección 3.2.3.1 se describen los métodos mencionados.

El análisis de la incertidumbre de las mediciones realizadas y de la propagación del error para determinar la fracción de ablandamiento se encuentran tratados en detalle en el anexo 3.

3.2.3.1 Métodos utilizados para la determinación de fracción de ablandamiento

La mayoría de los métodos utiliza la regla de proporciones dada por la ecuación 3-1 para determinar la fracción de ablandamiento,

$$R_y = \frac{\sigma_{my} - \sigma_{ry}}{\sigma_{my} - \sigma_{0y}} \quad 3-1$$

donde σ_{my} , σ_{0y} y σ_{ry} son las tensiones del material endurecido por deformación, completamente recristalizado y parcialmente recristalizado, respectivamente.

En el método compensado ^{(1) (2)} se pueden encontrar tres variantes tomando distintos porcentajes de deformación: el de 0,2%; el de 2% y el 0,2% corregido. Para las primeras dos σ_{0y} y σ_{ry} son las tensiones de fluencia determinadas en la primera y segunda curva respectivamente teniendo en cuenta una deformación plástica de 0,2 ó 2 % dependiendo el caso. El valor de σ_{my} es la tensión máxima en la primera curva. En la siguiente figura se esquematiza el resultado de un ensayo y la determinación de cada tensión. En esta figura la curva verde y la roja representan la primera y segunda compresión, respectivamente. La línea verde punteada representaría la continuación de un único ensayo de compresión sometido a la suma de las dos deformaciones ($\varepsilon_1 + \varepsilon_2$).

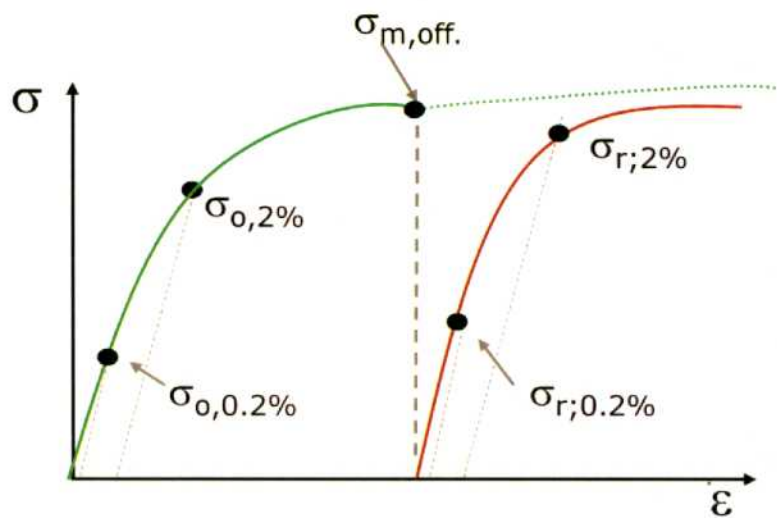


FIGURA 3.4 DETERMINACIÓN DE TENSIONES PARA CALCULAR LA FRACCIÓN DE ABLANDAMIENTO CON MÉTODOS COMPENSADOS.

El método del 0,2% corregido ⁽³⁾ consiste en modificar el valor de ablandamiento obtenido por el método del 0,2% para eliminar el aporte de la recuperación al ablandamiento y calcular así la fracción recrystalizada. Algunos autores ^{(1) (4) (5) (6)} creen que esta contribución es cercana al 20% entonces para calcular solamente la fracción recrystalizada:

$$R_c = \frac{R_{0,2\%} - 0,2}{0,8} \qquad 3-2$$

El método de extensión bajo carga consiste en calcular la fracción de ablandamiento en el 5% de deformación plástica para el primer y segundo *hit*, utilizando la ecuación 3-1. El valor σ_{my} corresponde en este caso a la austenita endurecida por deformación y se toma a partir de la continuación de la primera curva cuando la deformación toma un valor del 5% medido desde el origen de la segunda curva. En la Figura 3.5 se presenta un esquema de la determinación de las tensiones para calcular la fracción de ablandamiento por este método.

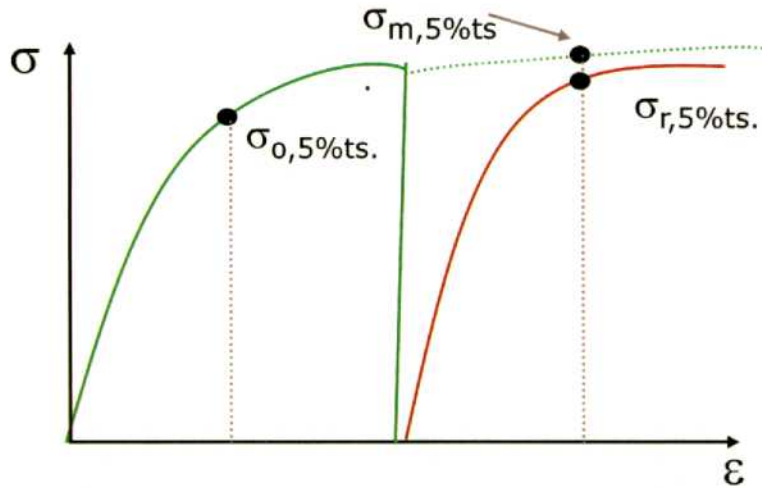


FIGURA 3.5 DETERMINACIÓN DE TENSIONES PARA CALCULAR LA FRACCIÓN DE ABLANDAMIENTO CON EL MÉTODO DE EXTENSIÓN BAJO CARGA.

El método de la integral, como su nombre lo indica, consiste en la integración de las áreas debajo de las curvas de tensión-deformación. La ecuación 3-3 es la utilizada para calcular la fracción de ablandamiento,

$$R_{\bar{\sigma}} = \frac{\bar{\sigma}_m - \bar{\sigma}_r}{\bar{\sigma}_m - \bar{\sigma}_0} \quad 3-3$$

$\bar{\sigma}_0$ y $\bar{\sigma}_r$ son las áreas de la primera y segunda curva respectivamente tomadas a iguales deformaciones, mientras que $\bar{\sigma}_m$ es el área de la curva hipotética sin ablandamiento, que se obtiene por la extrapolación de la primera. Un esquema se observa en la Figura 3.6.

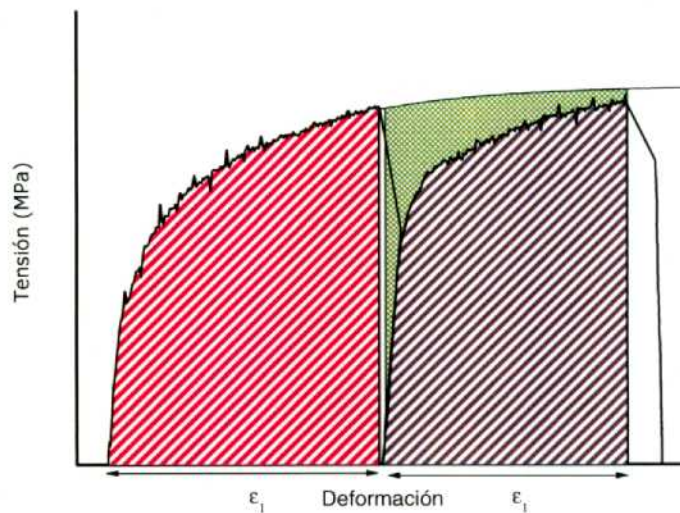


FIGURA 3.6 DETERMINACIÓN DE ÁREAS PARA CALCULAR LA FRACCIÓN DE ABLANDAMIENTO CON EL MÉTODO DE LA INTEGRAL.

3.2.4 Determinación de tamaño de grano

En todos los modelos constitutivos semiempíricos que describen la cinética de recrystalización estática, el tamaño de grano inicial es una de las variables a considerar junto a la temperatura,

deformación y velocidad de deformación. También es ampliamente conocido que el tamaño de grano influye notoriamente en la resistencia mecánica del material. Es por esto, que no sólo es necesaria la cuantificación del tamaño de grano antes de la deformación plástica, sino también cuando el material recrystaliza completamente y es sometido a una temperatura en la cual el grano crece.

En la actualidad la única herramienta fiable para evaluar el tamaño de grano es la simulación del proceso en el laboratorio, con el posterior templado de la probeta que permite “congelar” la microestructura y finalmente la medición del tamaño de grano a partir de la microestructura resultante.

3.2.4.1 *Tamaño de grano austenítico inicial*

Para determinar el tamaño de grano austenítico inicial, es decir previo a la deformación, se sometieron las probetas a los mismos ciclos de la Figura 3.3 templando antes de la primera deformación. Además se templó una probeta para revelar el tamaño de grano en la Condición I una vez finalizado el primer mantenimiento a 1250°C durante los 2 minutos; en la Tabla 3.4 se resumen los ensayos realizados. En la Figura 3.7 se esquematizan los ciclos térmicos a los cuales fueron sometidas las probetas.

TABLA 3.4 ENSAYOS REALIZADOS PARA DETERMINACIÓN DE TAMAÑO DE GRANO INICIAL

	Condición I (Nb en solución)	Condición II (Nb precipitado)
Temperatura previa al temple.	1250, 1200, 1100, 1050, 1000, 950.	1100, 1000, 950.

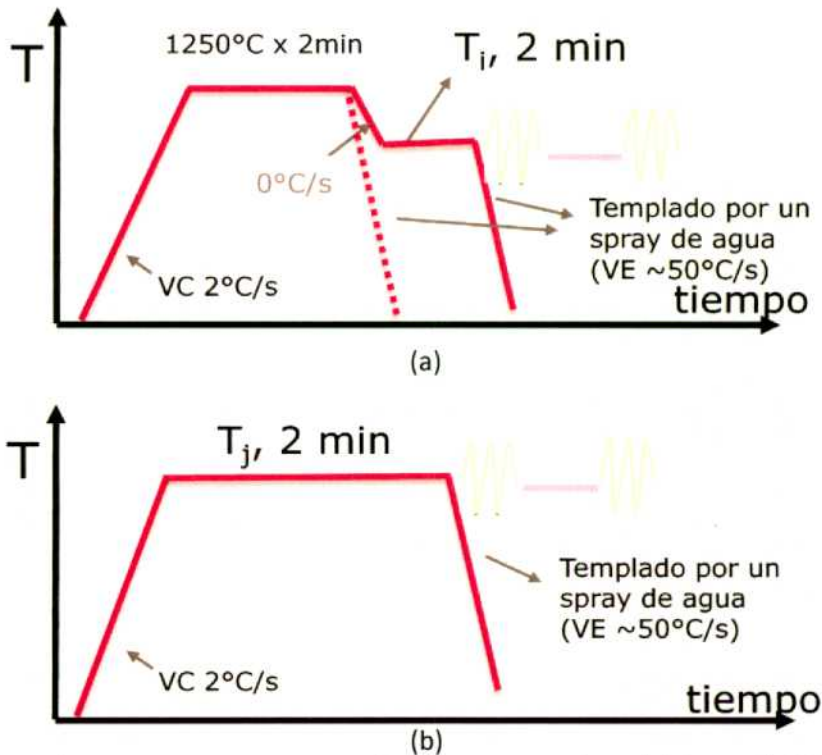


FIGURA 3.7 CICLOS TÉRMICOS PARA DETERMINAR TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO. (A) CONDICIÓN I: Ti=1200, 1100, 1050, 1000, 950; (B) CONDICIÓN II: Tj=1100, 1000, 950°C.

3.2.4.2 **Tamaño de grano austenítico 100%recristalizado y crecimiento de grano**

El objetivo de estos ciclos termomecánicos es evaluar el tamaño de grano luego de la deformación y transcurrido el tiempo para que ocurra una recrystalización total. Estos tiempos fueron obtenidos a partir de las curvas de ablandamiento realizadas para las temperaturas y condiciones mencionadas previamente. En este caso sólo se ensayó la Condición I, dado que sería la más parecida al proceso industrial de la laminación de tubos sin costura.

En la Figura 3.8 se esquematiza el tratamiento termomecánico realizado. La deformación ($\epsilon = 0.15$), la velocidad de deformación ($d\epsilon/dt = 1s^{-1}$) y las temperaturas ($T_i = 1200, 1100, 1050, 1000$ y $950^{\circ}C$) coinciden con las elegidas para la obtención de las curvas de ablandamiento con la finalidad de analizar el tamaño de grano con su respectiva curva de cinética de ablandamiento. En la Tabla 3.5 se resumen todas las condiciones ensayadas para determinar el tamaño de grano 100% recrystalizado.

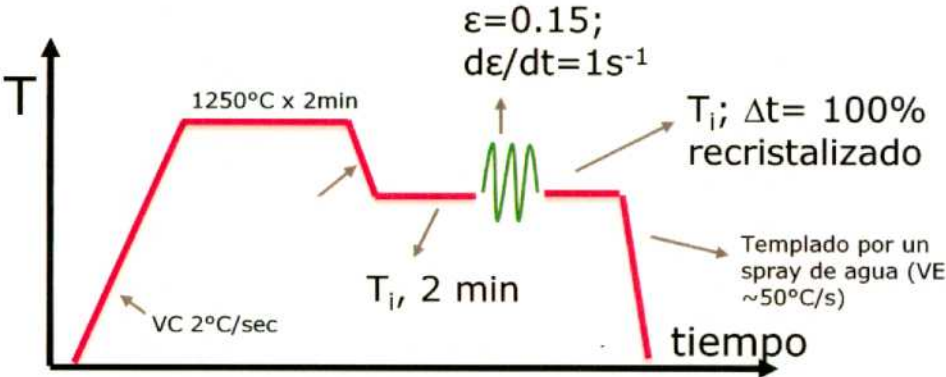


FIGURA 3.8 CICLO TERMOMECAÁNICO PARA DETERMINAR EL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO 100% RECRISTALIZADO. $T_i = 1200, 1100, 1050, 1000$ Y $950^{\circ}C$.

TABLA 3.5 ENSAYOS REALIZADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE TAMAÑO DE GRANO 100% RECRISTALIZADO.

Condición	Deformación, ϵ	Velocidad de deformación, $d\epsilon/dt$ (s^{-1})	Temperatura, T_i ($^{\circ}C$)	Tiempo, Δt (s).
Condición I (Nb en solución)	0.15	1	1200	15
			1100	20
			1050	700
			1000	2700
			950	3600

También se evaluó el crecimiento de grano luego de la recrystalización para las temperaturas de 1200 y 1100°C. Se seleccionaron estas dos temperaturas con el propósito de analizar solamente el crecimiento de grano sin tener en cuenta la influencia de otros procesos como el de precipitación. El ciclo termomecánico fue el mismo que el de la Figura 3.8 sólo que se mantuvieron durante un tiempo mayor para generar el crecimiento del grano recrystalizado, los tiempos se detallan en la siguiente tabla.

TABLA 3.6 ENSAYOS REALIZADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE TAMAÑO DE GRANO SOMETIDO A CRECIMIENTO.

Condición	Temperatura, Ti (°C)	Tiempo 100% recristalizado (s).	Tiempo sometido a crecimiento de grano (s)
Condición I (Nb en solución)	1200	15	20, 40, 60
	1100	20	40, 60

3.3 Caracterización por microscopía óptica de las muestras correspondientes al estudio de tamaño de grano.

Una vez que las probetas fueron sometidas al tratamiento térmico para la determinación de tamaño de grano, se procedió con la preparación de las mismas para la observación metalográfica. Esta consistió en el corte longitudinal de las probetas con una sierra de corte lento para minimizar el calentamiento y la deformación. Las muestras se incluyeron en una resina acrílica para facilitar su manipulación, se desbastaron con papeles abrasivos de mallas 320, 800 y 1500 y se pulieron con pasta de diamante hasta 6µm. Por último se atacaron para revelar el tamaño de grano austenítico. En la bibliografía el reactivo más utilizado con este propósito es el Béchet-Beaujard y por lo general se obtienen buenos resultados cuando el contenido de fósforo en el acero es mayor a 0,01%.

Se obtuvo una mejora en el revelado del tamaño de grano al aplicar un revenido a baja temperatura después del tratamiento de temple previo a la preparación de la muestra. Este consistió en calentar con una velocidad de 2°C/s hasta 300°C, se mantuvo a esa temperatura durante 2 minutos y finalmente se enfrió al aire, el ciclo térmico se efectuó en el simulador termomecánico Gleeble.

Además del reactivo Béchet-Beaujard se probaron otros como nital, picral y cloruro de hierro en agua. Finalmente se corroboró lo encontrado en la bibliografía donde los mejores resultados fueron obtenidos con el reactivo Béchet-Beaujard a 50°C y todas las probetas fueron atacadas con este último. En la Tabla 3.7 se detallan todos los reactivos utilizados.

TABLA 3.7 REACTIVOS UTILIZADOS PARA REVELAR TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO EN MICROESTRUCTURAS BAINÍTICAS Y MARTENSÍTICAS. (7)

Reactivo	Composición	Procedimiento	Resultado
74 (Nital)	1-5mL de HNO3 100mL de etanol (95%)	Sumergir durante unos segundos hasta un minuto. La velocidad del ataque aumenta con el contenido de HNO3.	Revela la estructura general del acero
80 (Picral)	5mL de HCl, 1g de Ác. Pícrico 100mL de etanol (95%).	Sumergir o lavar desde unos segundos hasta unos 15 minutos.	Revela borde de grano austenítico primario.
81 (Béchet-Beaujard)	2g de Ác. Pícrico 1g de tensioactivo 100mL de Agua	La composición dada saturará la solución con ác. Pícrico. Sumergir durante unos segundos a un minuto, para un ataque de borde de grano más severo sumergir durante 15 minutos.	Revela borde de grano austenítico primario.
82	5g FeCl3 5 gotas de HCl 100mL de Agua	Sumergir de 5 a 10 s.	Revela borde de grano austenítico primario.

Una vez revelados los límites de grano austenítico se obtuvieron micrografías a diferentes magnificaciones con la finalidad de poder contar un número representativo de granos. El equipo utilizado fue un microscopio óptico Olympus PMG3 con un software de análisis de imágenes.

La medición del tamaño de grano austenítico se realizó de acuerdo a la norma ASTM E112⁽⁸⁾ con el Procedimiento de Heyn (intercepción lineal). Este consiste en contar el número de granos que son atravesados una o más líneas rectas lo suficientemente largas como para alcanzar las 50 intercepciones o intersecciones. Se define al primero como el segmento de la línea que atraviesa un grano, mientras que una intersección es el punto donde la línea corta un borde de grano. La precisión de la medición del tamaño de grano estimado con este método es función del número de intercepciones (o intersecciones) contadas. Con cualquiera de estos dos valores es posible obtener la intercepción (o intersección) lineal promedio y asociarla con el diámetro de grano promedio.

Es importante mencionar que los métodos tratados en la norma anterior son aplicables para determinar el tamaño de grano de una muestra con una distribución de áreas de grano, longitud de diámetros y de intercepciones unimodal. Por lo general estas distribuciones son log normal. Algunas de las condiciones simuladas presentaron en su microestructura una distribución bimodal, por lo tanto, se utilizó el procedimiento de la norma ASTM E1181⁽⁹⁾ para microestructuras con tamaño de grano dúplex.

3.4 Referencias

1. Andrade, H. L., Akben, M. G. y Jonas, J. J. 1983, Metall. Trans. A, Vol. 14A, pág. 1967.
2. Li, G., y otros. 1996, ISIJ Int., Vol. 36, pág. 1479.
3. Sun y Hawbolt. 10, 1997, ISIJ Int., Vol. 37, págs. 1000-1009.
4. Barraclough, D.R. y Sellars, C.M. 1979, Metal Sci., Vol. 257.
5. Xu, Y., Cui, Y. y Shong, H. s.l. : ISS, 1997. 38th MWSP Conference Oroc. Vol. 34, pág. 641.
6. Yakamoto, S., Ouchi, C. y Osuka, T. [ed.] J. et al. DeArdo. Pittsburgh : The Metallurgical Society of AIME, 1982. International conference on Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite. pág. 613.
7. ASTM-International. ASTM E407-07. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. WC, United States : s.n., 2007.
8. —. ASTM E112 -10. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. WC, United States : s.n., 2010.
9. —. ASTM E1181 - 02. Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Size . WC, United States : s.n., 2008.

4 Resultados experimentales

4.1 Caracterización de la resistencia a la deformación en caliente

Se efectuaron nueve compresiones a altas temperaturas para caracterizar el material durante la laminación en caliente a diferentes temperaturas (1200, 1100 y 1000°C) y velocidades de deformación (0.1, 1 y 10 seg^{-1}). En las siguientes figuras se observan los resultados obtenidos de los ensayos de compresión en caliente.

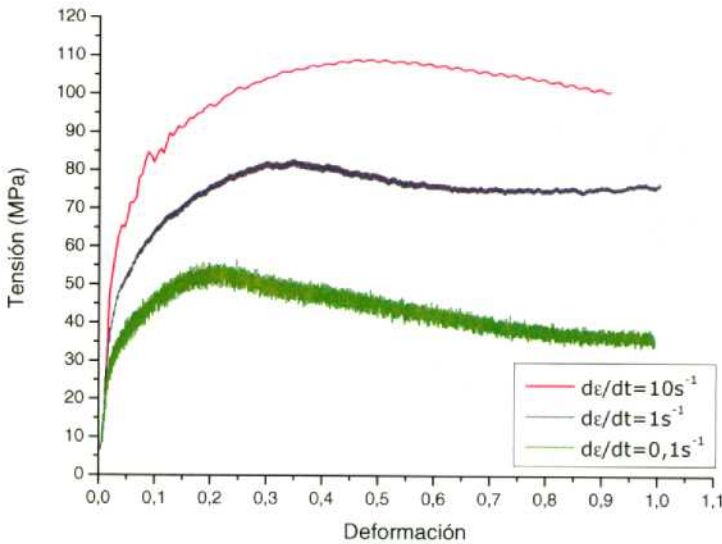


FIGURA 4.1 CURVAS TENSIÓN-DEFORMACIÓN OBTENIDA DEL ENSAYO DE COMPRESIÓN A 1200°C

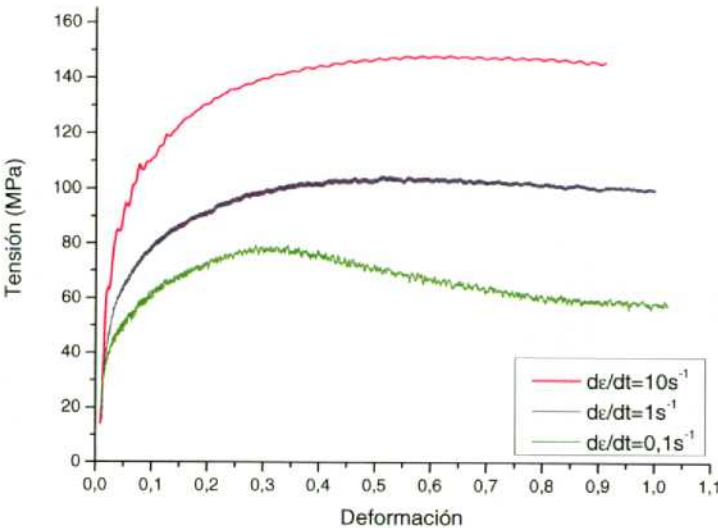


FIGURA 4.2 CURVAS TENSIÓN-DEFORMACIÓN OBTENIDA DEL ENSAYO DE COMPRESIÓN A 1100°C

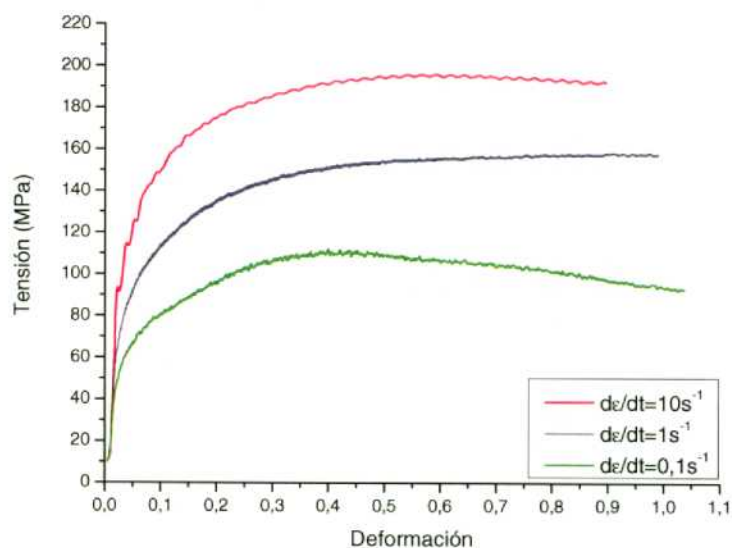


FIGURA 4.3 CURVAS TENSIÓN-DEFORMACIÓN OBTENIDA DEL ENSAYO DE COMPRESIÓN A 1000°C

Analizando las tres figuras se puede distinguir que al disminuir la velocidad de deformación, la tensión disminuye y comienza a aparecer, o pronunciarse aún más, un pico en la curva tensión-deformación antes de llegar a la tensión estacionaria, esta característica de la curva está asociada a la recrystalización dinámica. En la Figura 4.4 se puede observar que para una misma velocidad de deformación, como por ejemplo 1s^{-1} , a medida que aumenta la temperatura comienza a aparecer el pico de la recrystalización dinámica, también se observa la conocida disminución de la tensión con la temperatura.

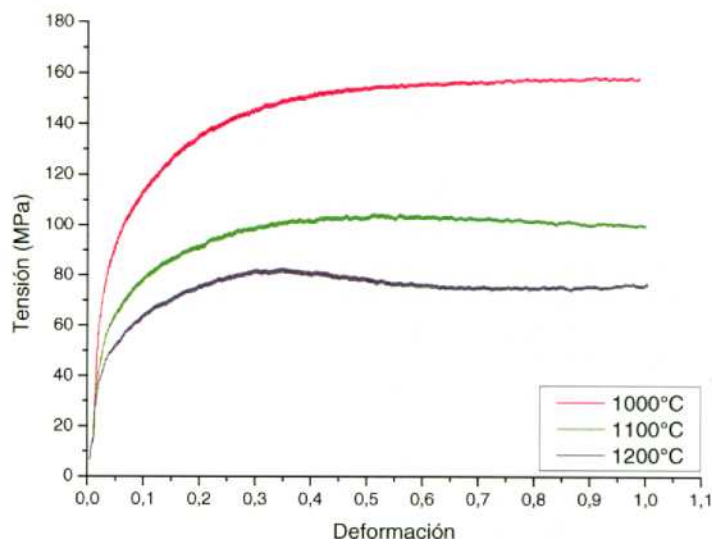


FIGURA 4.4 CURVAS TENSIÓN-DEFORMACIÓN PARA UN MISMA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN (1s^{-1}) VARIANDO LA TEMPERATURA DE LA COMPRESIÓN EN CALIENTE.

En la Tabla 4.1 se resumen los datos obtenidos a partir de los ensayos de compresión. En las curvas donde no se observó el pico de la recrystalización dinámica se consideró el valor de ϵ_p como el valor de la deformación cuando alcanza una tensión estacionaria (σ_{ss}).

TABLA 4.1 RESULTADOS OBTENIDOS A PARTIR DE LAS CURVAS DE COMPRESIÓN EN CALIENTE.

Temperatura (°C)	Velocidad de deformación, de/dt, (s ⁻¹)	ε_p	σ_p (MPa)	σ_{ss} (MPa)
1200	0,1	0,21	55,28	37
	1	0,34	82,86	75
	10	0,49	109,06	101
1100	0,1	0,31	78,94	57
	1	0,51	-	105
	10	0,63	-	147
1000	0,1	0,40	112,05	90
	1	0,47	-	157
	10	0,59	-	193

A partir de los datos obtenidos en la tabla anterior se eligieron una deformación y velocidad de deformación adecuada para evaluar la recrystalización estática a través del método de compresión interrumpida. La elección de una deformación menor a la crítica se realizó con la finalidad de evitar el fenómeno de la recrystalización dinámica. Se puede observar que la deformación hasta el pico más baja es 0,21 en la condición de 1200°C y una velocidad de deformación de 0,1s⁻¹; por lo tanto la deformación elegida para realizar los ensayos de *double-hit* fue de 0,15 (la deformación crítica para este caso sería $\varepsilon_c = 0,8\varepsilon_p = 0,17$). También se escogió una velocidad de deformación de 1s⁻¹ como referencia para todos los ensayos de compresión interrumpida dado que la adquisición de datos resulto ser aceptable y se pudo obtener un control más preciso de la deformación que para 10s⁻¹.

4.2 Determinación de la cinética de ablandamiento

4.2.1 Métodos utilizados para la determinación de fracción de ablandamiento

Con el objetivo de analizar el mejor método para evaluar la determinación de la fracción de ablandamiento y su cinética se eligió la condición II (Nb precipitado) de 1000°C, $\varepsilon = 0,15$ y $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$. Una vez realizados los ensayos de compresión interrumpida para esta condición, se evaluaron los métodos compensados (2%, 0,2%, 0,2% corregido), el de extensión bajo carga (5%) y el de la integral. Luego de calcular la fracción de ablandamiento se la graficó vs el tiempo intermedio entre compresiones (Δt) obteniéndose así la cinética de ablandamiento del material para esa condición; como puede observarse en las siguientes figuras.

En la Figura 4.5 se observa que los tres métodos, los compensados (2% y 0,2%) y el de extensión bajo carga, tienen valores de fracción de ablandamiento muy cercanos durante la cinética de ablandamiento, a excepción de tiempos cortos donde, por ejemplo a los 3 segundos, la fracción correspondiente al método del 0,2% es mayor (21%) a la obtenida por los otros métodos (8% y 11%). Este hecho también ha sido encontrado por otros autores^{(1) (2) (3) (159)} y en general coinciden que el porcentaje de ablandamiento para el método del 0,2% tiene una componente debida a la recuperación, dado que se evalúa muy cerca de la zona elástica. La ventaja que tiene el método compensado del 2% sobre el de extensión bajo carga es que su análisis es mucho más directo dado que no es necesario prolongar la curva correspondiente a la primera compresión para obtener el valor de la tensión durante el endurecimiento por deformación, introduciendo así un mayor error en la determinación de la fracción de ablandamiento.

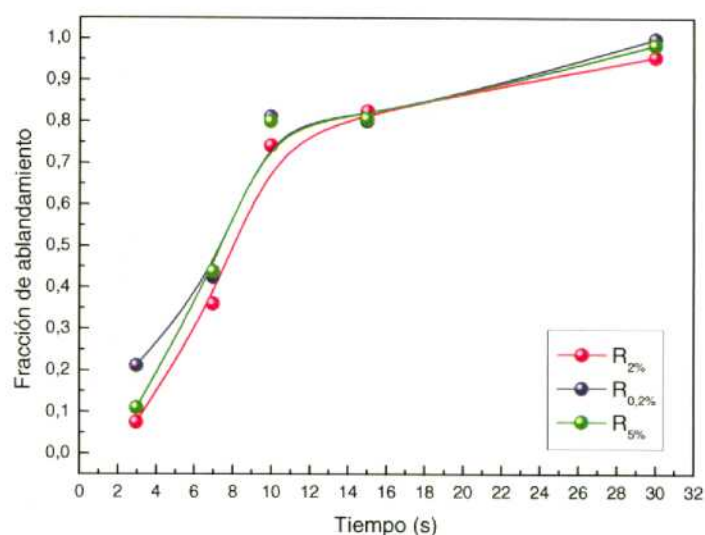


FIGURA 4.5 COMPARACIÓN DE LA FRACCIÓN DE ABLANDAMIENTO ENTRE MÉTODOS COMPENSADOS Y EL DE EXTENSIÓN BAJO CARGA.

En la Figura 4.6 se visualiza que a través del cálculo por el método de la integral la fracción de ablandamiento es mayor en todos los casos que la del 2% y la del 0,2% corregido. También se observa que en 3 segundos la fracción recrystalizada es de 41%, mientras que para los otros dos es menor al 10%. Esta discrepancia puede deberse a una pequeña variación en el control de la fuerza en el simulador termomecánico, y que al calcular el área debajo de la curva es más notoria que para cualquiera de los otros métodos. Los resultados obtenidos por el método corregido son similares a los del 2%, la diferencia principal radica en que el segundo puede ser obtenido directamente de las curvas de tensión-deformación. La Tabla 4.2 resume los valores obtenidos con cada método.

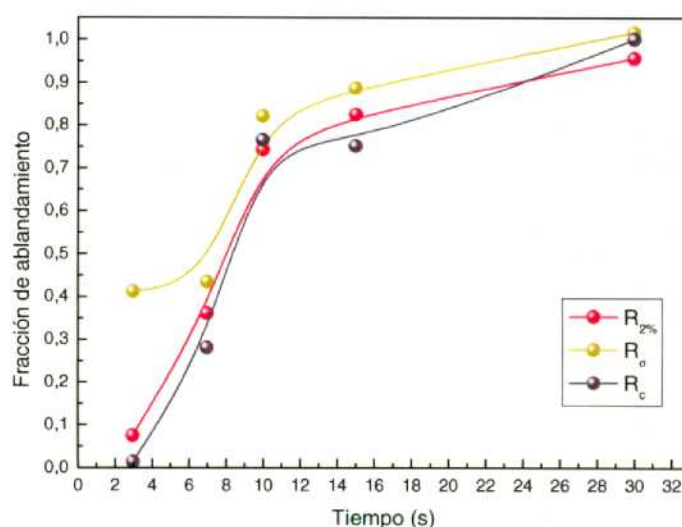


FIGURA 4.6 COMPARACIÓN ENTRE EL MÉTODO DE LA INTEGRAL Y EL COMPENSADO CORREGIDO CON EL COMPENSADO DEL 2%.

TABLA 4.2 FRACCIONES DE ABLANDAMIENTO CALCULADAS PARA CADA ΔT .

Tiempo (s)	$R_{2\%}$	$R_{0,2\%}$	$R_{0,2\%C}$	$R_{5\%}$	R_{σ}
3	8%	21%	1%	11%	41%
7	36%	42%	28%	44%	43%
10	74%	81%	76%	80%	82%
15	82%	80%	75%	81%	89%
30	96%	100%	100%	99%	102%

Por lo expuesto anteriormente y coincidiendo con varios autores ^{(3) (5) (6)} el método elegido para calcular la fracción de ablandamiento será el compensado del 2%, sin embargo el método de extensión bajo carga podría ser también utilizado. El método del 5% fue comparado por Perttula y Karjalainen ⁽⁷⁾ con mediciones metalográficas, mientras que Fernández y otros ⁽³⁾ compararon el método del 5% y el del 2% también con metalografías, en los dos trabajos se obtuvieron un muy buen acuerdo entre la fracción de ablandamiento con la fracción recrystalizada.

4.2.2 Cinética de ablandamiento

En esta sección se analizará la cinética de ablandamiento a partir de los resultados de los ensayos de compresión interrumpida. Primero se presentarán los ensayos de la condición I (Nb en solución), luego los de la condición II (Nb precipitado) y por último en la sección 4.4 se compararán los resultados entre sí para evaluar cómo afecta el Nb en la cinética de ablandamiento.

4.2.2.1 Condición I – Nb en solución.

La siguiente figura corresponde a la cinética de ablandamiento de las temperaturas 1200°C y 1100°C, con $\varepsilon = 0,15$ y $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$. Los resultados obtenidos a partir del ensayo son los puntos con las barras correspondientes a la propagación del error, a través de las líneas esquemáticas que unen los puntos es posible observar la cinética del tipo Avrami que presentan las dos temperaturas. Para la cinética correspondiente a 1200°C no pudo obtenerse toda la curva debido a que el tiempo en el cual comienza la recrystalización es muy rápido y el simulador termomecánico Gleeble tiene limitaciones de tiempo entre la primera y segunda compresión. Para esta temperatura se puede estimar que el tiempo al cual recrystaliza un 90% de microestructura (t_{90}) es de 15 segundos, mientras que para 1100°C, $t_{90}=22s$ y $t_{50}=12s$; este último no pudo ser calculado para 1200°C debido a las limitaciones mencionadas. Claramente se observa en la Figura 4.7 que con el aumento de la temperatura se produce una aceleración en la cinética de recrystalización.

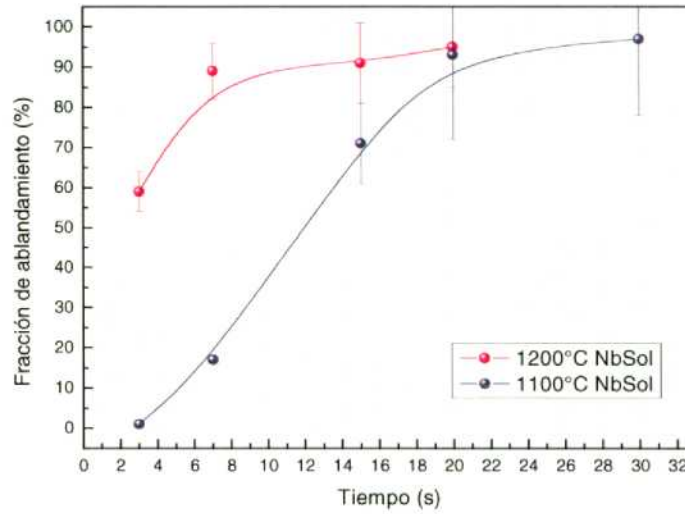


FIGURA 4.7 CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO PARA 1200 Y 1100°C, CON $\varepsilon = 0,15$ Y $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$.

Al disminuir la temperatura las curvas de cinética de ablandamiento presentan un *plateau*, el cual generalmente se asocia a la precipitación de NbC. En la Figura 4.8 se observan las cinéticas para las temperaturas de 1050, 1000 y 950°C, los puntos con cuadrículas corresponden a ciertos ensayos que se repitieron y validan la presencia del *plateau*. La cinética tipo Avrami del fenómeno de recrystalización estática se observa antes de la precipitación, sin embargo luego del *plateau* continúa, pero la nucleación y crecimiento deja de ser homogénea debido a la presencia de los precipitados. En la Figura 4.9 se observa con mayor detalle la presencia de los *plateaus*, estos aparecen a una fracción de ablandamiento más alta a medida que aumenta la temperatura debido a que la cinética de ablandamiento aumenta con la temperatura. Sin embargo es importante tener en cuenta la cinética de precipitación y la temperatura de solubilidad de los precipitados para analizar con mayor precisión la aparición del *plateau*. En la sección de modelado y discusiones se tratará con mayor detalle la interacción de los precipitados con la recrystalización.

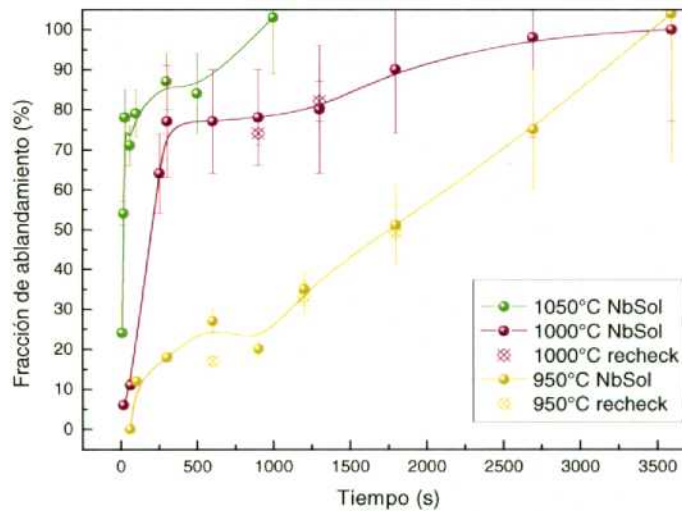


FIGURA 4.8 CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO PARA 1050, 1000 Y 950°C, CON $\varepsilon = 0,15$ Y $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$.

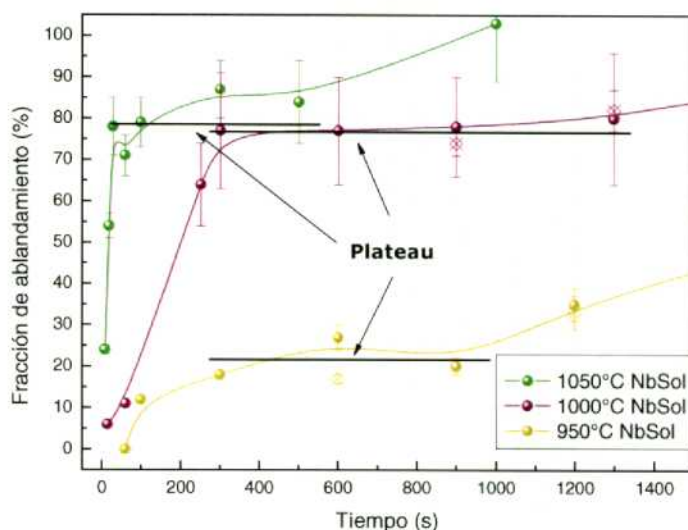


FIGURA 4.9 DETALLE DE LOS PLATEAUS EN LAS CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO DE 1050, 1000 Y 950°C.

En la Figura 4.10 se comparan todas las curvas para la condición I; claramente se observa que con el aumento de la temperatura se produce un aceleramiento en la cinética de ablandamiento. En la Tabla 4.3 se resumen los valores estimativos de t_{10} , t_{50} y t_{90} para las diferentes temperaturas.

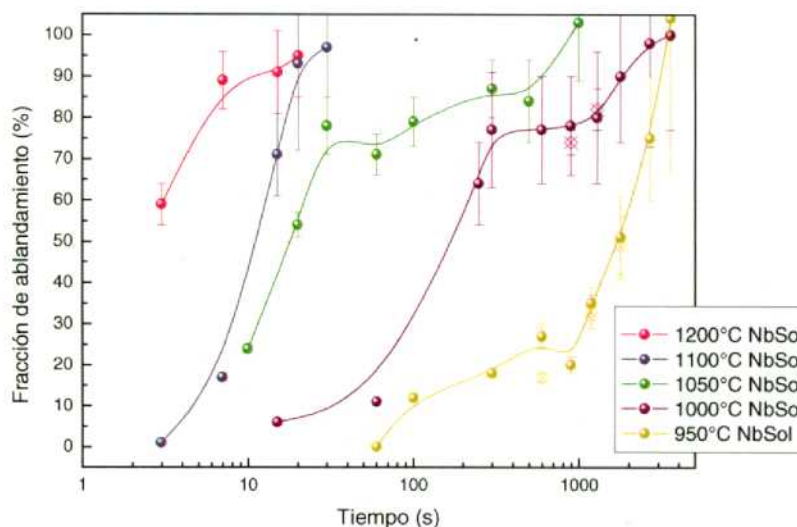


FIGURA 4.10 CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO PARA LA CONDICIÓN I.

TABLA 4.3 RESUMEN DE VALORES DE TIEMPO DE RECRISTALIZACIÓN PARA DIFERENTES TEMPERATURAS.

Temperatura (°C)	t_{10} (s)	t_{50} (s)	t_{90} (s)
1200	ND*	ND*	15
1100	5	12	22
1050	7	16	700
1000	40	190	1800
950	90	1800	3200

*ND: No se pudo determinar

Con los valores de Tabla 4.3 es posible hacer un gráfico temperatura tiempo en escala logarítmica para analizar cómo evoluciona la recrystalización. Además es posible superponer los puntos en donde comienza y finaliza el *plateau*, teniendo así también una idea del proceso de precipitación. Es importante mencionar que tanto el comienzo como la finalización del *plateau* no son directamente el comienzo y la finalización de la precipitación, sino el momento donde la fuerzas impulsoras debido al anclaje de borde de grano por precipitación y la movilidad de borde de grano se igualan. Claramente se observa en la Figura 4.11 que cuando aparece el *plateau* hay un gran retraso en la finalización de la recrystalización (t_{90}).

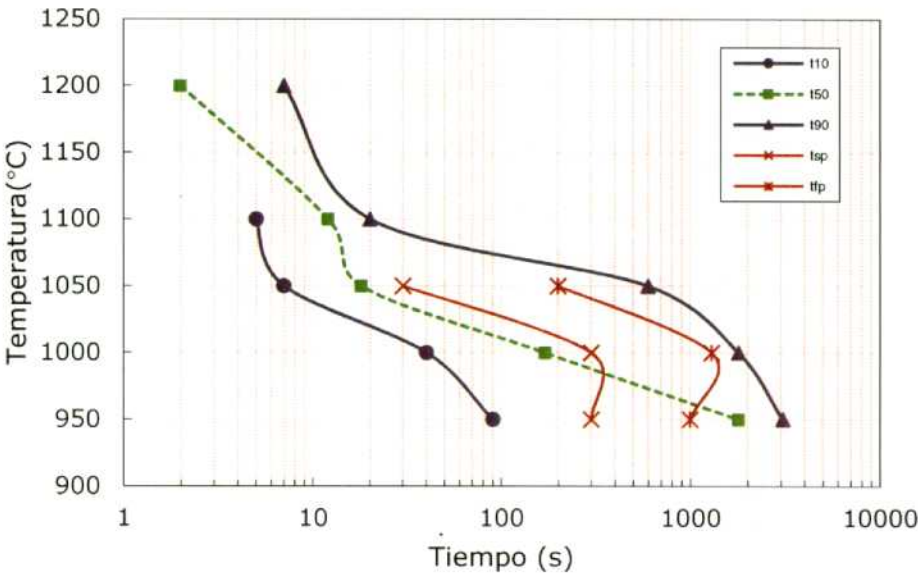


FIGURA 4.11 DIAGRAMA TEMPERATURA-TIEMPO PARA LA CONDICIÓN I (Nb en solución)

Al modificar la deformación o la velocidad de deformación, también es esperable un aceleramiento en la cinética. En la Figura 4.12 se observan las curvas de cinéticas de ablandamiento a 1100°C, la azul corresponde a la que se encuentra en las figuras anteriores con una $\epsilon = 0,15$ y $\dot{\epsilon} = 1s^{-1}$, la verde corresponde a los resultados obtenidos por una deformación interrumpida de 0,3, donde los demás parámetros no se modificaron, y la roja corresponde solamente al cambio de la velocidad de deformación: $\dot{\epsilon} = 10s^{-1}$.

Al duplicar la deformación manteniendo la misma velocidad de deformación ($\dot{\epsilon} = 1s^{-1}$) existe claramente un incremento en la cinética de ablandamiento, para la condición de $\epsilon = 0,15$, $t_{90}=22s$; mientras que para $\epsilon = 0,3$, $t_{90}=5s$. Es decir que el tiempo para finalizar la recrystalización disminuye casi en un 80% al duplicar la deformación.

La curva roja corresponde al aumento en la velocidad de deformación en un orden de magnitud. Al compararla con la curva azul bajo una misma deformación ($\epsilon = 0,15$) se observa un comportamiento no esperado. Es decir que incrementando la velocidad a tiempos cortos se obtiene una mayor fracción de ablandamiento, mientras que para tiempos por encima de los 10 segundos la fracción es menor. Algunos autores^{(8) (9)} subestiman la influencia de la velocidad de deformación con el tiempo necesario para que ocurra la recrystalización estática, pero otros⁽¹⁰⁾ creen que existe una influencia no despreciable. Lo que es generalmente aceptado es que de haber una influencia, esta operaría siempre en el mismo sentido; y es incrementando la

fracción de ablandamiento con la velocidad de deformación. Por último se analizó cada compresión interrumpida por separado (cada punto de la curva roja) y se observó que durante la primera compresión el simulador termomecánico tuvo problemas para controlar con exactitud la deformación a estas velocidades de deformación ($d\varepsilon/dt=10s^{-1}$), sin embargo el error cometido en el peor de los casos ($\varepsilon = 0,115$ en lugar de $\varepsilon = 0,15$) no alcanzaría a modificar fuertemente la curva.

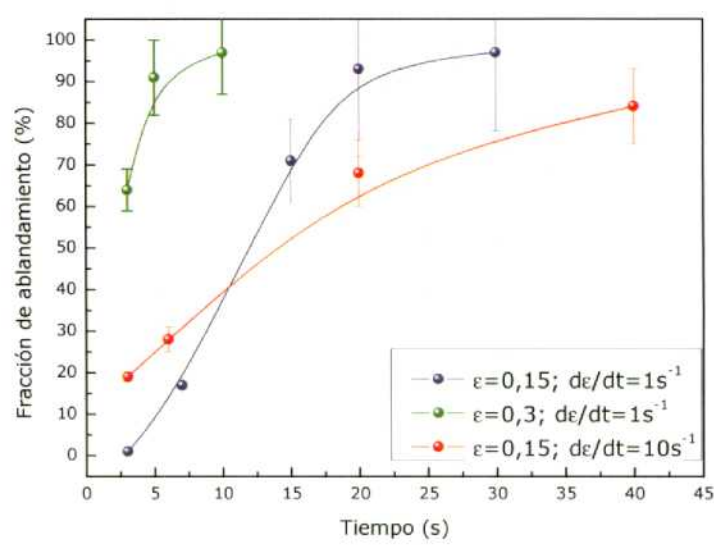


FIGURA 4.12 CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO PARA 1100°C, MODIFICANDO LA DEFORMACIÓN Y LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN.

4.2.2.2 Condición II – Nb precipitado

Los ensayos de compresión interrumpida para esta condición se realizaron a 1100, 1000 y 950°C, con una deformación de 0,15 y una velocidad de deformación de $1s^{-1}$ para cada compresión. A pesar de que las condiciones iniciales fueron pensadas para que sólo hubiera una variación en la temperatura, esta influenció en la microestructura, especialmente en el tamaño de grano como será tratado en la siguiente sección. En la Tabla 4.4 se resumen los resultados obtenidos para estas condiciones.

En la Figura 4.13 se observa que tanto la curva que corresponde a 1000°C como la de 950°C siguen una cinética del tipo Avrami, sin embargo la curva que corresponde a 1100°C cruza la de 1000°C, es decir que la cinética es más lenta a pesar de ser una temperatura mayor y para tiempos cortos la fracción de ablandamiento es muy elevada: la cinética es muy rápida al comienzo de la recrystalización. Este comportamiento podría atribuirse a que el proceso de ablandamiento ocurre a una temperatura donde el Nb que se encuentra precipitado en esta condición comienza a disolverse en la matriz y como es indicado por varios autores el Nb en solución sólida retrasa la recrystalización^{(11) (12) (13) (14)}. Por lo tanto la fracción de ablandamiento calculada es el resultado de los procesos de recrystalización y de disolución del Nb precipitado (este último que afecta la cinética de ablandamiento).

TABLA 4.4 RESUMEN DE TIEMPOS DE RECRISTALIZACIÓN PARA LA CONDICIÓN II A DIFERENTES TEMPERATURAS.

Temperatura (°C)	t ₁₀ (s)	t ₅₀ (s)	t ₉₀ (s)
1100	ND	5	40
1000	3	8	30
950	17	34	90

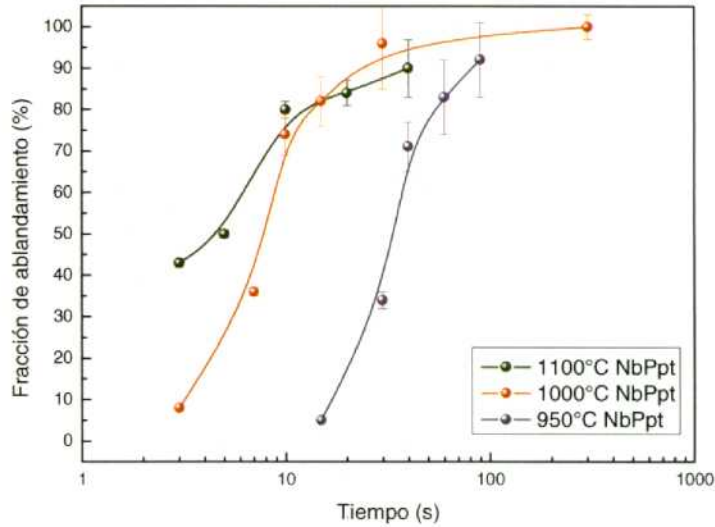


FIGURA 4.13 CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO PARA LA CONDICIÓN II CON $\varepsilon = 0,15$ Y $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$.

Al igual que para la condición I es posible realizar un gráfico temperatura-tiempo para analizar el proceso de recrystalización utilizando los valores obtenidos en la Tabla 4.4. En la Figura 4.14 se observa que el tiempo para que finalice la recrystalización es mayor a 1100°C que para 1000°C, esta discrepancia puede deberse a lo que se explicó previamente sobre la disolución del Nb a esa temperatura.

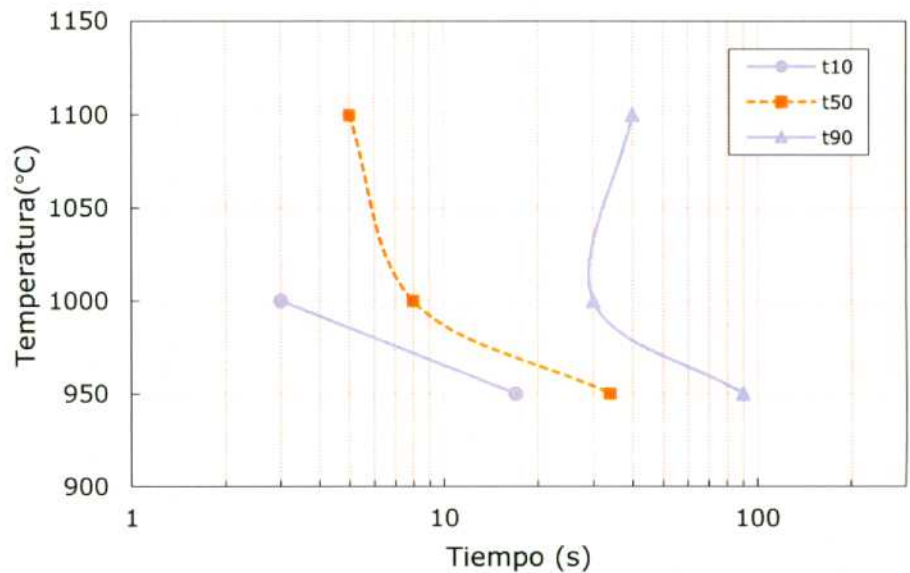


FIGURA 4.14 DIAGRAMA TEMPERATURA-TIEMPO PARA LA CONDICIÓN II (Nb PRECIPITADO).

4.3 Determinación de tamaño de grano austenítico inicial.

Para evaluar el tamaño de grano se realizaron los tratamientos termomecánicos correspondientes y se templó la probeta en el momento adecuado para congelar la microestructura, luego mediante el ataque con Béchet–Beaujard se la reveló y se procedió con la medición del tamaño de grano austenítico.

Las condiciones iniciales fueron las indicadas en la Tabla 3.4 y corresponden a las condiciones I y II. El ciclo térmico no involucró deformaciones debido a que la intención fue evaluar el tamaño de grano austenítico inicial para poder ajustar el modelo y evaluar su influencia en la cinética de recrystalización. Con el objetivo de obtener un análisis más detallado a continuación se graficaron las condiciones por separado con su respectivo análisis estadístico teniendo en cuenta el número de campos evaluados por microscopía óptica (n), el diámetro de tamaño de grano promedio, la desviación estándar, el intervalo de confianza 95% (95% CI) y la precisión relativa porcentual (RA %), siguiendo las especificaciones de la norma ASTM E112-10⁽¹⁵⁾.

En la Figura 4.15 y en la Tabla 4.5 se observa el tamaño de grano inicial para la condición I (Nb en solución), el punto de color magenta corresponde al primer calentamiento (1250°C durante 2 minutos), los puntos azules estuvieron sometidos a la condición magenta y luego se mantuvieron dos minutos más a la temperatura a la cual se realizaron los ensayos de compresión, como se describió en la figura 4.7. Se observa que a 1200°C hubo un incremento en el tamaño de grano promedio: pasó de 91µm a 105µm, además se observa que la desviación estándar aumentó lo que posiblemente indicaría un crecimiento anormal de grano. Para esta temperatura se observaron algunos tamaños de grano cercanos a los 200µm que podrían ser indicativos de lo mencionado anteriormente (Figura 4.16).

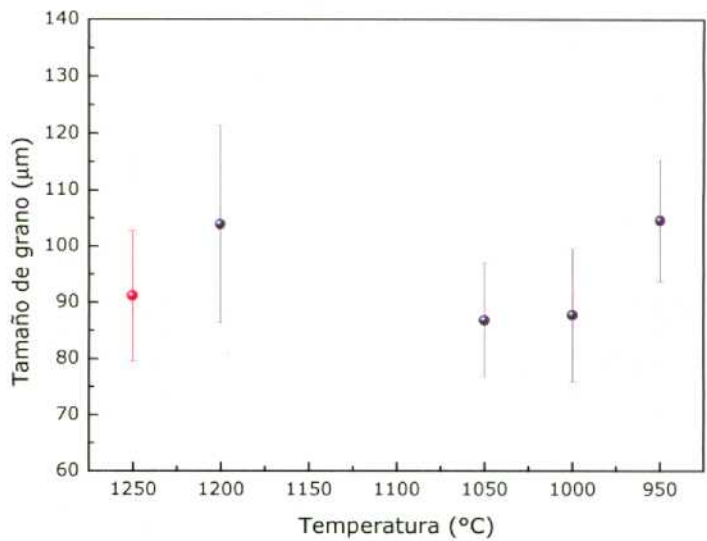
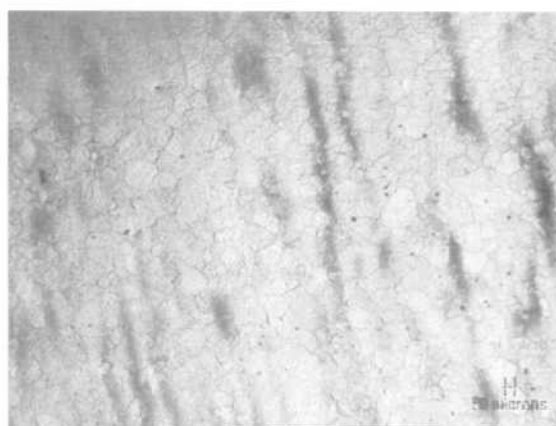


FIGURA 4.15 TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN I.

TABLA 4.5 RESULTADOS DE LAS MEDICIONES DE TAMAÑO DE GRANO PARA LA CONDICIÓN I.

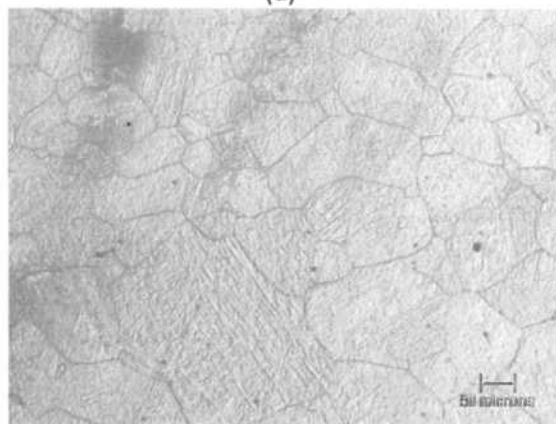
Condición y temperatura	n	Tamaño de grano (μm)	Desviación estandar (μm)	95% CI (μm)	RA(%)
1250°C – 2min.	10	91,14	11,60	8,30	9,10
Cond. I a 1200°C	20	105,68	17,56	8,22	7,91
Cond. I a 1050°C	10	86,82	10,20	7,29	8,40
Cond. I a 1000°C	5	87,76	11,89	14,76	16,82
Cond. I a 950°C	8	104,56	10,83	13,45	12,86



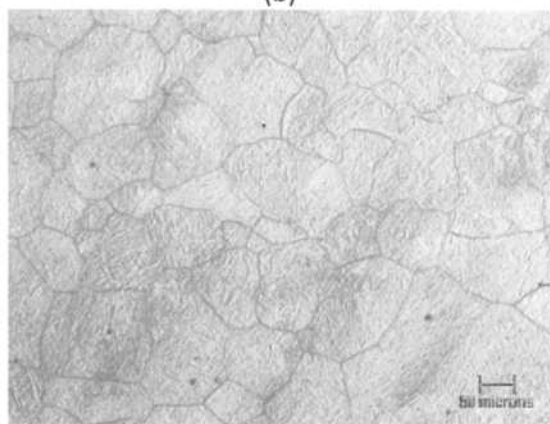
(a)



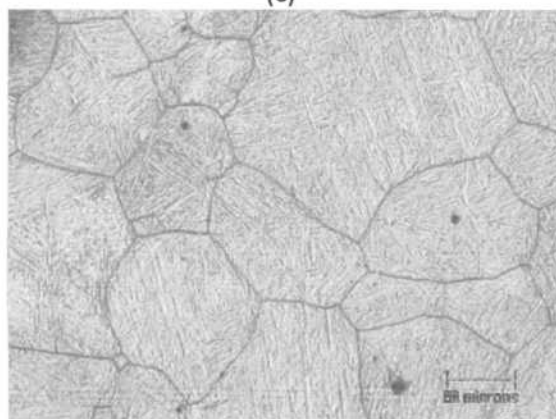
(b)



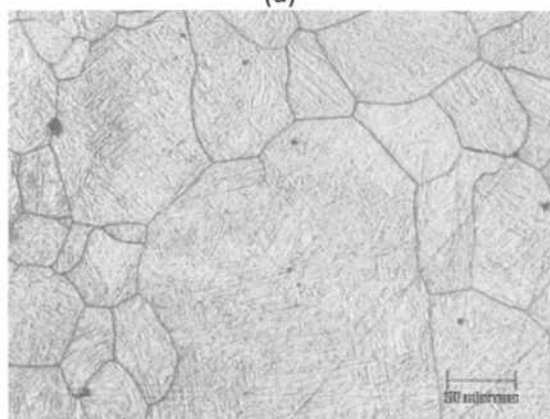
(c)



(d)



(e)



(f)

FIGURA 4.16 MICROGRAFÍAS DE TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN I A 1200°C. (A Y B) 15x, (C Y D) A 50x Y (E Y F) A 100x.

Dentro del error, los tamaños de grano correspondientes a las temperaturas 1050°C y 1000°C son similares al tamaño de grano para la condición de 1250°C durante 2 minutos. Por lo tanto se podría aseverar que a estas temperaturas no hubo crecimiento de grano luego de los dos minutos a 1250°C. Para 950°C el tamaño de grano promedio incrementó a 105µm, sin embargo la determinación experimental para esta temperatura fue muy dificultosa y parte de este incremento puede ser debido a que el ataque no alcanzó a definir con precisión los bordes de los granos pequeños a pesar de haber intentado el ataque en varias oportunidades y con diversos reactivos. En la Figura 4.17 se observa la microestructura obtenida.

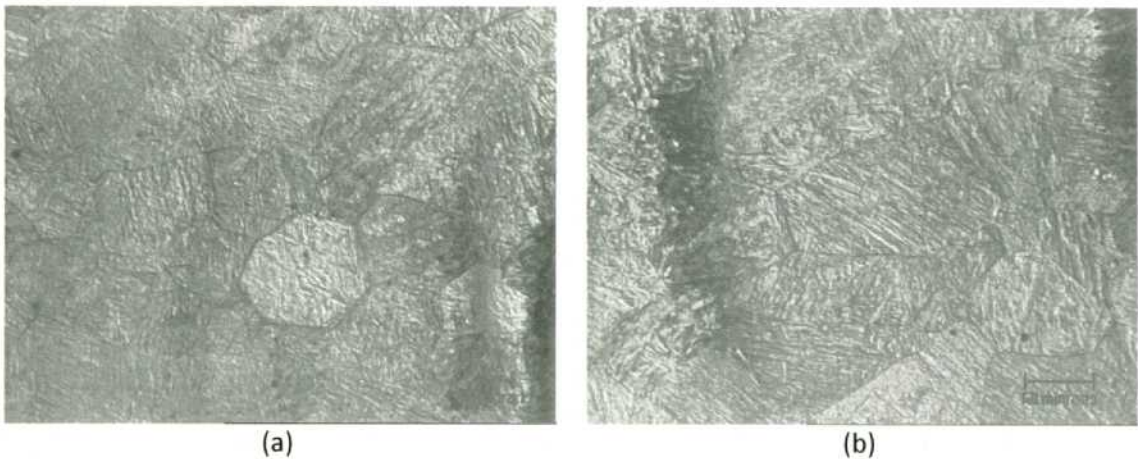


FIGURA 4.17 MICROGRAFÍAS DE TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN I A 950°C. (A) 50x Y (B) 100x.

La condición II presenta una clara dependencia entre el tamaño de grano con la temperatura como se observa en la Figura 4.18. La menor temperatura, 950°C, tiene muy poca dispersión en su tamaño de grano y es cercano a 8µm como se detalla en la Tabla 4.6. Sin embargo para las otras dos temperaturas el tamaño de grano comienza a crecer a medida que aumenta la temperatura como así también la desviación estándar de las mediciones.

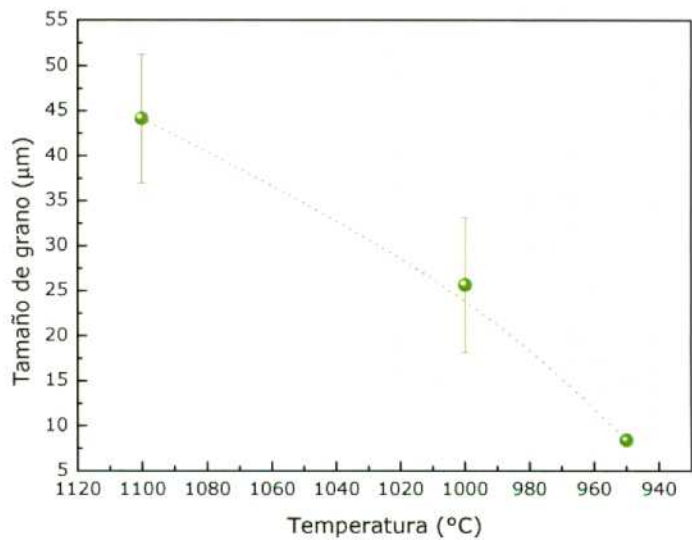


FIGURA 4.18 TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN II.

TABLA 4.6 RESULTADOS DE LAS MEDICIONES DE TAMAÑO DE GRANO PARA LA CONDICIÓN II.

Condición y temperatura	n	Tamaño de grano (μm)	Desviación estándar (μm)	95% CI (μm)	RA(%)
Cond. II a 1100°C	10	44,09	7,14	5,10	11,59
Cond. II a 1000°C	10	25,59	7,52	5,38	21,02
Cond. II a 950°C	5	8,38	0,41	0,52	6,15

La observación metalográfica de cada temperatura para la condición II permite explicar la dispersión encontrada para cada caso. Como se puede observar en la Figura 4.19 a 950°C el tamaño de grano es uniforme en toda la probeta debido posiblemente a la presencia de los precipitados de CNb precipitados durante la hora que se mantuvo a 900°C.

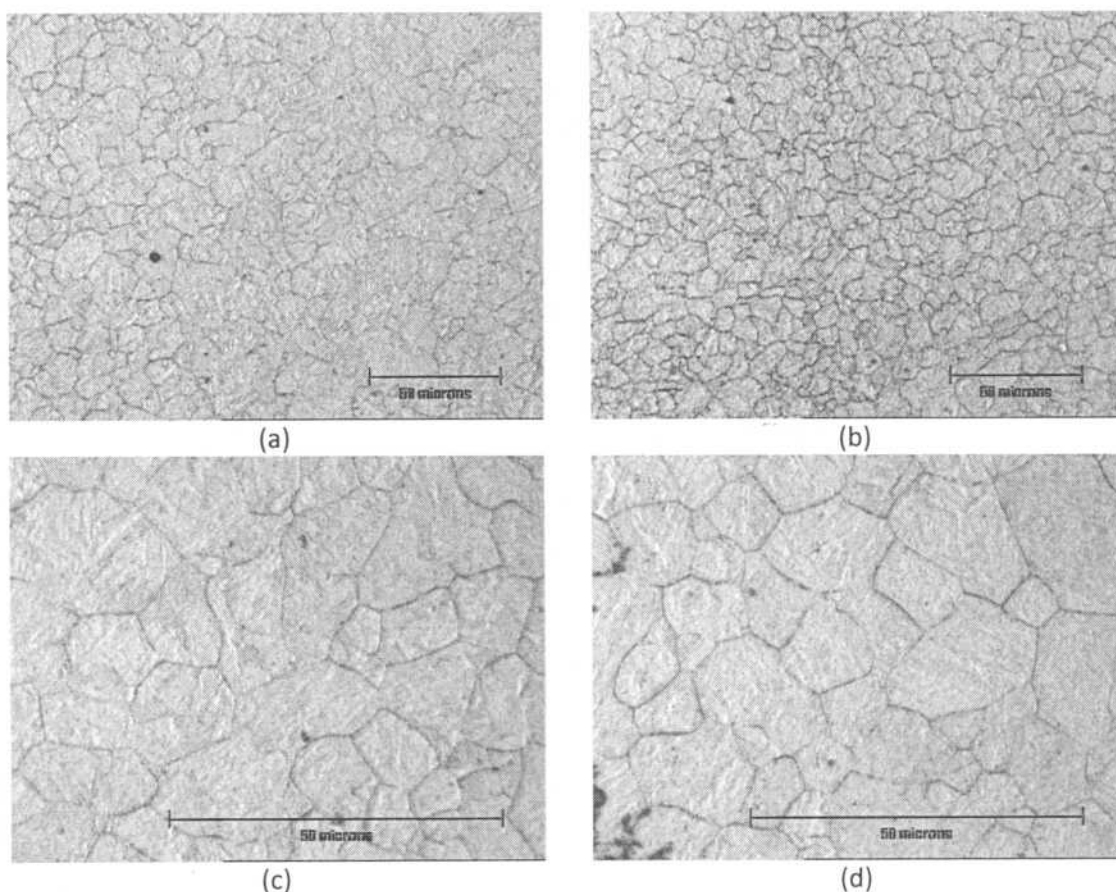


FIGURA 4.19 MICROGRAFÍAS DE TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN II A 950°C (A Y B) 200x, (C Y D) A 500x.

A 1000°C se observa un fenómeno muy interesante: existen principalmente 2 tamaños de granos bien diferenciados: el primero es pequeño del orden del encontrado para la condición de 950°C; mientras que el segundo es un tamaño de grano mayor a los 50 μm , como se puede observar en el centro de la Figura 4.20 d y e. Además algunos de los granos pertenecientes al primer grupo han comenzado a crecer obteniendo un tamaño intermedio. En las magnificaciones más bajas se detectó que el tamaño de grano pequeño se localizaba en bandas, esto posiblemente sea debido a la segregación. En estos lugares donde el contenido de Nb es mayor, todavía se encuentran los precipitados manteniendo un tamaño de grano pequeño y en las zonas donde el crecimiento fue mayor los CNb ya se encontraban disueltos.

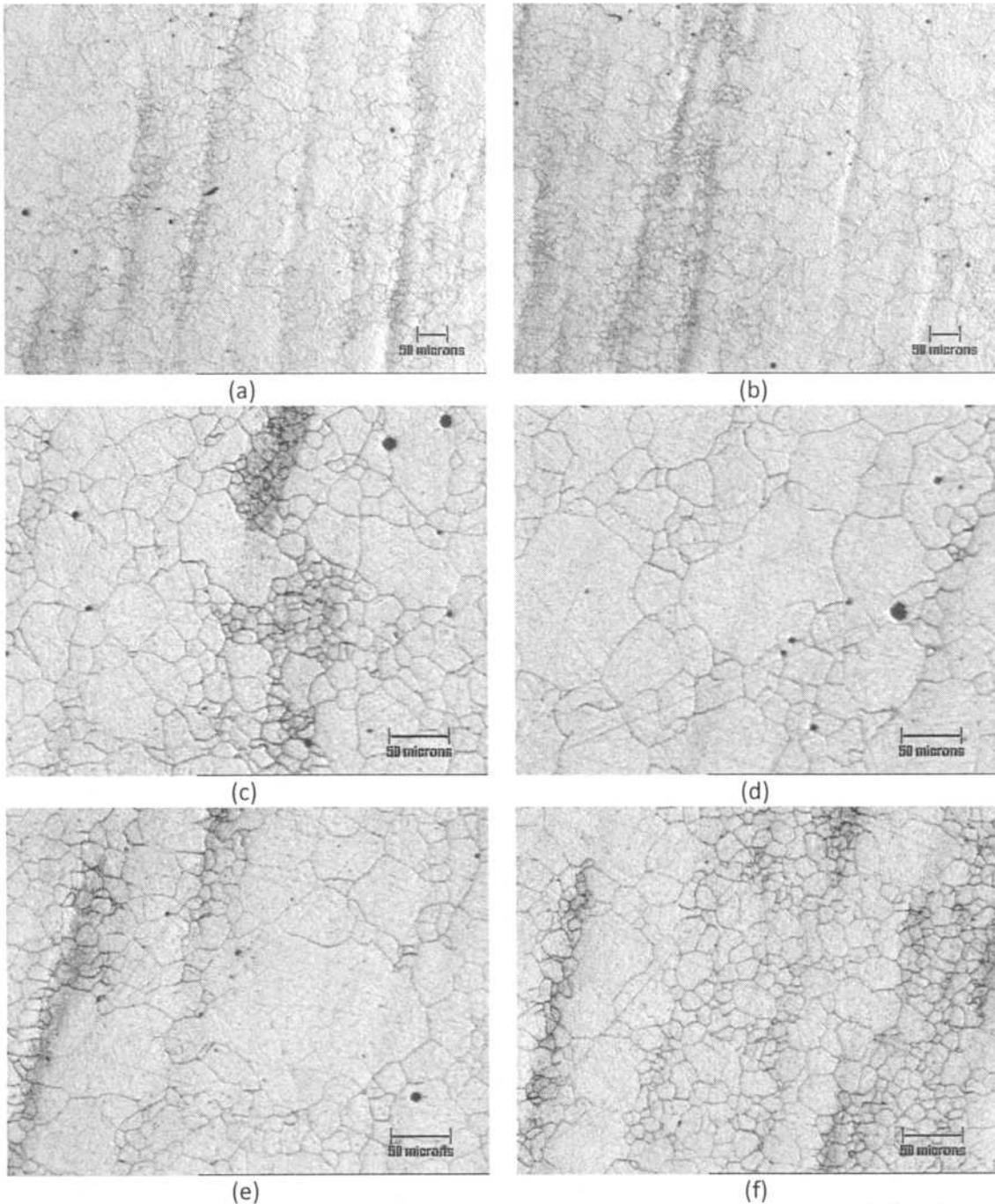


FIGURA 4.20 MICROGRAFÍAS DE TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN II A 1000°C (A Y B) 50x, (C, D, E Y F) A 100x.

Debido a que la microestructura no fue homogénea para la temperatura de 1000°C el valor de tamaño de grano promedio en la Tabla 4.6 no es representativo de esta condición. Por lo que se procedió a analizar esta microestructura teniendo en cuenta la norma ASTM E1181⁽¹⁶⁾ para la caracterización de tamaño de grano dúplex.

Con este propósito se eligieron 5 campos representativos de la microestructura y se procedió a hacer el análisis de la distribución de tamaño de grano. En la Figura 4.21 se graficó el porcentaje de líneas interceptadas en función de la longitud de intercepciones, además en el eje de abscisa superior se introdujo la equivalencia con el diámetro de tamaño de grano.

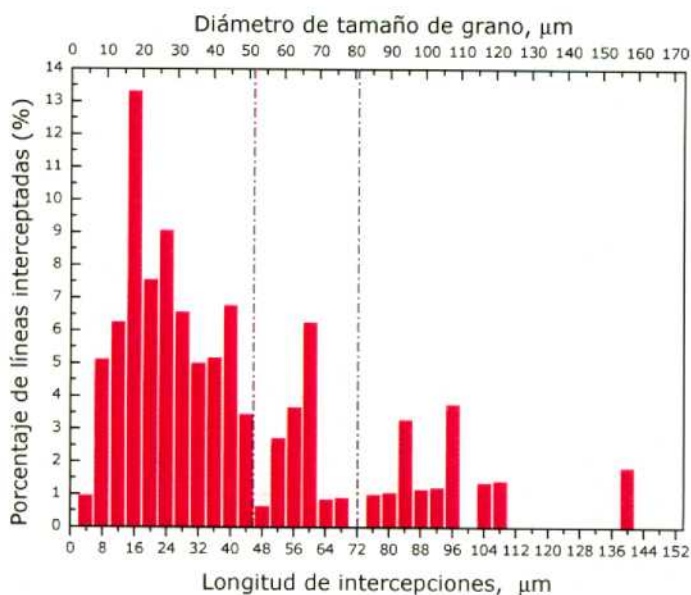


FIGURA 4.21 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO PARA LA CONDICIÓN II A 1000°C.

Existen dos posibilidades de analizar la distribución a partir de la Figura 4.21: (I) considerando dos familias de grano, donde la división arbitraria se encuentra a una longitud de intercepciones de 72μm; o (II) considerando tres familias, donde las divisiones se encuentran a 44 μm y 72 μm. Si se observa el valor del diámetro de tamaño de grano promedio en la Tabla 4.7 para la posibilidad I y la familia A, se observa que es el mismo valor obtenido en la Tabla 4.6, sin tener en cuenta la familia de tamaño de grano mayor a 80μm, la cual sólo ocupa una fracción cercana al 15%.

TABLA 4.7 ANÁLISIS DE LA DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO PARA LA CONDICIÓN II A 1000°C.

Posibilidad	Familia	Límite de familia (en long. de intercepciones)	Long. promedio de intercepciones	Diam. de tamaño de grano promedio	Fracción ocupada
I	A	0 a 72μm	20,91μm	25,56μm	84%
	B	72μm a 152μm	94,46μm	106,05μm	16%
II	C	0 a 44μm	18,38μm	20,63μm	69%
	D	44μm a 72μm	57,40μm	64,44μm	15%
	B	72μm a 152μm	94,46μm	106,05μm	16%

Por último en la condición a 1100°C a pesar de la dispersión que presentó, al observar la microestructura en la Figura 4.22, no debería considerarse una microestructura dúplex.

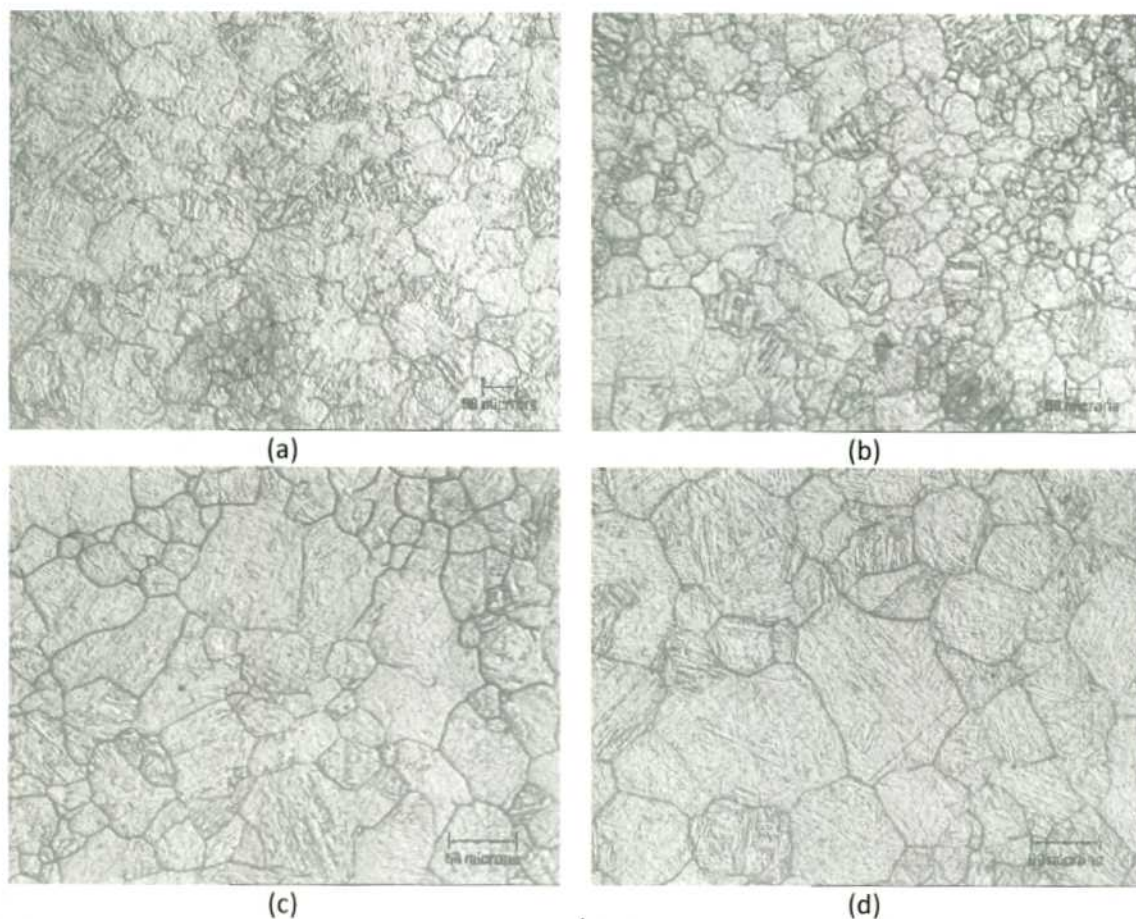


FIGURA 4.22 MICROGRAFÍAS DE TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL PARA LA CONDICIÓN II A 1100°C (A Y B) 50x, (C Y D) A 100x.

Lo más notorio en la Figura 4.23, que resume todos los tamaños de grano inicial, es que la condición II claramente presenta un tamaño de grano menor que la condición I para todas las temperaturas, y además a medida que la temperatura aumenta el tamaño de grano también lo hace dentro de esta condición.

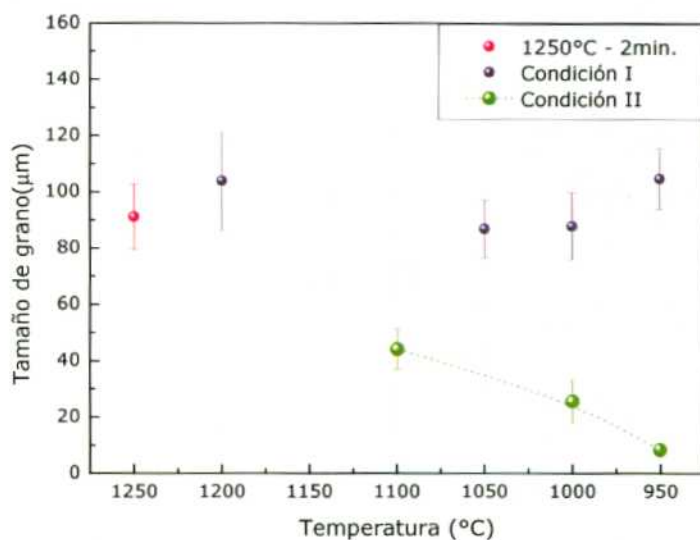


FIGURA 4.23 TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL.

4.4 Comparación entre las condiciones I y II.

En la Figura 4.24 se graficaron los valores de σ_0 y σ_m para las dos condiciones, las cuatro curvas tienen el comportamiento esperado de un acero deformado en caliente: las tensiones disminuyen con el aumento de la temperatura. Además σ_0 como σ_m en la condición de Nb precipitado siempre tienen una tensión mayor que la condición I, esto hecho corroboraría lo supuesto desde un principio: que el haber dejado el material durante una hora a 900°C fomentó la precipitación de CNb endureciendo al acero por precipitación.

Estos carburos precipitados antes de la deformación, no deberían frenar la recrystalización y clara evidencia de esto se encuentra en que ninguna de las condiciones II presentó un *plateau* que retrasó el fenómeno de recrystalización. Además debido al tiempo que se mantuvo a 900°C este tipo de carburos tienen un tamaño grande para frenar el borde de grano durante la recrystalización.

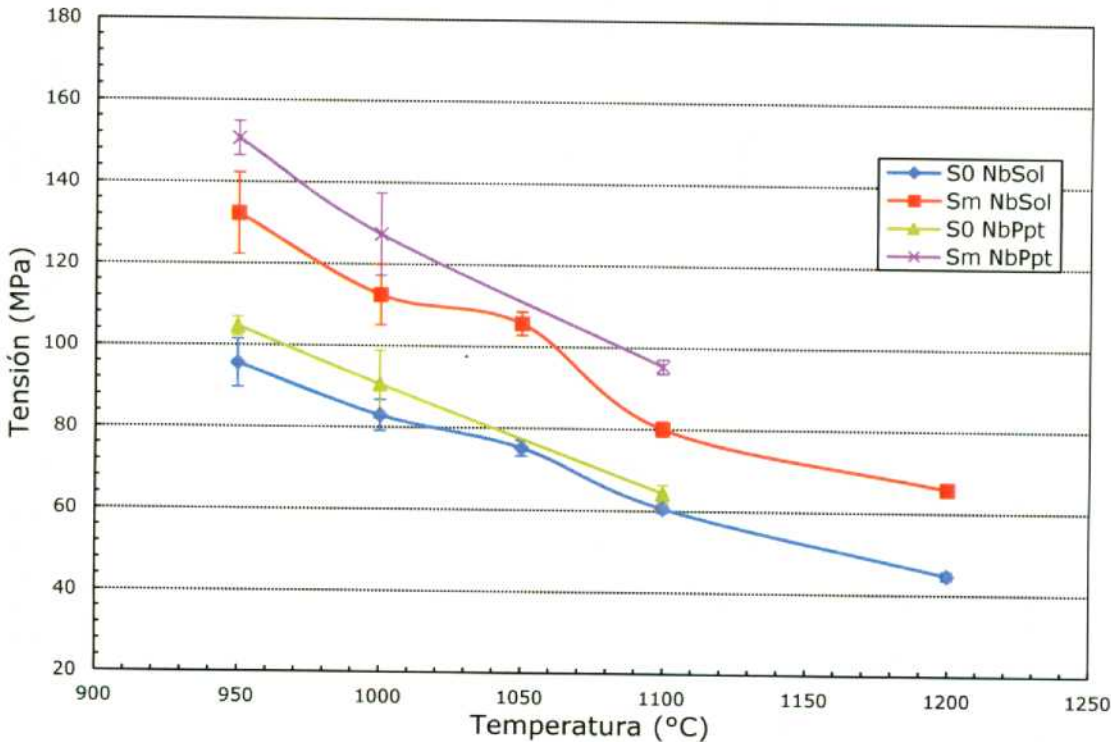


FIGURA 4.24 COMPARACIÓN DE LAS TENSIONES PARA DISTINTAS TEMPERATURAS EN LAS CONDICIONES I Y II.

Con el objetivo de tener una panorama general de cómo afecta la temperatura y el Nb en la cinética de ablandamiento en la Figura 4.25 se graficaron todas las curvas sin la propagación del error para cada uno de los puntos. En la Tabla 4.8 se resumen los tiempos característicos del avance de la recrystalización para todas las condiciones. Se observan claramente dos tipos de curvas: las que presentan una cinética del tipo Avrami y las que presentan un *plateau*, en estas además se prolongan los tiempos en los cuales finaliza la recrystalización. También existe una gran diferencia entre la condición I y la condición II para una misma temperatura que serán tratadas a continuación.

TABLA 4.8 RESUMEN DE LOS TIEMPOS CARACTERÍSTICOS DEL AVANCE DE RECRISTALIZACIÓN.

Condición	Temperatura (°C)	t ₁₀ (s)	t ₅₀ (s)	t ₉₀ (s)
Condición I (Nb en solución)	1200	ND*	ND*	15
	1100	5	12	22
	1050	ND*	16	700
	1000	47	190	1800
	950	100	1800	3200
Condición II (Nb Precipitado)	1100	ND*	5	40
	1000	3	8	30
	950	17	34	90

*ND: No se pudo determinar

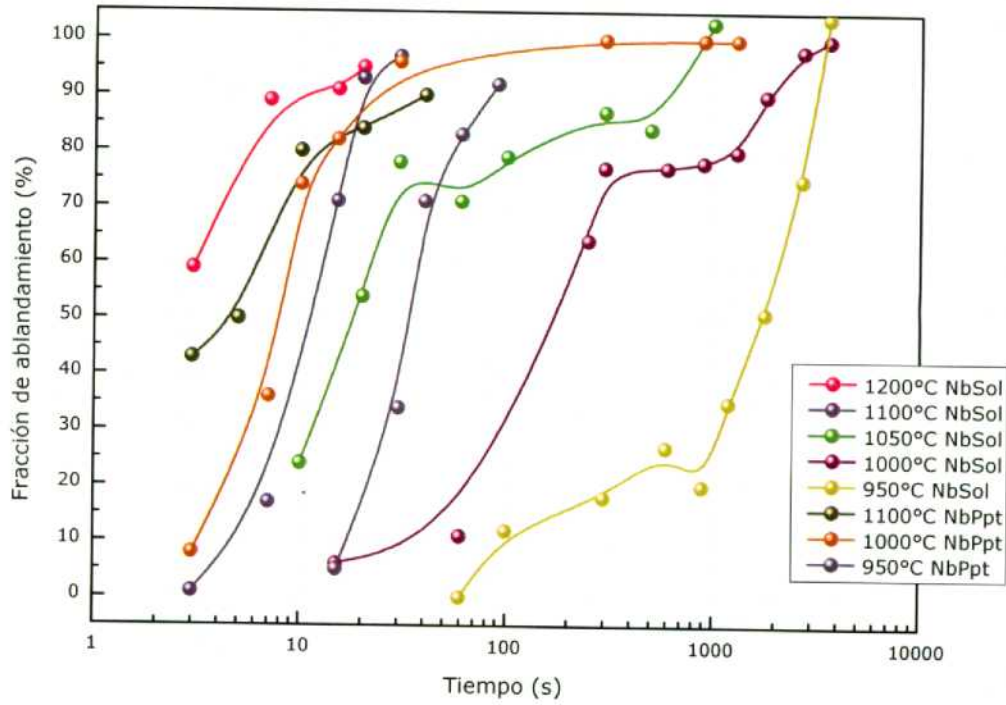


FIGURA 4.25 CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO PARA TODAS LAS CONDICIONES I Y II, CON $\epsilon = 0,15$ Y $\dot{\epsilon} = 1s^{-1}$.

La cinética de recrystalización de las condiciones donde el Nb se encuentra precipitado es comparable en orden de magnitud con las que corresponden a las curvas de 1200°C y 1100°C en donde el Nb se encuentra en solución. Estos resultados demostrados en la Figura 4.26 pueden deberse principalmente a dos factores: (I) el efecto de arrastre debido al Nb solución en el retardo de la recrystalización⁽¹⁴⁾ o (II) al refinamiento de grano en la microestructura de partida.

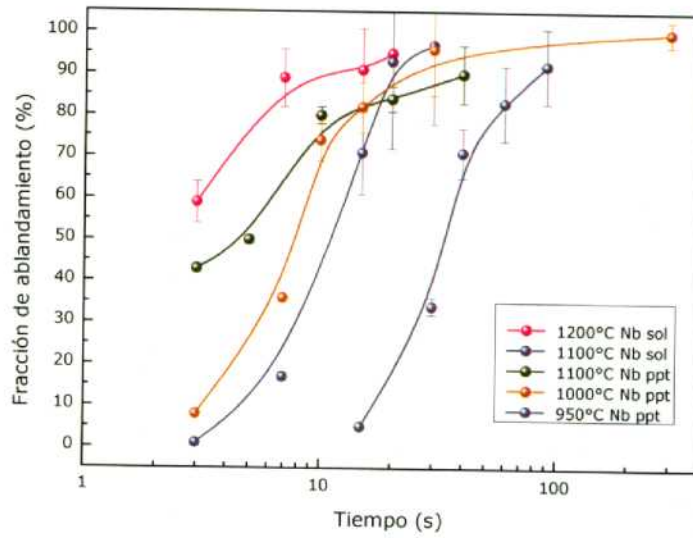


FIGURA 4.26 COMPARACIÓN ENTRE CONDICIONES I Y II PARA VARIAS TEMPERATURAS.

En las siguientes tres figuras se comparan las condiciones I y II sometidas al mismo ciclo de deformación (con $\varepsilon = 0,15$ y $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$) para 1100°C, 1000°C y 950°C respectivamente. Para las curvas que corresponden a 1000°C y 950°C, Figura 4.27 y Figura 4.28 respectivamente, se observa que la cinética de recrystalización aumentó en al menos un orden de magnitud, también el *plateau* desapareció en las curvas en las que el Nb fue previamente precipitado para estas temperaturas.

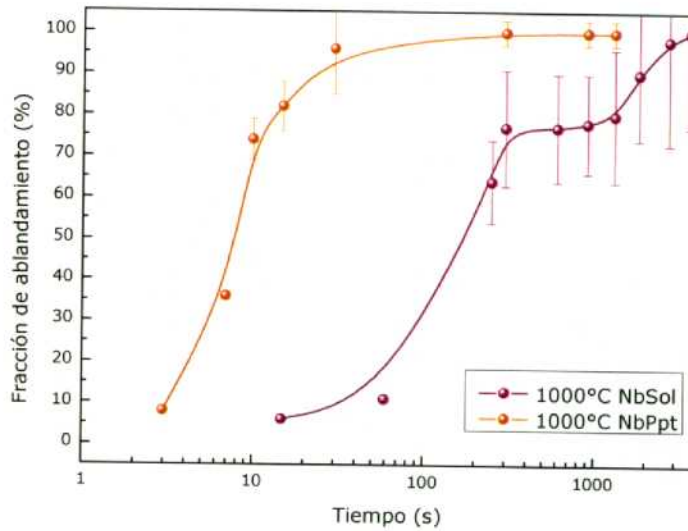


FIGURA 4.27 CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO PARA CONDICIONES I Y II A 1000°C.

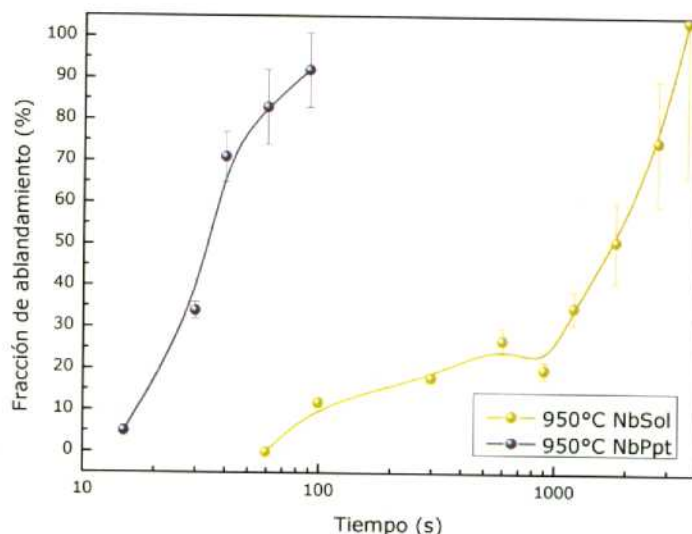


FIGURA 4.28 CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO PARA CONDICIONES I Y II A 950°C.

En el caso de las curvas con una temperatura de 1100°C (Figura 4.29) se observa un aumento de la cinética para tiempos cortos, pero luego se desacelera y termina siendo más lenta que la condición en la que el Nb está en solución. Las curvas deberían juntarse para tiempos largos debido a que la condición II a través de la disolución de los carburos debería asemejarse microestructuralmente con la condición I. Esta discrepancia podría ser debida a la dispersión experimental encontrada en la fracción de recrystalización.

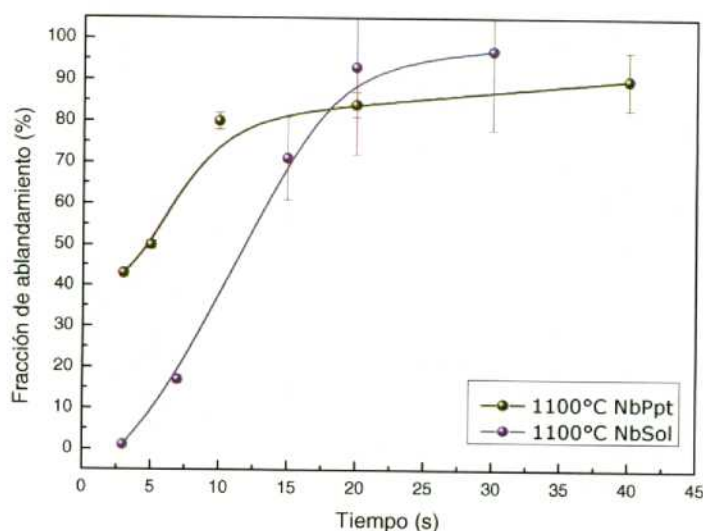


FIGURA 4.29 CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO PARA CONDICIONES I Y II A 1100°C.

Si se superponen los diagramas temperatura-tiempo para las dos condiciones se observa más claramente el efecto del Nb (Figura 4.30). A las tres temperaturas que se compararon las dos condiciones (1100, 1000 y 950°C) la recrystalización comienza primero en donde el Nb se encuentra precipitado, lo mismo ocurre si se tiene en cuenta la temperatura a la cual ocurre el 50% de la recrystalización. La única discrepancia se observa para 1100°C en donde el final de la

recristalización para la condición II es mayor que para la condición I (Nb en solución), para las otras dos temperaturas el tiempo para el 90% de recristalización es menor en la condición II.

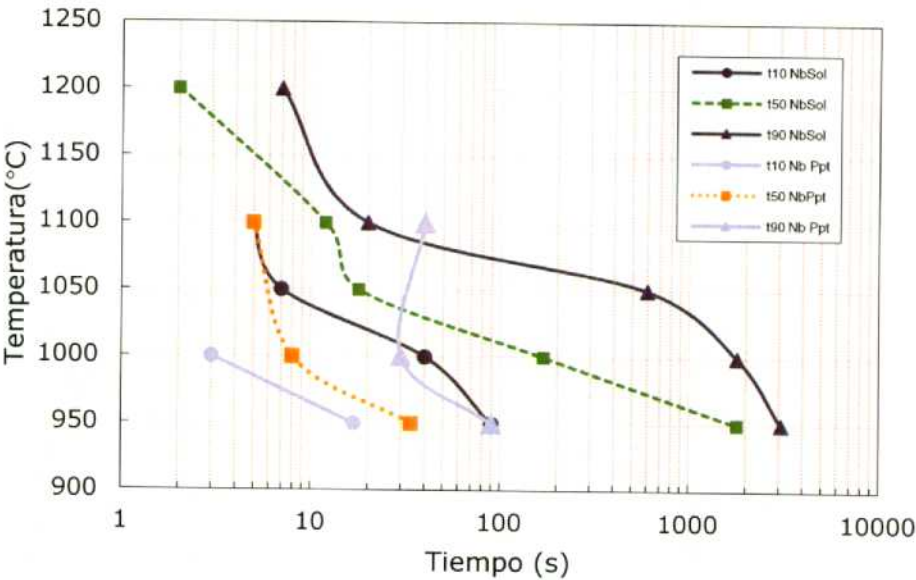


FIGURA 4.30 DIAGRAMA TIEMPO-TEMPERATURA PARA LAS CONDICIONES I Y II.

4.5. Determinación de tamaño de grano austenítico posterior a la recristalización

4.5.1 Determinación de tamaño de grano 100% recristalizado.

Como se mencionó anteriormente la determinación del tamaño de grano 100% recristalizado sólo se realizó para la condición I. Los tiempos para la finalización de la recristalización fueron obtenidos a partir de las cinéticas de ablandamiento para cada temperatura. En la Figura 4.31 se graficó el tamaño de grano en función de la temperatura y se observó que en general fue menor al tamaño de grano inicial (cercano a 95µm para todas las temperaturas) excepto a 1050°C.

Si se analizan los valores teniendo en cuenta las temperaturas que no presentaron un *plateau* en su cinética (1200 y 1100°C), se observa que el tamaño de grano disminuyó con el descenso de temperatura. Sin embargo para las temperaturas que presentaron un *plateau* y por lo tanto su recristalización se retrasó, el tamaño de grano resultó mayor (en el caso de 1050) o igual (1000°C y 950°C) a la condición de 1200°C. En estos últimos tres casos la observación metalográfica fue dificultosa posiblemente debido a que los ensayos estuvieron expuestos durante bastante tiempo a altas temperaturas.

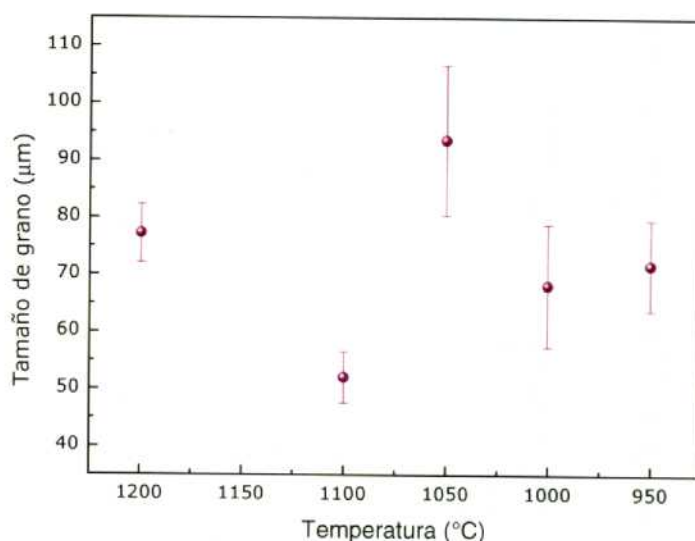


FIGURA 4.31 TAMAÑO DE GRANO 100% RECRISTALIZADO.

TABLA 4.9 RESULTADOS DE LAS MEDICIONES DE TAMAÑO DE GRANO PARA CONDICIÓN 100% RECRISTALIZADO.

Temperatura (°C)	n	Tamaño de grano (μm)	Desviación estandar (μm)	95% CI (μm)	RA(%)
1200	5	77,23	5,10	6,33	8,20
1100	5	52,05	4,45	5,53	10,62
1050	10	93,57	13,15	9,41	10,06
1000	5	68,19	10,71	13,30	19,50
950	5	71,75	7,91	9,82	13,69

4.5.2 Determinación de crecimiento de grano posterior a la recrystalización.

Para estas condiciones el tamaño de grano austenítico fue más difícil de revelar debido a la homogeneización del fósforo en la microestructura, el cual deja de estar en borde de grano austenítico primario y es atacado por el reactivo Béchet–Beaujard. Para 1200°C fue posible obtener una condición de crecimiento de grano: 5 segundos después de la recrystalización total, mientras que para 1100°C se obtuvieron dos: 20 segundos y 40 segundos después del 100% de recrystalización.

En las condiciones que presentaron una dispersión en el tamaño de grano se observaron algunos granos muy grandes por encima de los 200μm. Esto ocurrió para la condición de 1200°C apenas finalizó el 100% de recrystalización, mientras que para la temperatura de 1100°C el crecimiento de grano anormal se observó por encima de los 40 segundos.

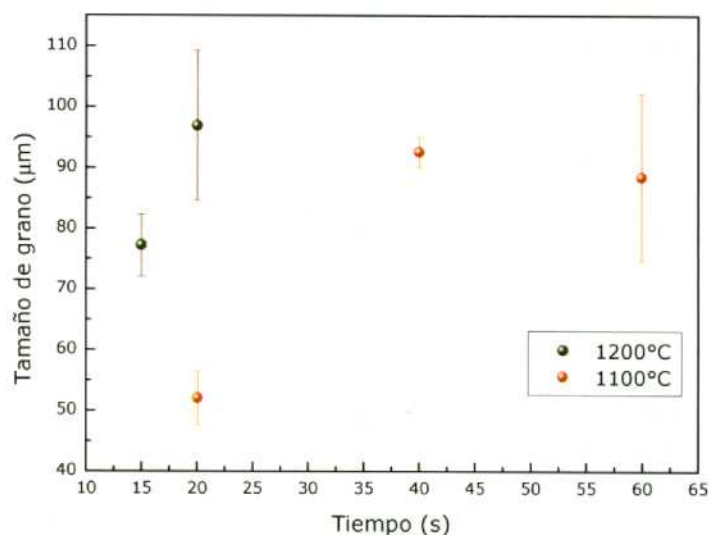


FIGURA 4.32 CRECIMIENTO DE TAMAÑO DE GRANO POSTERIOR A LA RECRISTALIZACIÓN.

4.6 Referencias

1. Andrade, H. L., Akben, M. G. and Jonas, J. J. 1983, Metall. Trans. A, Vol. 14A, p. 1967.
2. Barraclough, D.R. and Sellars, C.M. 1979, Metal Sci., Vol. 257.
3. Fernández, López and Rodríguez-Ibabe. 5, 1999, Scripta Materialia, Vol. 40, pp. 543-549.
4. Yakamoto, S., Ouchi, C. and Osuka, T. [ed.] J. et al. DeArdo. Pittsburgh : The Metallurgical Society of AIME, 1982. International conference on Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite. p. 613.
5. Vervynckt, S., et al. 3, 2010, Steel Research Int., Vol. 81, pp. 234-244.
6. Li, G., et al. 1996, ISIJ Int., Vol. 36, p. 1479.
7. Perttula, J.S. and Karjalainen, L. P. 1998, Mater. Sci. Technol., Vol. 14, p. 626.
8. *The physical metallurgy of hot working.* Sellars, C.M. [ed.] G. Davies and C.M. Sellars. London : The Metals Society, 1980. Hot working and Forming Processes. pp. 3-15.
9. Siciliano, F. Jr. and Jonas, J. J. 2000, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31A, pp. 511-530.
10. Medina and Mancilla. 8, 1996, ISIJ Int., Vol. 36, pp. 1070-1076.
11. Lücke, K. and Detert, K. 1957, Acta Metall., Vol. 5, p. 628.
12. Lücke, K. and Stüwe, H.P. [ed.] L. Himmel. *Recovery and Recrystallization in Metals.* s.l. : Interscience Publications, 1963, p. 171.
13. Cahn, J.W. 1962, Acta Metall., Vol. 10, p. 789.
14. Akben, M. G., Weiss, I. and Jonas, J. J. 1980, Acta Metall., Vol. 29, pp. 111-121.
15. ASTM-International. ASTM E112 -10. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. WC, United States : s.n., 2010.

16. —. ASTM E1181 - 02. Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Size . WC,
United States : s.n., 2008.

5 Modelización y discusiones

5.1 Deformación en caliente.

Al observar las curvas de compresiones en caliente (Figuras 4.1, 4.2, 4.3 y 4.4) y los resultados de la Tabla 4.1 se puede determinar si el material sufrió recristalización dinámica además de la recuperación dinámica. Para la temperatura de 1200°C aparece el pico en la curva tensión-deformación en todas las velocidades de deformación, por lo tanto la tensión estacionaria en este caso será σ_{ss}^{drxn} , lo mismo ocurre para las temperaturas 1100°C y 1000°C a una velocidad de deformación de 0,1s⁻¹. Para las otras cuatro curvas (1100°C y 1000°C a 1 s⁻¹ y 10 s⁻¹) la tensión estacionaria sólo ocurre mediante mecanismos de recuperación (σ_{ss}^{drec}), dado que no aparece el pico asociado a la recristalización dinámica.

Utilizando la Ecuación 2-5 es posible modelar la dependencia con la temperatura y la velocidad de deformación de la tensión estacionaria debida a recristalización o recuperación dinámica. Para determinar los valores de las constantes A, α' y n' se fijó el valor de α' en 0,012 (valor obtenido en la mayoría de los ajustes encontrados en la bibliografía ^{(1) (2) (3)}) y se graficó el $\sinh(\alpha\sigma_{ss}^{drec})$ o $\sinh(\alpha\sigma_{ss}^{drxn})$ (dependiendo de qué mecanismo operó) vs. Z ($Z = \dot{\epsilon}\exp(Q/RT)$) en un gráfico doble logarítmico (Figura 5.1 y Figura 5.2). El valor correspondiente a la energía de activación Q fue de 312 kJ/mol, cercano al coeficiente de autodifusión en la austenita ⁽⁴⁾.

Una vez obtenidos los valores de las constantes para la Ecuación 2-5 es posible analizar la influencia de la temperatura y la velocidad de deformación sobre σ_{ss}^{drec} y σ_{ss}^{drxn} a través de las ecuaciones 5-1 y 5-2.

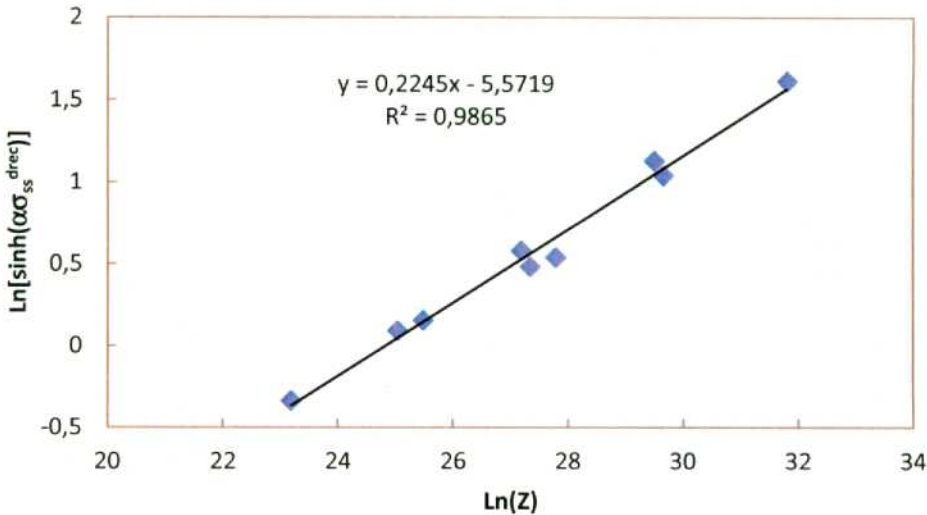


FIGURA 5.1 DEPENDENCIA DE LA TEMPERATURA Y VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN CON LA TENSIÓN DE SATURACIÓN DEBIDA A LA RECUPERACIÓN DINÁMICA, σ_{ss}^{drec}

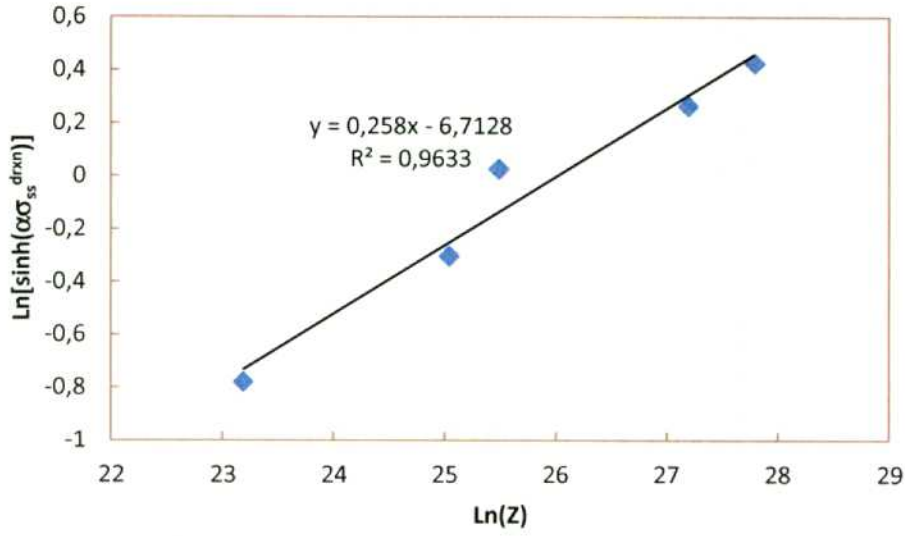


FIGURA 5.2 DEPENDENCIA DE LA TEMPERATURA Y VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN CON LA TENSIÓN DE SATURACIÓN DEBIDA A LA RECRISTALIZACIÓN DINÁMICA, σ_{ss}^{drxn} .

$$\sigma_{ss}^{drec} = 83,34 \sinh^{-1}[(Z/6,01 \times 10^{10})^{0,2245}] \quad 5-1$$

$$\sigma_{ss}^{drxn} = 83,34 \sinh^{-1}[(Z/1,99 \times 10^{11})^{0,258}] \quad 5-2$$

En la Figura 5.3 se observa la dependencia de la deformación al pico con el tamaño de grano y el parámetro de Z, para 1200°C. Los resultados experimentales concuerdan muy bien con la Ecuación 2-312, además a través del ajuste de los parámetros es posible calcular la aparición del pico para las otras dos temperaturas (1100°C y 1000°C) con bastante exactitud como se observa en la Figura 5.4. Los parámetros obtenidos se indican en la Ecuación 5-3 y coinciden en el rango con los obtenidos por Sellars⁽⁴⁾ para varias composiciones de aceros.

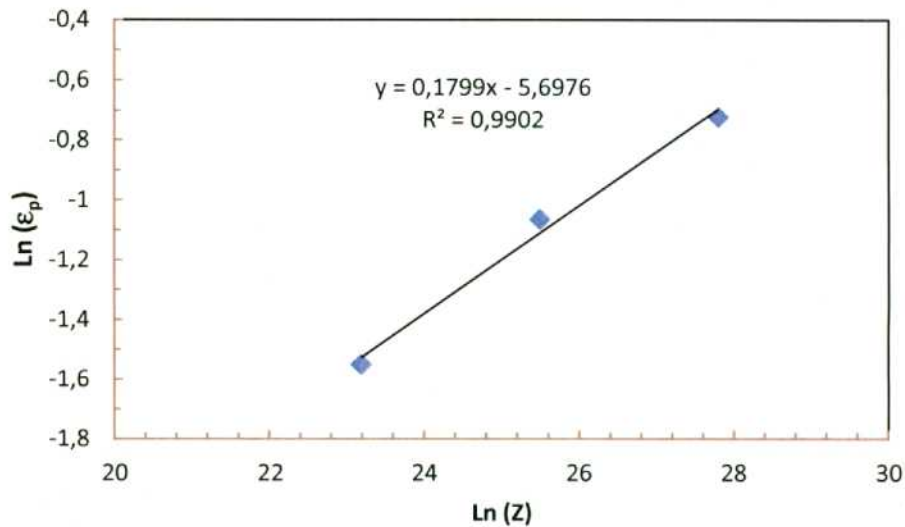


FIGURA 5.3 EFECTO DE LA TEMPERATURA Y LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN CON EL PICO ASOCIADO A LA RECRISTALIZACIÓN DINÁMICA.

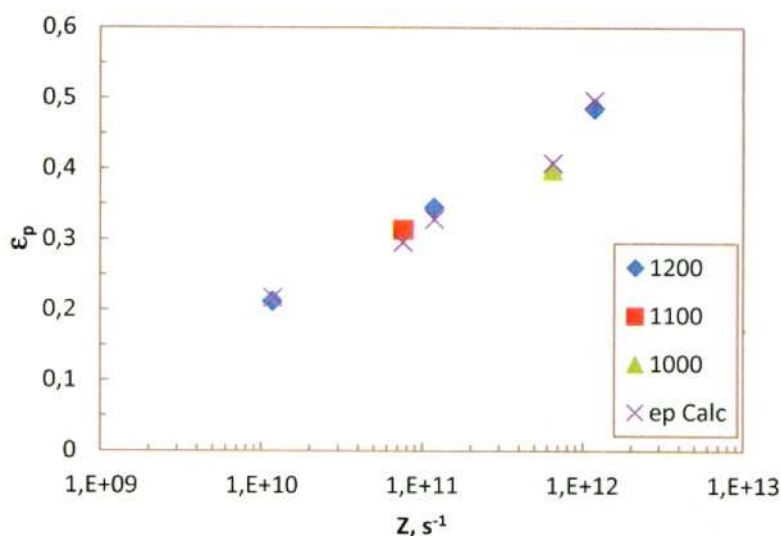


FIGURA 5.4 ε_p EN FUNCIÓN DE Z PARA 1200, 1100 Y 1000 °C, VARIANDO LA $\dot{\varepsilon}$ Y EL CALCULADO A PARTIR DE LA ECUACIÓN 2-31.

$$\varepsilon_p = 3,27 \cdot 10^{-4} d_0^{0,5} Z^{0,18} k \quad 5-3$$

En la siguiente tabla se comparan los resultados experimentales de las nueve curvas de compresión en caliente con los resultados obtenidos mediante el cálculo con las Ecuaciones 5-1, 5-2 y 5-3. Los valores calculados, tanto los de tensión de saturación (límite) como los de deformación al pico muestran una muy buena acuerdo con los obtenidos experimentalmente a excepción de la condición a 1200°C con una $de/dt=1 \text{ s}^{-1}$, esta variación puede deberse a un problema experimental de rozamiento entre la probeta y las mordazas que eleva la tensión. La suposición de ocurrencia de recristalización dinámica se basa en la aparición del pico en la curva de tensión deformación.

TABLA 5.1 COMPARACIÓN ENTRE RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS Y CÁLCULOS HECHOS PARA DETERMINAR LA RESISTENCIA A LA DEFORMACIÓN EN CALIENTE.

Condiciones			Resultados experimentales				Cálculos		
Temperatura (°C)	de/dt (s ⁻¹)	Z (s ⁻¹)	σ_p^{exp} (MPa)	σ_{ss}^{exp} (MPa)	Recristalización dinámica	ε_p^{exp}	ε_p^{calc}	σ_{ss}^{drec} (MPa)	σ_{ss}^{drxn} (MPa)
1200	0,1	1,17E+10	55,28	37	si	0,21	0,22	53,92	38,72
	1	1,17E+11	82,86	75	si	0,34	0,33	82,63	65,68
	10	1,17E+12	109,06	101	si	0,49	0,50	118,38	103,19
1100	0,1	7,51E+10	78,94	57	si	0,31	0,30	76,44	59,58
	1	7,51E+11	-	105	no	-	-	111,03	95,23
	10	7,51E+12	-	147	no	-	-	150,39	138,82
1000	0,1	6,44E+11	112,05	90	si	0,40	0,41	108,53	92,54
	1	6,44E+12	-	154	no	-	-	147,65	135,74
	10	6,44E+13	-	193	no	-	-	189,18	183,01

Se realizaron varios ajustes de las variables, como por ejemplo Q, $\varepsilon_{0,5}$, K, n_d y Ω en las ecuaciones 2-31 y 2-34, y los mejores resultados fueron con el valor de Q previamente

mencionado de la autodifusión del hierro en la austenita. A continuación se comparan las nueve curvas obtenidas experimentalmente con las calculadas con el modelo. Para evaluar la precisión del modelo constitutivo semiempírico se calculó el error relativo porcentual entre la tensión calculada y la experimental. El peor valor fue del 20%, sin embargo esta variación sólo ocurrió al comienzo de la curva tensión-deformación. Al aumentar la deformación el error disminuye, siendo en promedio menor al 8%.

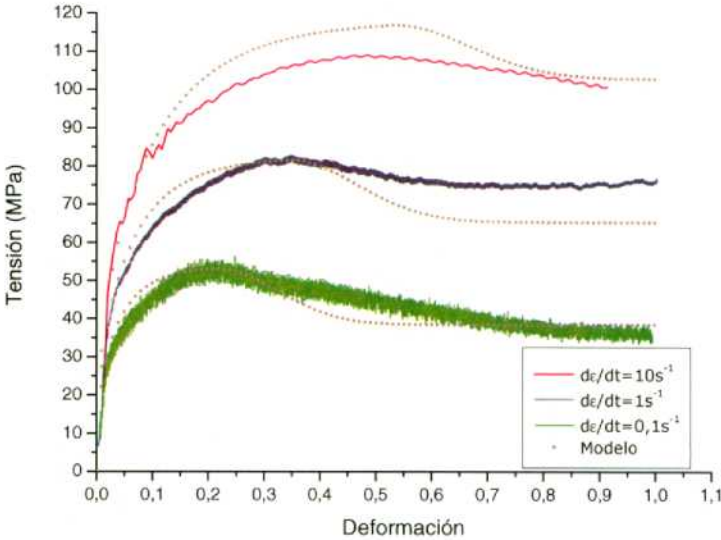


FIGURA 5.5 COMPARACIÓN ENTRE LAS PREDICIONES DEL MODELO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES PARA 1200°C.

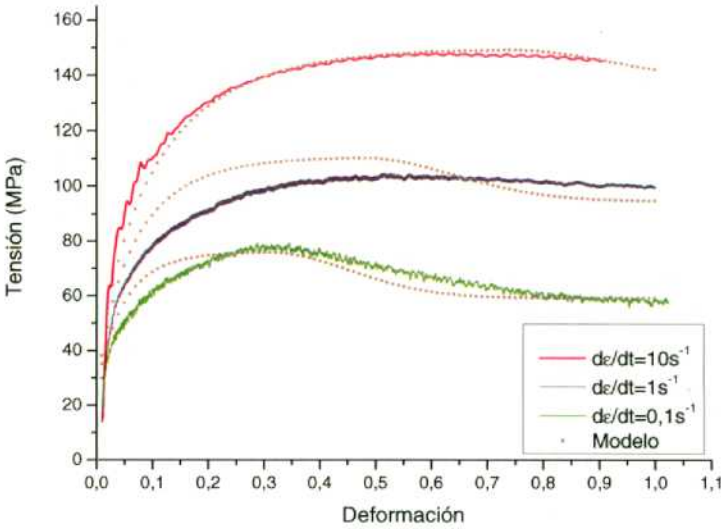


FIGURA 5.6 COMPARACIÓN ENTRE LAS PREDICIONES DEL MODELO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES PARA 1100°C.

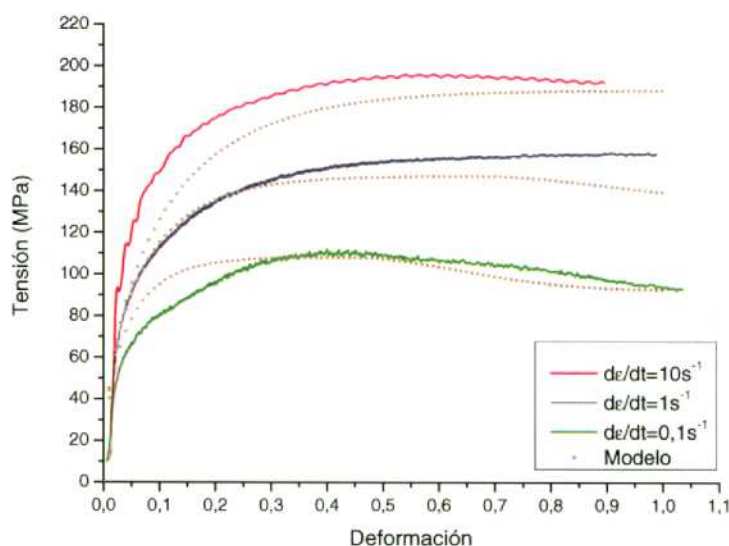


FIGURA 5.7 COMPARACIÓN ENTRE LAS PREDICCIONES DEL MODELO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES PARA 1000°C.

En la Figura 5.7 el ajuste del modelo para la velocidad de deformación intermedia ($d\epsilon/dt=1s^{-1}$) comienza a desviarse para deformaciones altas, una explicación posible de esta desviación también puede deberse a un problema de lubricación entre la probeta y las mordazas, generalmente más notorio a grandes deformaciones.

A partir del ajuste de las curvas de tensión-deformación es posible estimar la evolución de la densidad de dislocaciones durante la deformación en caliente. El conocimiento de esta evolución será fundamental a la hora de calcular las cinéticas de ablandamiento del material si se ajustaran con un modelo teórico.

5.2 Cinética de ablandamiento.

En la sección 4.2.2 se encuentran las curvas de cinética de ablandamiento para todas las temperaturas ensayadas. En esta sección se ajustarán a los valores experimentales, los calculados para una recrystalización homogénea que siga una cinética del tipo Avrami (Ecuación 2-23). El primer paso consiste en determinar el coeficiente de Avrami (n) y el tiempo característico de la recrystalización ($-\ln(1-X)/t_x^n$) para cada condición y temperatura. Aplicando logaritmo en ambos lados de la Ecuación 2-23 se obtiene:

$$\text{Log} [-\text{Ln} [1 - X]] = \text{Log}(k) + n\text{Log}(t) \quad 5-4$$

A partir de la ecuación anterior es posible graficar $\text{Log} [-\text{Ln} [1 - X]]$ vs $\text{Log}(t)$, obteniéndose una recta con pendiente n si la cinética sigue la propuesta por Avrami, también es posible calcular el t_{50} a partir del valor del $\text{Log}(k)$. Debido a que el cálculo se realiza ajustando un gráfico doble logarítmico, el coeficiente de correlación debe ser muy alto para lograr un resultado adecuado.

A modo de ejemplo en la Figura 5.8 se graficaron las cinéticas correspondientes a la condición I y II para la temperatura de 1100°C. Los puntos que se encuentran llenos fueron los

seleccionados para realizar el ajuste del coeficiente de Avrami. El criterio para esta selección fue el de obtener el mejor coeficiente de correlación tomando la mayor cantidad de puntos en la zona donde ocurre el 50% de ablandamiento.

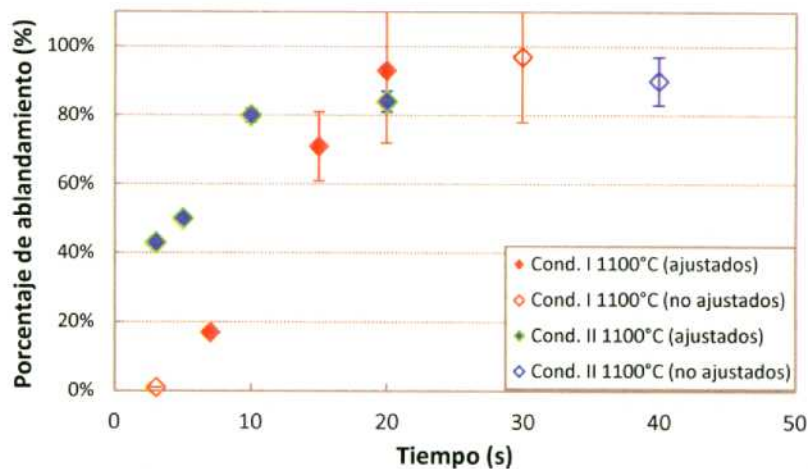


FIGURA 5.8 DATOS EXPERIMENTALES DE CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO PARA 1100°C EN LAS CONDICIONES I Y II.

En la Figura 5.9 se muestra a modo de ejemplo dos ajustes: el primero corresponde a la condición de Nb solubilizado a 1100°C, los puntos rojos son los datos experimentales y la pendiente de la recta que ajusta a esos puntos es de 2,52; el segundo corresponde a la condición Nb precipitado a 1100°C donde la recta que ajusta los valores experimentales tiene una pendiente de 0,58, con un R² menor.

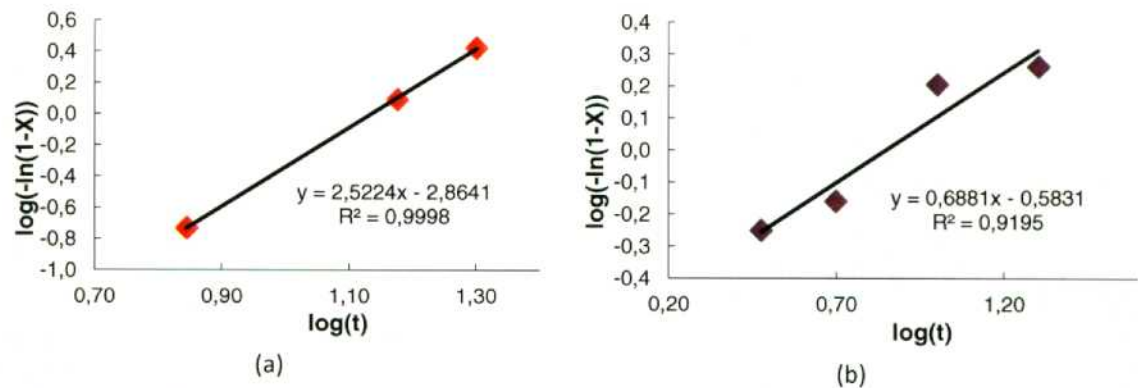


FIGURA 5.9 GRÁFICO DE AVRAMI PARA DETERMINACIÓN DE N, (A) PARA LA CONDICIÓN I Y (B) PARA LA CONDICIÓN II A 1100°C.

Se realizó este análisis para todas las condiciones a excepción de la Condición I a 950°C debido a que la precipitación comenzó a tiempos muy cortos y no fue posible determinar la cinética previa. Para 1200°C sólo se ajustó la recta con dos puntos debido a que en los otros tiempos, considerando el error experimental, la microestructura se encontraría 100% recrystalizada. Los coeficientes de Avrami, la constante k, el coeficiente de correlación (R²) y el tiempo para el 50% de recrystalización se encuentran en la Tabla 5.2. A menos que no se especifique lo contrario la condición descrita es a la temperatura indicada, ε=0,15 y dε/dt=1s⁻¹.

TABLA 5.2 VALORES CALCULADOS PARA COEFICIENTES DE AVRAMI Y TIEMPO PARA EL 50% DE RECRISTALIZACIÓN.

Condición	Coefficientes de Avrami (n)	Log (k)	R ²	Tiempo para el 50% de recristalización (t ₅₀), s.
I a 1200°C	1,07	-0,56	1,0000	2,37
I a 1100°C	2,52	-2,86	0,9998	11,81
I a 1050°C	1,55	-2,11	0,9994	18,29
I a 1000°C	1,09	-2,62	0,9370	183,27
II a 1100°C	0,69	-0,58	0,9195	4,13
II a 1000°C	1,14	-1,18	0,9358	7,76
II a 950°C	2,21	-3,72	0,9207	40,69
I a 1100°C, ε=0,3	1,00	-0,41	0,9076	1,79
I a 1100°C, dε/dt=10s ⁻¹	0,87	-1,11	0,9924	12,53

En el diagrama temperatura-tiempo obtenido a partir de los resultados experimentales (Figura 4.30), se estimó un t_{50} el cual aumentaba con la disminución de la temperatura. A partir del ajuste realizado, también es posible observar en la Figura 5.10 que ocurre lo mismo para los valores de t_{50} calculados a partir del $\text{Log}(k)$. Es importante mencionar que el t_{50} que sufrió el doble de deformación disminuye notoriamente cuando se lo compara con la condición I, sin embargo el aumento en un orden de magnitud de la velocidad de deformación aparentemente no tiene ninguna influencia en el tiempo de 50% de ablandamiento.

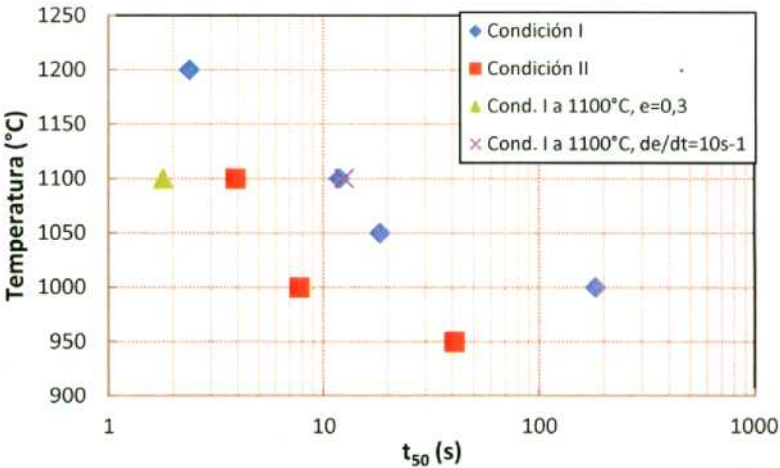


FIGURA 5.10 DIAGRAMA TEMPERATURA-T₅₀ A PARTIR DE LOS VALORES CALCULADOS.

Si se grafica n en función de la temperatura para las dos condiciones se obtiene la Figura 5.11. Es posible identificar que para la condición II (Nb precipitado) el coeficiente disminuye con el aumento de la temperatura, lo mismo ocurre para la condición I por encima de los 1100°C. Por debajo de esta temperatura, donde precipitaría el Nb, el n comienza a disminuir con el descenso de la temperatura. También se observa que el coeficiente de Avrami disminuye al aumentar la deformación y la velocidad de deformación. A diferencia de la dependencia de n con la temperatura no se ha encontrado en la bibliografía ningún estudio que lo relacione con ϵ o con $d\epsilon/dt$.

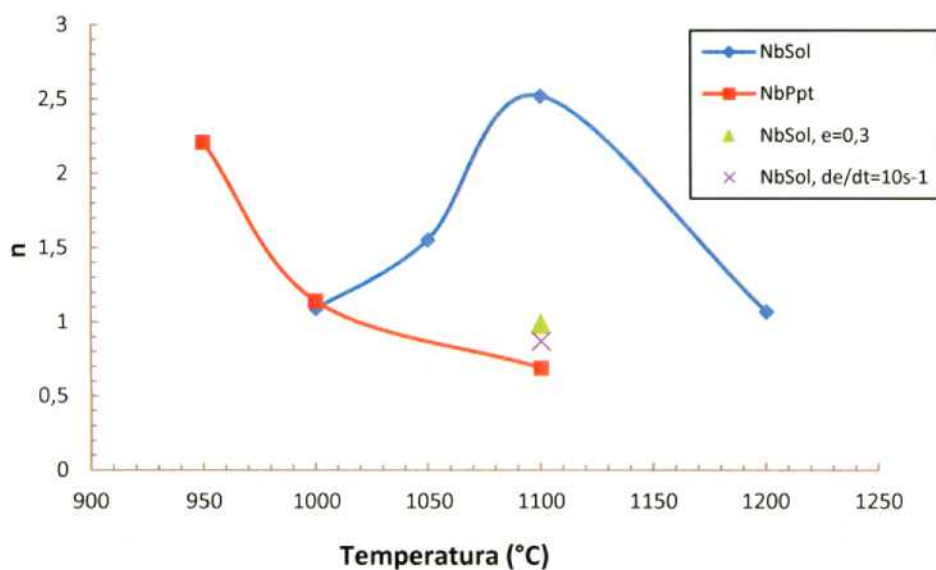


FIGURA 5.11 VARIACIÓN DEL COEFICIENTE DE AVRAMI CON LA TEMPERATURA PARA LAS DOS CONDICIONES.

Medina y otros⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾ han observado una pequeña dependencia del coeficiente de Avrami con la temperatura y establecieron dos diferentes ecuaciones del tipo Ahrrenius dependiendo si el acero es de baja aleación o microaleado. En general obtuvieron que los valores de n disminuyen con la temperatura y se encuentran entre 0,56 y 1,4 para varios aceros analizados. Los resultados encontrados por estos autores coinciden parcialmente con los obtenidos en este trabajo donde se observa un comportamiento diferente del exponente n a temperaturas menores a 1100°C para la condición I y una mayor variación de n con la temperatura.

La simplificación hecha por Avrami sobre el exponente n en la ecuación 2-23 sólo es posible si la velocidad de nucleación y la velocidad de crecimiento de núcleos recrystalizados son independientes del tiempo. Respecto a la nucleación puede ser válido para este caso, pero no así para la velocidad de crecimiento la cual depende de la movilidad y de la densidad de dislocaciones. Por lo que si existen fenómenos de recuperación, la densidad de dislocaciones disminuirá con el tiempo y si existe difusión de Nb en la interface, también se irá modificando la movilidad con el tiempo. La dependencia de la fracción de ablandamiento con t y de éste con la temperatura no será tan sencilla como la supuesta por Avrami y dependerá fundamentalmente de los modelos elegidos que mejor describan cada fenómeno.

Como conclusión podría decirse que el análisis del coeficiente de Avrami sin tener en cuenta el tiempo de inicio de la recrystalización, a partir del valor de k en el ajuste, es incompleto. Es decir, si se evalúan los dos parámetros obtenidos, claramente se encuentra que con la disminución de la temperatura los fenómenos de ablandamiento (recrystalización principalmente) ocurren más lentamente.

En la siguientes figuras se observan los valores experimentales de fracción de ablandamiento y las cinéticas de recrystalización que siguen la ley de Avrami calculadas con los valores de n y t_{50} ajustados para cada condición y temperatura. Como se mencionó anteriormente la condición I

a 950°C no se pudo ajustar debido a la falta de valores experimentales antes de la precipitación.

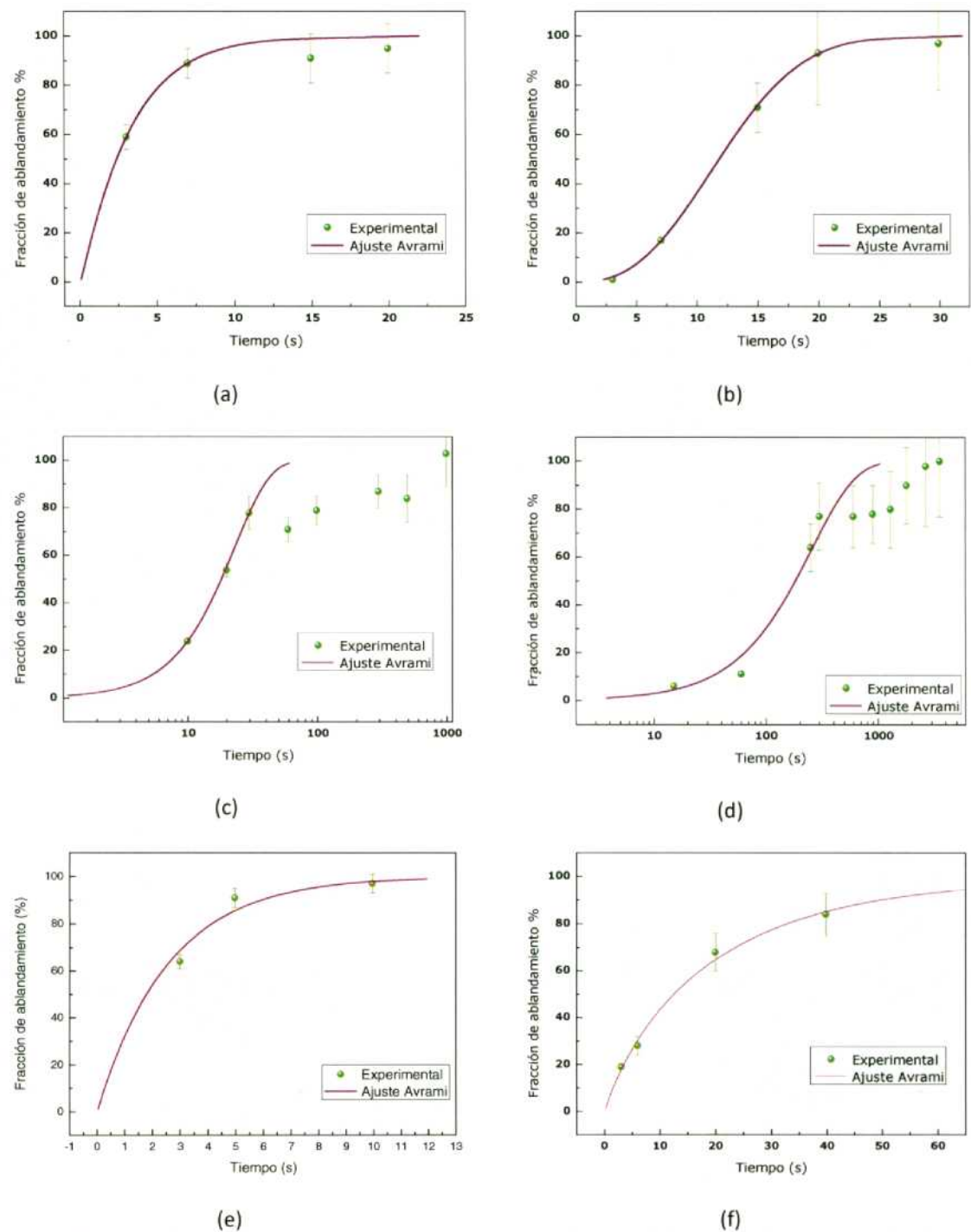


FIGURA 5.12 COMPARACIÓN ENTRE LA CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO CALCULADA EXPERIMENTALMENTE Y EL AJUSTE DE LA CINÉTICA DE RECRISTALIZACIÓN PARA LA CONDICIÓN I: (A) 1200°C, (B) 1100°C, (C) 1050°C, (D) 1000°C, (E) 1100°C $\epsilon=0,3$, (F) A 1100°C, $d\epsilon/dT=10s^{-1}$.

Para la condición I, Figura 5.12, los valores calculados experimentalmente para la fracción de ablandamiento pueden ser muy bien ajustados mediante una cinética de recrystalización que siga la ley de Avrami. En las temperaturas de 1050°C y 1000°C, Figura 5.12 (c) y (d), se observa

un desvío entre la curva calculada con la experimental, como se mencionó en la parte experimental esta interrupción en la cinética de recrystalización puede deberse al comienzo de la precipitación, lo cual será tratado en la siguiente sección. Para las cinéticas donde se modifica la deformación o la velocidad de deformación, Figura 5.12 (e) y (f), el ajuste de Avrami para la recrystalización sigue siendo muy bueno.

En la condición donde el Nb se encuentra precipitado antes de la determinación de la cinética de ablandamiento (condición II) el ajuste de la cinética de recrystalización tipo Avrami no es tan bueno como para la condición anterior (Figura 5.13). Una posible explicación a esta diferencia encontrada, es que la ley de Avrami supone una nucleación homogénea, la cual en la condición II será muy difícil porque habrá precipitados que actuarán como sitios preferenciales para la nucleación de los nuevos granos sin deformar. Otra explicación podría ser que, debido a que el Nb se encuentra completamente precipitado, el efecto de la recuperación se acentúa y no es posible explicar el ablandamiento solamente a través de la simplificación de Avrami. Esto se puede ver reflejado en algunos puntos experimentales que no coinciden con la cinética de recrystalización ajustada, sin embargo esta diferencia en ninguno de los casos es mayor al 25% y la tendencia general de los puntos coincide con la encontrada a través del ajuste de la recrystalización.

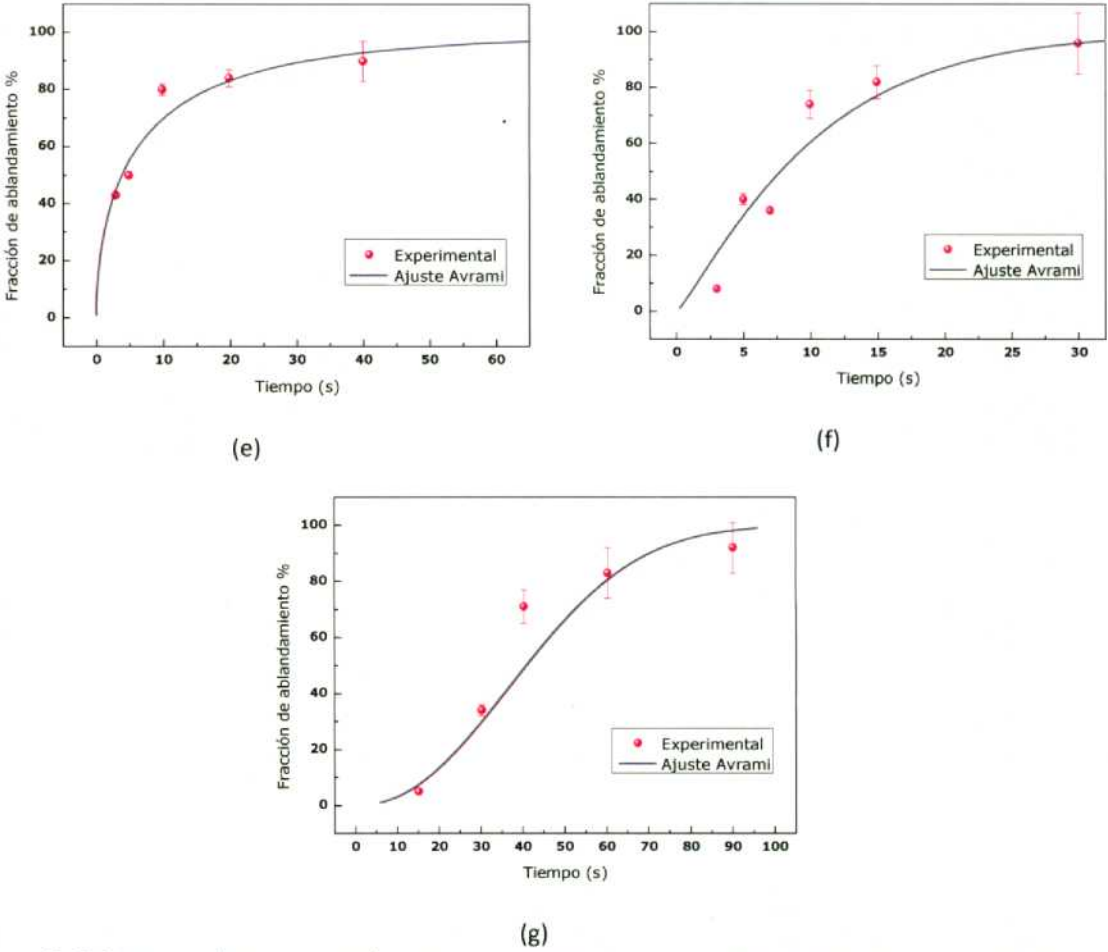


FIGURA 5.13 COMPARACIÓN ENTRE LA CINÉTICA DE ABLANDAMIENTO CALCULADA EXPERIMENTALMENTE Y EL AJUSTE DE LA CINÉTICA DE RECRYSTALIZACIÓN PARA LA CONDICIÓN II: (A) 1100°C, (B) 1000°C, (C) 950°C

A través de la ecuación 5-5 (2-25), Sellars⁽⁴⁾ propuso estimar el t_{50} a partir de las principales variables del proceso de laminación en caliente. Al graficar el $\ln(t_{50})$ en función de $1/T$ (Figura 5.14) para una misma deformación (0,15) y velocidad de deformación ($1s^{-1}$) es posible calcular la energía de activación Q a partir de la pendiente de la recta que ajusta a los valores experimentales. El tamaño de grano no se pudo mantener constante debido a que aumenta con la temperatura y en consecuencia el tiempo del ciclo debería modificarse para cada temperatura para tener el mismo tamaño de grano. Sin embargo la diferencia entre los tamaños de grano iniciales para la condición I es de sólo $20\mu m$, por lo que si se toma un valor promedio podría considerarse una constante sin cometer un error demasiado grande. El valor Q para la condición I fue de $316kJ/mol$, valor muy cercano al de la autodifusión del Fe en la austenita que coincide con el utilizado para ajustar las curvas de deformación en caliente. Para la condición II no es posible realizar el mismo análisis debido a que el tamaño de grano se encuentra fuertemente influenciado con la temperatura.

$$t_{50} = A\epsilon^l \dot{\epsilon}^m d_0^n \exp\left(\frac{Q_{SRX}}{RT}\right) \qquad 5-5 \text{ (2-25)}$$

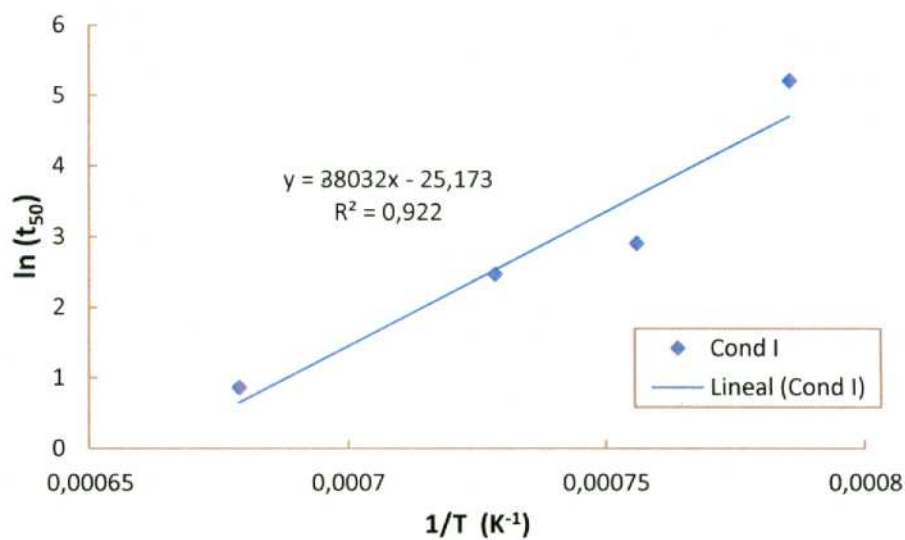


FIGURA 5.14 GRÁFICO PARA CALCULAR LA ENERGÍA DE ACTIVACIÓN Q DE LA ECUACIÓN 2-25.

Los exponentes de la ecuación 5-5 (2-25) de las otras variables del proceso como la deformación, la velocidad de deformación y el tamaño de grano podrían encontrarse efectuando el mismo análisis. Para lo cual sería necesario calcular las cinéticas de ablandamiento para varias deformaciones, velocidades de deformación y distintos tamaño de grano para obtener un ajuste adecuado y esto excede el plan de trabajo de la tesis debido a la gran cantidad de ensayos involucrados.

Lo que se presentará a continuación es un análisis del grado de predicción que se puede obtener usando distintos modelos de recrystalización disponibles en bibliografía. En la Tabla 5.3 se compara el tiempo para el 50% de recrystalización obtenido a través del ajuste de

Avrami con varios t_{50} calculados a partir de las variables del proceso de diferentes autores, los valores de los parámetros y los aceros utilizados pueden encontrarse en el Anexo 2.

Se puede observar que para la condición I existen 2 ajustes realizados por Medina⁽⁵⁾⁽⁶⁾ que coinciden con valores obtenidos experimentalmente del t_{50} para algunas temperaturas, resaltados en rosa. En el caso del ajuste de Medina 1993 (c), para aceros de baja aleación y alta resistencia al Ti, el valor que no coincide es para la temperatura de 1000°C. Mientras que para el ajuste de Medina 1996, en donde los exponentes dependen de la composición química, son los valores para 1100°C y 1050°C los que difieren de los experimentales.

TABLA 5.3 COMPARACIÓN DE TIEMPO PARA EL 50% DE RECRISTALIZACIÓN CON VALORES CALCULADOS TENIENDO EN CUENTA LAS VARIABLES DEL PROCESO.

	Tiempo para el 50% de recristalización (s)						
	Condición I				Condición II		
	1200°C	1100°C	1050°C	1000°C	1100°C	1000°C	950°
Ajuste Avrami	2,37	11,81	18,29	183,27	4,13	7,76	40,69
Sellars 1980 (a)	0,26	1,41	2,80	8,17	0,26	0,68	0,21
Sellars 1980 (b)	18,31	135,35	318,91	1120,87	24,86	93,54	34,50
Sellars 1980 (c)	0,01	0,61	5,96	96,51	0,11	8,05	15,52
Sellars 1980 (d)	8999,96	17766,66	20073,95	31932,79	3263,26	2665,01	416,89
Zufia 2001	0,46	1,64	2,58	5,86	0,30	0,49	0,11
Manohar 2003	0,13	0,60	1,37	3,38	0,60	3,38	8,94
Damm 2000 (a)	4,90	8,00	10,16	13,74	6,42	9,95	10,14
Damm 2000 (b)	0,79	3,29	7,09	16,77	2,78	13,08	26,22
Elwazri 2003	0,85	3,85	6,92	18,15	0,71	1,51	0,41
Sun 1997 (a)	0,35	1,56	2,96	7,57	0,44	1,17	0,55
Sun 1997 (b)	0,13	0,53	1,04	2,51	0,23	0,73	0,58
Nakata 2005 (a)	0,24	0,99	2,08	4,89	0,73	3,15	5,26
Nakata 2005 (b)	0,43	0,53	0,56	0,63	0,39	0,41	0,31
Bao 2011	1,22	7,91	17,33	56,32	1,45	4,70	1,59
Medina 1993 (a)	3,49	15,84	32,33	82,39	6,79	23,80	20,15
Medina 1993 (b)	1,37	4,25	7,01	14,21	1,82	4,11	2,71
Medina 1993 (c)	2,70	9,94	18,06	40,63	4,26	11,74	8,68
Medina 1996	2,24	15,79	44,21	144,58	11,11	90,31	245,44
Medina 2001	6,20	37,04	94,56	280,22	26,06	176,35	445,69

En la Figura 5.15 se comparan los puntos experimentales con el ajuste de Avrami y con los calculados por Medina a partir de los t_{50} utilizando en este caso el n del ajuste experimental en la ecuación 5-6 (2-18). Finalmente es posible concluir que ninguno de los ajustes encontrados en la bibliografía reproduce correctamente todos los valores experimentales para las temperaturas evaluadas de la condición I. Por lo que sería necesario calcular las cinéticas de ablandamiento para otras condiciones para obtener un correcto ajuste de los exponentes de la ecuación 5-5 (2-25).

$$X_v = 1 - \exp \left[-0.69 \left(\frac{t}{t_{50}} \right)^n \right]$$

5-6 (2-18)

Para la condición II los ajustes de Damm⁽⁹⁾ o Sellars⁽⁴⁾ coinciden con algunos de los datos obtenidos experimentalmente como puede verse en color rosa en la Tabla 5.3, sin embargo tampoco son reproducibles para todo el rango de temperaturas.

De este análisis queda claro que los modelos existentes en bibliografía permiten realizar predicciones con un nivel de acuerdo bajo respecto de los resultados experimentales. Para mejorar la precisión es necesario reajustar parámetros empíricos para el acero y condiciones de proceso de interés. Sin embargo es importante destacar que a pesar de dichas falencias en muchos casos los modelos han sido útiles para describir el comportamiento general de los aceros durante la deformación en caliente y el efecto de la recrystalización en la evolución de la microestructura.

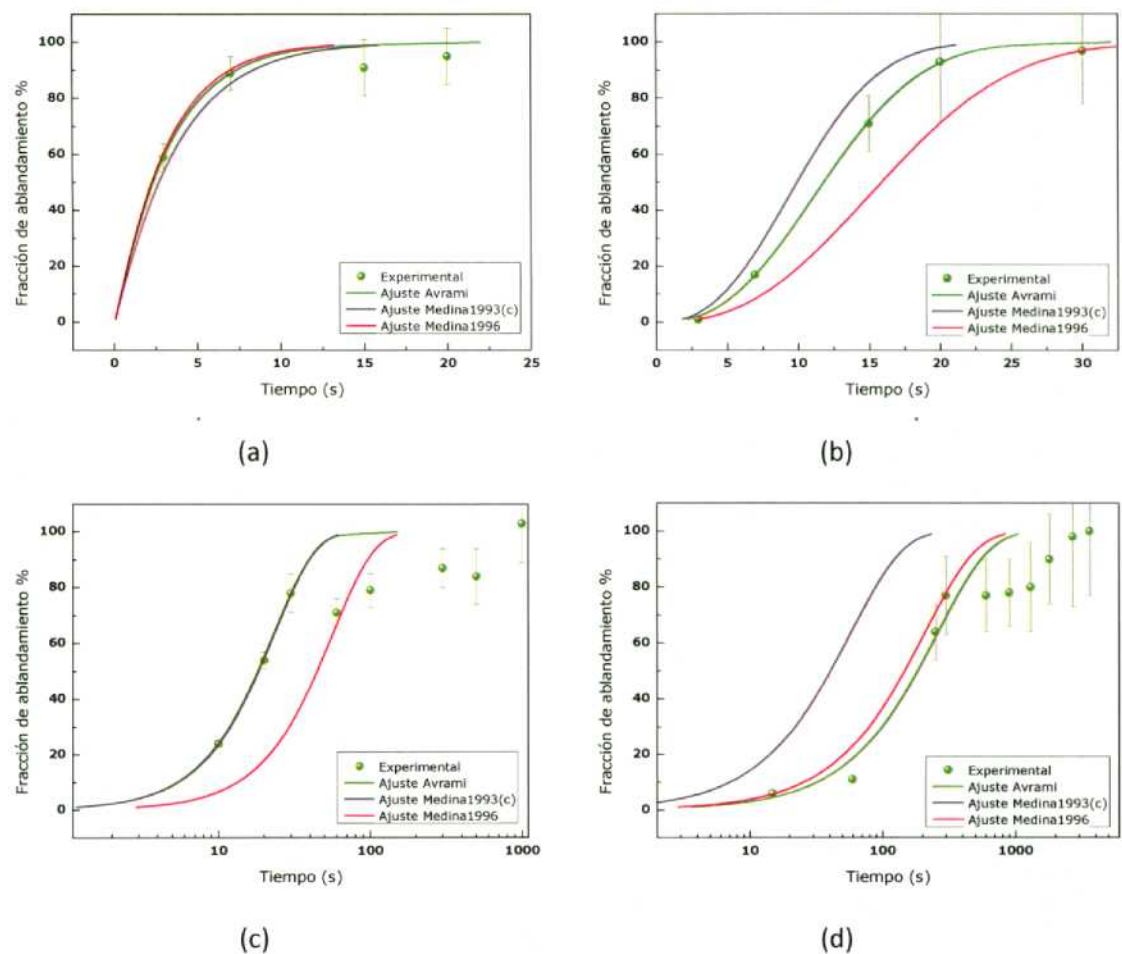


FIGURA 5.15 COMPARACIÓN ENTRE VALORES EXPERIMENTALES DE LAS CINÉTICAS DE ABLANDAMIENTO CON LOS CALCULADOS A PARTIR DE LOS T_{50} AJUSTADOS POR MEDINA. (A) 1200°C, (B) 1100°C, (C) 1050°C, (D) 1000°C.

5.3 Comienzo de la precipitación

Como se mencionó anteriormente el *plateau* que aparece en las curvas de cinética de recrystalización generalmente se encuentra asociado con el comienzo de la precipitación de CNb. Experimentalmente esto podría corroborarse mediante microscopía de transmisión⁽¹⁰⁾ a través de réplicas de extracción o métodos de disolución y filtración de los precipitados. Con el modelo de Dutta-Sellars y sus modificaciones también es posible estimar el tiempo en el cual comienza a precipitar el CNb ($t_{0.05}$). Si los tiempos del comienzo de *plateau* para cada

temperatura coinciden con alguno de los modelos de precipitación, podría decirse con mayor seguridad que la aparición del *plateau* es consecuencia del comienzo de la precipitación.

Bai⁽¹¹⁾ introduce una pequeña modificación al modelo de DS y es que a través del ajuste con algunos datos de planta obtiene que la constante A de la ecuación 2-39 depende de la composición química (porcentaje de Mn, Si, C y Nb) y no de la historia previa del material. En otros dos modelos la modificación al modelo de DS se encuentra en el cálculo de la relación de sobresaturación. Para el caso de DS-mod se tiene en cuenta el porcentaje de Si y Mn, mientras que para el DS-mod Cr se tiene en cuenta además el cromo. En el acero de interés de esta tesis el contenido en peso de Cr es cercano al 1% y por lo tanto el efecto de este elemento aleante no debería despreciarse. Los valores de A y B en la ecuación 2-39 son los ajustados inicialmente por Dutta y Sellars, sin tener en cuenta el efecto de los elementos de aleación en especial sobre A, a diferencia de Bai. Por lo que para tener un ajuste fino debería modificarse el valor de A para predecir con precisión el comienzo de la precipitación.

En la Figura 5.16 se graficaron en un diagrama tiempo-Temperatura los puntos experimentales del inicio del *plateau*; las curvas calculadas de acuerdo al modelo de Dutta-Sellars (DS) y sus modificaciones para el comienzo de la precipitación; y las rectas punteadas que representan las temperaturas críticas para cada modelo por encima de las cuales el Nb se encuentra completamente en solución. Se observa que los puntos que corresponden al comienzo del *plateau* para 1000°C y 950°C siguen la misma cinética que las curvas del comienzo de precipitación, en especial las modificadas por el contenido de aleantes (Mn, Si, Cr). Si se ajusta la constante A de la ecuación 2-39 los resultados para el modelo de Dutta-Sellars con la modificación de los elementos, Mn, Si y Cr, concuerdan perfectamente con los datos experimentales del comienzo del *plateau* para 1000°C y 950°C, como se demuestra en la curva naranja. La temperatura crítica para este modelo es la misma que para el de DS mod Cr.

Un resultado que es importante destacar es que el comienzo del *plateau* a 1050°C no concuerda con ninguna de las curvas de los modelos de precipitación. Además si se tuviera en cuenta para estimar la precipitación, junto con los otros dos puntos, la curva tendría una forma contradictoria a las encontradas para la cinética de precipitación. Por lo tanto no sería correcto asociar el inicio del *plateau* con el comienzo de la precipitación de CNb para esta temperatura; para tener mayor seguridad debería realizarse un estudio por microscopía de transmisión para corroborar lo predicho.

Sin embargo esta interrupción en la evolución de la recrystalización para 1050°C no es tan definida como para las otras temperaturas (Figura 5.17); es más, se observa que el material continúa su ablandamiento pero con una velocidad mucho menor. Por lo que algún otro mecanismo que opera durante la recrystalización, por ejemplo la recuperación, podría ser el responsable del inicio del *plateau*. Si hay recuperación, la densidad de dislocaciones en las zonas sin recrystalizar disminuirá y por lo tanto el contenido de CNb precipitado necesario para impedir el ablandamiento, podría ser menor al 5% calculado a partir del modelo de Dutta-Sellars. Es decir que el inicio del *plateau* podría coincidir con la precipitación de un contenido menor de CNb y por eso el punto correspondiente a 1050°C se encuentra fuera de la curva predicha por el modelo.

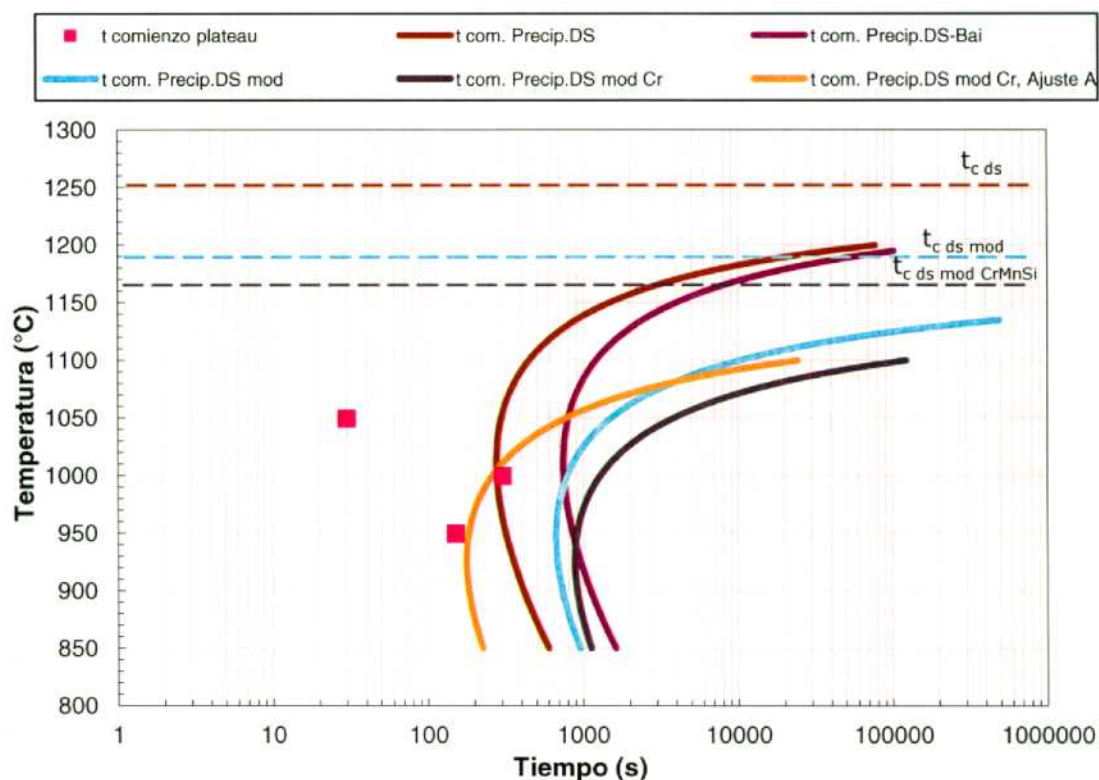


FIGURA 5.16 DIAGRAMA TIEMPO-TEMPERATURA PARA EVALUAR LAS CINÉTICAS DE PRECIPITACIÓN Y COMIENZO DEL *PLATEAU* OBSERVADO EXPERIMENTALMENTE.

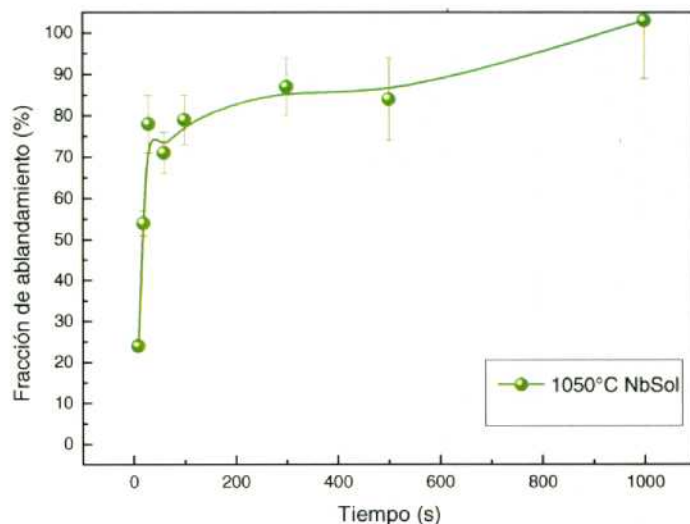


FIGURA 5.17 CURVA DE FRACCIÓN DE ABLANDAMIENTO EN FUNCIÓN DEL TIEMPO, PARA LA CONDICIÓN I A 1050°C.

En las otras curvas que presentan el *plateau*, se observa un fenómeno muy interesante. El *plateau* para la condición I a 1000°C ocurre a una fracción de ablandamiento cercano al 80%, por lo tanto la fuerza impulsora para continuar con la recrystalización luego de la precipitación, será menor que para 950°C. En esta última condición el *plateau* aparece a bajas fracciones de ablandamiento donde la gran mayoría de la microestructura se encuentra sin recrystalizar con

una alta densidad de dislocaciones. Esto explicaría la evolución de las dos curvas al comienzo de la precipitación y en el engrosamiento de los mismos (final del *plateau*) cuando la fuerza de pinning disminuye por debajo de la fuerza impulsora para la recrystalización. Por esta diferencia entre las fuerzas impulsoras es que la velocidad de ablandamiento correspondiente a la curva de 950°C luego del *plateau* es mayor que para la temperatura de 1000°C. Por último el *plateau* de la condición I a 950°C tiene una menor duración debido a que la fuerza impulsora para la recrystalización, como se mencionó anteriormente, es mayor y por lo tanto igualará antes a la fuerza de frenado debido a los precipitados si se supone que la cinética del engrosamiento de los precipitados no difiere demasiado entre estas dos temperaturas.

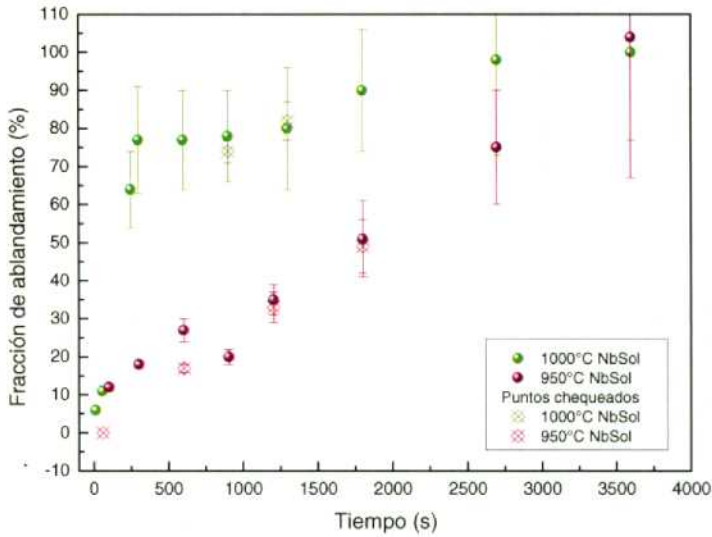


FIGURA 5.18 FRACCIÓN DE ABLANDAMIENTO EN FUNCIÓN DEL TIEMPO, PARA LA CONDICIÓN I A 1000°C Y 950°C.

5.4 Crecimiento y tamaño de grano

Como se mencionó en la sección de resultados experimentales, hubo algunas condiciones que fueron muy difíciles de atacar para la determinación del tamaño de grano. Esto ocurrió tanto para revelar el tamaño de grano inicial, el 100% recrystalizado y para el crecimiento. En la bibliografía se menciona este problema experimental y se encuentra acentuado en aceros menos templables que el de este trabajo. A pesar de esto muchos autores⁽¹²⁾⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾⁽⁴⁾ han podido revelar el tamaño de grano en varios aceros y ajustar los modelos para calcular el tamaño de grano recrystalizado y para el crecimiento de grano. Es importante destacar que en todos los casos el reactivo utilizado fue siempre el Béchet–Beaujard o una variación de este.

A partir de la intensa revisión bibliográfica se encontró que no existen mayores inconvenientes para revelar el tamaño de grano cuando el contenido de P es mayor al 0,01%. Sin embargo cuando el porcentaje en peso es menor que este valor, como es el caso del acero utilizado en esta tesis, comienzan la dificultad en el ataque y debe tenerse un cuidado especial en el tensioactivo utilizado. Además es recomendable la aplicación de un revenido luego del temple por encima de los 600°C⁽¹⁵⁾. En el caso de las probetas utilizadas se efectuó un revenido pero a una menor temperatura (300°C) y por un lapso muy breve.

No obstante es posible obtener algunas conclusiones importantes a partir del análisis de los resultados experimentales correspondiente al tamaño de grano recrystalizado y al crecimiento de tamaño de grano. En la Figura 5.19 se observa el tamaño de grano inicial y el 100% recrystalizado para las diferentes temperaturas ensayadas. Como se mencionó en los resultados: a excepción de la temperatura de 1050°C y de 1100°C, por no tener la condición inicial, el tamaño de grano 100% recrystalizado es menor al tamaño de grano inicial. Si se considera como Sellars⁽⁴⁾ y Weiss⁽¹⁶⁾ que el tamaño de grano recrystalizado no es influenciado por la temperatura de deformación, entonces la ecuación 2-26 se puede reescribir como:

$$d_{srX} = A d_0^n \epsilon^m \tag{5-7}$$

Donde d_{srX} es el tamaño de grano recrystalizado estáticamente, d_0 es tamaño de grano inicial, ϵ es la deformación y A, n y m son parámetros ajustables empíricamente. El valor de A fue el usado por Siciliano y Jonas⁽¹⁷⁾ (1,3), debido a que si no sería necesario calcular el tamaño de grano 100% recrystalizado para distintas deformaciones. El valor de m y n son el resultado del de graficar el $\log(d_{srX})$ vs $\log(d_0)$, los valores que se tuvieron en cuenta para el ajuste fueron los obtenidos para las temperaturas 1200°C, 1000°C y 950°C donde el tamaño de grano recrystalizado fue menor a la condición inicial. Los valores de n y m fueron -0,9 y 0,5 respectivamente. En la Figura 5.19 también se observan los tamaños de grano calculados para la condición de 100% recrystalizados a partir de la ecuación 5-7, los valores de tamaño de grano inicial fueron los obtenidos experimentalmente.

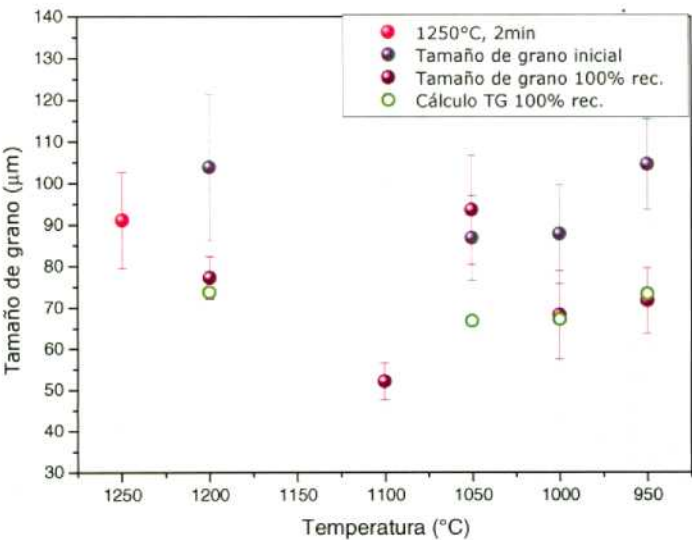


FIGURA 5.19 TAMAÑO DE GRANO INICIAL Y 100% RECRISTALIZADO OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE Y TAMAÑO DE GRANO 100% RECRISTALIZADO CALCULADO.

Como es de esperar el tamaño de grano recrystalizado calculado coincide con los valores para los cuales se realizó el ajuste. Para 1100°C no pudo calcularse debido a que no se determinó experimentalmente el tamaño de grano inicial, mientras que para 1050°C el valor no coincide con el encontrado. Como se mencionó anteriormente para esta última condición el tamaño de grano recrystalizado fue mayor al inicial y esto no es posible explicarlo a menos que haya habido un error en la determinación experimental o que el tiempo de finalización de

recristalización fuera menor al calculado a partir de las curvas de ablandamiento, produciéndose un posterior crecimiento de grano.

El ajuste de la Ecuación 2-38 con los valores obtenidos para evaluar el crecimiento de grano a 1200 y 1100°C (Figura 4.32) se encuentra en la Ecuación 5-8. Como se observa en la Figura 5.20 a través de la ecuación ajustada es posible obtener una muy buena correlación con los resultados experimentales. Como se mencionó anteriormente sería necesario evaluar el crecimiento para otros tiempos y temperaturas para corroborar la tendencia mostradas por las curvas. Para tiempos mayores se debería modificar o ajustar el ataque para poder observar las microestructuras con mayor claridad.

$$d^{4.5} - d_{srx}^{4.5} = 6 \times 10^{23} t \exp\left(\frac{435000}{RT}\right) \quad 5-8$$

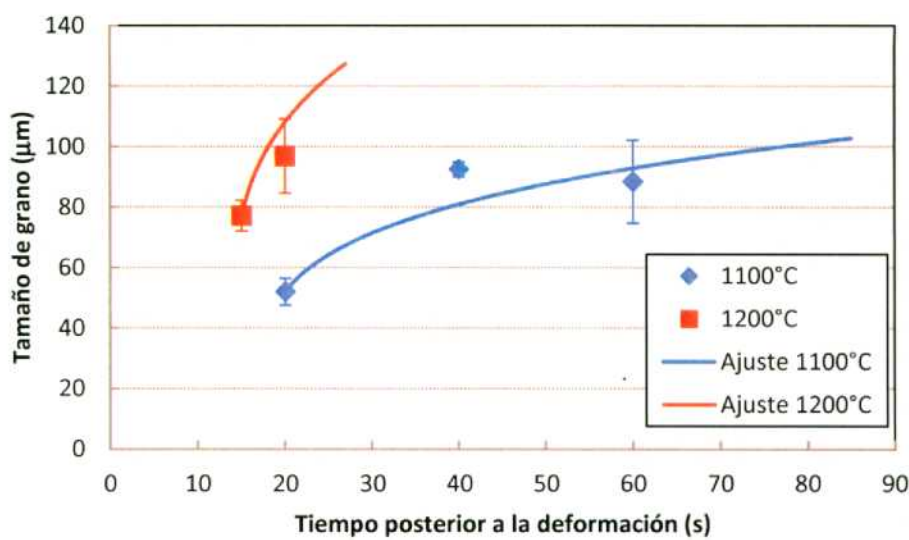


FIGURA 5.20 COMPARACIÓN DEL CRECIMIENTO DEL TAMAÑO DE GRANO LUEGO DE LA DEFORMACIÓN CON EL MODELO AJUSTADO.

Es importante mencionar que a pesar de que la ecuación anterior muestra una muy buena correlación entre los valores predichos con los datos experimentales, no modela explícitamente los fenómenos debido al anclaje, fuerzas de retraso y otros fenómenos que afectan el crecimiento de grano. En este sentido los parámetros ajustados, como por ejemplo la energía de activación o el exponente presentarán mayores valores a los predichos teóricamente debido a que son el resultado de un análisis de regresión. Los parámetros encontrados en este ajuste son del orden de los obtenidos por otros autores⁽¹⁷⁾. Además el modelo utilizado para el crecimiento de grano es aplicable sólo si se observa un crecimiento normal de grano, por lo que sería necesario efectuar determinaciones a tiempos mayores y revelar con mayor detalle la microestructura.

5.5 Referencias

1. Laasraoui, A. and Jonas, J. J. 1991, Metallurgical and Material Transactions A, Vol. 22, pp. 1545-1558.
2. Baragar, D.L. 1987, J. Mech. Work. Technol., Vol. 14, p. 295.

3. **Uvira, J.L. and Jonas, J.J.** 1968, TMS-AIME, Vol. 242, p. 1619.
4. **Sellars, C. M.** The physical metallurgy of hot working. [book auth.] C. M. Sellars and C. J. Davies. *Proc. Int. Conf, On Hot Working and Forming Processes*. s.l.: The Metal Society of London, 1980.
5. **Medina and Mancilla.** 12, 1993, ISIJ Int., Vol. 33, pp. 1257-1264.
6. **Medina and Mancilla.** 8, 1996, ISIJ Int., Vol. 36, pp. 1070-1076.
7. **Medina, S. F. and Mancilla, J. E.** 8, 1996, ISIJ International, Vol. 36, pp. 1070-1076.
8. **Medina and Quispe.** 7, 2001, ISIJ Int., Vol. 41, pp. 774-781.
9. **Damm, et al.** 2000. Proceedings of the 42nd Mechanical Working and Steel Proceeding Conference.
10. **Vervynckt, S., et al.** 2011, Materials science and Engineering A, Vol. 528, pp. 5519-5528.
11. **Bai, D.Q.** *Ph.D. Thesis*. Montreal : McGill University, 1995. pp. 28-32.
12. **Dutta, B. and Palmiere, E.J.** 2003, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 34A, pp. 1237-1247.
13. **Fernández, López and Rodríguez-Ibabe.** 5, 1999, Scripta Materialia, Vol. 40, pp. 543-549.
14. **Hodgson, P.D. and Gibbs, R.K.** 1992, Iron Steel Inst. Jpn. Int., Vol. 32, pp. 1329-1338.
15. **ASTM-International.** ASTM E407-07. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. WC, United States : s.n., 2007.
16. **Weiss, H. and otros.** 1973, J. Iron Steel Inst., Vol. 211, p. 703.
17. **Siciliano, F. Jr. and Jonas, J. J.** 2000, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31A, pp. 511-530.

6 Conclusiones

El objetivo de esta tesis fue el desarrollo de un modelo semiempírico que describa la evolución de la microestructura de aceros de medio carbono al Cr-Mo durante la laminación en caliente. El interés en este tipo de aceros se debe a su amplia utilización en la fabricación de tubos sin costura para la industria petrolera, en aplicaciones donde se requieren elevadas propiedades mecánicas y buena resistencia a la Fisuración Bajo Tensión por Sulfhídrico (SCC, *sulfide stress cracking*). El disponer de un modelo que vincule las variables del proceso de laminación con la evolución de la microestructura a la salida del laminador, acoplado a un modelo que describa mecánicamente el proceso de laminación de tubos sin costura, es muy importante en la optimización del proceso. La búsqueda bibliográfica encarada como primera etapa de esta tesis demostró que los modelos existentes están desarrollados para aceros de menor carbono y tenor de aleantes y apuntados a laminación de productos planos.

A partir de las diferentes condiciones de deformación en caliente a las que se sometió el material se puede concluir que:

- Se determinó la deformación crítica por debajo de la cual el material no sufre recristalización dinámica para las condiciones ensayadas.
- Fue posible ajustar algunos parámetros para calcular σ_{ss}^{drec} (tensión estacionaria debido a mecanismos de recuperación), σ_{ss}^{drxn} (tensión estacionaria debido a la recristalización) y ε_p (deformación hasta el pico), obteniéndose a partir de éstos muy buenos resultados en el cálculo de todas las curvas de compresión en caliente (un error promedio menor al 8%).

A partir de los ensayos de *double-hit* se obtuvieron las curvas de cinética de ablandamiento para todas las temperaturas y condiciones a las que se sometió el material. El análisis de estas curvas permitió analizar fenómenos de precipitación y ajustar parte del modelo semi-empírico de recristalización. De estos ensayos y ajustes se puede concluir que:

- A pesar de haber elegido el método del 2% de deformación para el análisis de los datos no se puede asegurar que la fracción de ablandamiento corresponde solamente a la fracción recristalizada. Se han observado algunos comportamientos en las curvas de cinética de ablandamiento que no podrían ser explicados solamente por la recristalización. Esto coincide con algunos autores anteriormente mencionados que creen que la influencia de la recuperación no es menor y no puede ser despreciada.
- La aparición de un *plateau* en algunas curvas de ablandamiento para la condición I, en la cual el Nb se encontraba en solución, promovió la elección de una condición adicional, condición II, en la cual el Nb se encontraba previamente precipitado, para evaluar la influencia de este elemento. La desaparición de los *plateaus* en la condición II para las mismas temperaturas a las que se ensayó la condición I, confirma la fuerte influencia del Nb en la cinética de ablandamiento, posiblemente debido a que el soluto en solución comienza a precipitar. El retardo observado al inicio del ablandamiento para la condición I en comparación con la condición II puede ser tanto producto del efecto de arrastre del Nb en solución como del aumento del tamaño de grano inicial.

- A partir del modelo de Dutta-Sellars modificado para los contenidos de Si, Mn y Cr, se estimó con mayor seguridad que el inicio de los *plateau* podría coincidir con el 5% de la precipitación de Nb para las temperaturas de 1000°C y 950°C, pero no para 1050°C donde esta disminución en la velocidad de ablandamiento podría estar influenciada por otro fenómeno como el de la recuperación. Una vez que comienza a operar este mecanismo la densidad de dislocaciones disminuirá y la aparición del *plateau* puede estar asociada a una precipitación menor al 5%. En todos los casos el inicio del *plateau* es debido a que la fuerza impulsora para la recrystalización es similar a la fuerza de frenado producida por los precipitados.
- A partir del modelo semi-empírico para la determinación del tiempo de 50% de recrystalización y de la evolución de la cinética tipo Avrami fue posible ajustar los datos experimentales de las fracciones de ablandamiento, obteniéndose en el peor de los casos un error menor al 20%. La mayoría de los parámetros ajustados se encontraron en el rango de los reportados en la bibliografía para laminación plana en aceros de baja aleación.

Respecto del tamaño de grano se puede concluir que:

- Se encontraron dificultades experimentales para revelar el tamaño de grano pero estas son inherentes al material, debido a su bajo contenido de fósforo (necesario para obtener una buena resistencia frente a la corrosión en medios *sour*). En general todos los reactivos encontrados para revelar el tamaño de grano atacan las zonas enriquecidas por este elemento. En el caso de la determinación de tamaño de grano inicial fue más sencilla debido a la ausencia de deformación que si sufrieron las condiciones 100% recrystalizado y las correspondientes a crecimiento de grano.
- Del análisis metalográfico de la condición II (Nb precipitado) fue posible observar un aumento del tamaño de grano previo a la deformación a medida que la temperatura se incrementaba, esto se debe a que el Nb precipitado comenzó a disolverse. Sin embargo para la condición I (Nb en solución) el tamaño de grano inicial no presentó una clara dependencia con la temperatura. Además para todas las temperaturas el tamaño de grano de la condición II fue menor a la condición I, debido a la mayor temperatura de recalentamiento en el último caso.
- El ajuste del modelo de predicción de tamaño de grano recrystalizado se vio dificultado debido a los problemas experimentales planteados previamente y sólo se pudieron considerar algunas temperaturas. En estos casos los resultados experimentales fueron consistentes con los cálculos realizados usando el modelo de Sellars y Weiss.
- Para el crecimiento de grano posterior a la recrystalización se ajustó el modelo con las microestructuras que pudieron ser reveladas obteniéndose buenos resultados.

A partir de las conclusiones anteriores y para obtener un modelo semi-empírico que pueda describir todos los fenómenos durante la laminación en caliente para este acero, se proponen los siguientes trabajos a futuro:

- Debería realizarse una mayor cantidad de ensayos de *double hit* modificando la velocidad de deformación, la deformación y el tamaño de grano inicial para evaluar

con mayor precisión como afectan estas variables termomecánicas en la cinética de ablandamiento.

- A pesar de la dificultad que representa el revelado de la microestructura, sería importante comparar la fracción de ablandamiento obtenida por el *double hit* con una calculada a partir de metalografías para poder diferenciar los fenómenos de recrystalización y recuperación. Sin embargo esto debería realizarse necesariamente a mayores deformaciones para distinguir con mayor facilidad entre granos recrystalizados y no recrystalizados.
- Para corroborar el inicio de la precipitación debería realizarse un análisis de láminas delgadas mediante microscopía de transmisión.
- Para el crecimiento de grano, sería deseable evaluar el tamaño de grano para otros tiempos y temperaturas para corroborar la tendencia mostrada por el ajuste.

7 Anexo 1

Teoría formal de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov.

7.1 Transformaciones isotérmicas

En una reacción homogénea, la posibilidad que ocurra una transformación de una pequeña zona en un tiempo determinado será la misma en cualquier parte del volumen que no ha transformado (V^α). Por lo tanto el volumen transformado (V^β) en un intervalo de tiempo corto será proporcional al volumen remanente no transformado al comienzo del intervalo y conllevará a una velocidad de proceso de primer orden:

$$\frac{dV^\beta}{dt} = k(V - V^\beta) \quad \text{A1-1}$$

Ó

$$\frac{V^\beta}{V} = 1 - \exp(-kt) \quad \text{A1-2}$$

En las reacciones de nucleación y crecimiento la situación es más compleja porque hay un tiempo de incubación (τ) hasta que empieza a crecer la zona transformada. Para el caso de transformaciones en estado sólido donde hay una interferencia entre las zonas que crecen a partir de diferentes núcleos, Kolmogorov ⁽¹⁾, Johnson y Mehl ⁽²⁾, y Avrami ^{(3) (4) (5)} encontraron independientemente una solución a este problema geométrico que será explicada a continuación.

7.2 Modelo de JMAK

Como se mencionó anteriormente la curva de la Figura 2.4 es típica de muchas reacciones de transformaciones de fases, como así también describe adecuadamente la cinética de recristalización. Fenomenológicamente esta transformación puede ser desarrollada en términos de los procesos de nucleación y crecimiento ⁽⁶⁾. Si se asume que los núcleos se forman con una velocidad por unidad de volumen $\dot{N}_v$, y el crecimiento que ocurre con una velocidad $\dot{G}$, es isotrópico y por lo tanto las zonas transformadas son esféricas, lo cual es una muy buena aproximación en casos reales; el volumen de una región β transformada (v_τ) en un tiempo $t = \tau$ es:

$$\left. \begin{array}{ll} v_\tau = (4\pi/3)\dot{G}^3(t - \tau)^3 & \text{para } (t > \tau), \\ v_\tau = 0 & \text{para } (t < \tau). \end{array} \right\} \quad \text{A1-3}$$

Por lo tanto el número de núcleos que se formarán en un tiempo incremental dt serán $\dot{N}_v dt$, entonces el volumen total transformado a un tiempo t será:

$$V^\beta = (4\pi V/3) \int_{\tau=0}^t \dot{N}_v \dot{G}^3(t - \tau)^3 d\tau \quad \text{A1-4}$$

La única forma de resolver la ecuación anterior es hacer algunas suposiciones de cómo varía $\dot{N}_v$ con el tiempo, la simplificación más sencilla es que $\dot{N}_v$ se mantiene constante:

$$X_v = \frac{V^\beta}{V} = (\pi/3)\dot{N}_v\dot{G}^3t^4 \quad A1-5$$

donde X_v es la fracción en volumen transformada para un tiempo t .

En un tratamiento más exacto se debería considerar la interferencia mutua entre zonas creciendo de diferentes núcleos, con este propósito Avrami definió los núcleos "fantasmas" y se basó en estos para definir un volumen extendido (V_e^β):

$$\left. \begin{aligned} dV_e^\beta &= v_\tau \dot{N}_v (V^\alpha + V^\beta) d\tau \\ V_e^\beta &= (4\pi V/3) \int_{\tau=0}^t \dot{N}_v \dot{G}^3 (t-\tau)^3 d\tau \end{aligned} \right\} \quad A1-6$$

Los denominados núcleos "fantasmas" son los que se generarían en todo el volumen inclusive en el volumen ya transformado; y el volumen extendido difiere del volumen real transformado en dos aspectos: (I) se contaron las regiones "fantasmas" nucleadas en el material ya transformado; y (II) se trataron todas las regiones como si estuvieran continuamente creciendo, sin tener en cuenta otras regiones. Por lo tanto algunos elementos del volumen transformado pudieron haber sido contados más de una vez para obtener el volumen extendido.

Con el objetivo de encontrar una relación entre V_e^β y V^β se considera una pequeña región al azar, de la cual una fracción $(1 - V^\beta/V)$ se mantiene sin transformar a un tiempo t . Posteriormente, durante un tiempo adicional dt , el volumen extendido de β en la región se incrementará en un dV_e^β y en el volumen verdadero en dV^β . De los nuevos elementos de volumen que conforman dV_e^β , una fracción $(1 - V^\beta/V)$ en el promedio se encontrará en el material no transformado previamente, contribuyendo de esta manera con dV^β , mientras que lo restante de dV_e^β , ya estará en el material que transformó. Este resultado es válido sólo si dV_e^β es tratado completamente como un elemento de volumen al azar y esta es la razón por la cual los núcleos "fantasmas" deben ser incluidos en la definición de V_e^β ⁽⁷⁾:

$$dV^\beta = (1 - V^\beta/V) dV_e^\beta \quad A1-7$$

ó

$$V_e^\beta = -V \ln(1 - V^\beta/V) \quad A1-8$$

Sustituyendo en la ecuación A1-6:

$$-\ln(1 - X_v) = (4\pi/3)\dot{G}^3 \int_{\tau=0}^t \dot{N}_v (t-\tau)^3 d\tau \quad A1-9$$

En el caso real donde $\dot{N}_v$ no es constante, pero puede a su vez crecer o decrecer con el tiempo Avrami hizo la siguiente suposición para resolver la ecuación A1-9. Él propuso que la nucleación ocurre solamente en algunos sitios preferenciales los cuales eventualmente se extinguirán. Entonces si inicialmente hay N_v^0 sitios por unidad de volumen de la fase α y un

número restante de núcleos N_v después de un tiempo t , el número de núcleos que desaparezcan en un intervalo de tiempo pequeño dt será $dN_v = -N_v f_1 dt$, donde la frecuencia f_1 da la velocidad a la cual un sitio individual se convierte en un núcleo. Por lo tanto $N_v = N_v^0 \exp(-f_1 t)$ y la velocidad de nucleación por volumen es

$$\dot{N}_v = -dN_v/dt = N_v^0 f_1 \exp(-f_1 t) \quad A1-10$$

Sustituyendo $(\dot{N}_v)_{t=\tau}$ en la ecuación A1-9 e integrando por partes resulta en

$$X_v = 1 - \exp \left[\left(8\pi N_v^0 \dot{G}^3 / f_1^3 \right) \left(\exp(-f_1 t) - 1 + f_1 t - \frac{f_1^2 t^2}{2} + \frac{f_1^3 t^3}{6} \right) \right] \quad A1-11$$

Existen dos valores límites para la ecuación anterior, correspondientes a valores muy pequeños y valores muy grandes de $f_1 t$. El primer caso implica que $\dot{N}_v$ es efectivamente constante, mientras que el segundo resultará en que la cantidad de núcleos N_v rápidamente se haga cero, es decir que todos los centros de nucleación se extingan en un comienzo temprano de la reacción:

Para pequeños valores de $f_1 t$:

$$X_v = 1 - \exp(-\pi \dot{G}^3 \dot{N}_v t^4 / 3) \quad A1-12$$

Para grandes valores de $f_1 t$:

$$X_v = 1 - \exp(-(4\pi N_v^0 / 3) \dot{G}^3 t^3) \quad A1-13$$

Finalmente Avrami propuso que para un proceso de nucleación y crecimiento se debería usar la siguiente relación:

$$X_v = 1 - \exp(-kt^n) \quad A1-14$$

donde $3 \leq n \leq 4$. Esta ecuación debería cubrir todos los casos en donde la velocidad de nucleación decrece como función del tiempo hasta el límite en que es constante. También es importante recordar que para este tratamiento se consideró que el crecimiento de la fase es volumétrico. Mayor detalle sobre fases que crecen en una o dos direcciones y donde la nucleación ocurre en lugares preferenciales puede encontrarse en el libro de Christian⁽⁷⁾.

7.3 Referencias

1. Kolmogorov, A.N. 1, USSR-Ser-Matemat : s.n., 1937, Izv. Akad. Nauk., Vol. 3, pág. 355.
2. Johnson, W.A. y Mehl, R.F. 1939, Trans. Metall. Soc. AIME, Vol. 135, pág. 416.
3. Avrami, M. 1939, J. Chem. Phys., Vol. 7, pág. 1103.
4. Avrami, M. 1940, J. Chem. Phys., Vol. 8, pág. 212.
5. Avrami, M. 1941, J. Chem. Phys., Vol. 9, pág. 177.
6. Humphreys, F. J. y Hatherly, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd Edition. s.l. : Elsevier Ltd, 2004. 0-08-0441645.

7. Christian, J. W. *The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Part I*. Oxford : Pergamon, 2002.

8 Anexo 2

Recopilación de parámetros utilizados para ajustar cinética de recristalización por ley de Avrami.

8.1 Valores en bibliografía para el ajuste del parámetro del exponente de Avrami.

En los modelos citados a continuación definen la ecuación de JMAK ^{(1) (2) (3)} (A-1) con un exponente de Avrami (*n*) que no se modifica con el avance de la recristalización.

$$X_v = 1 - \left[-0.69 \left(\frac{t}{t_{50}} \right)^n \right]$$

A2-1

TABLA A-1 RECOMPILACIÓN DE EXPONENTE DE AVRAMI.

Coeficiente de JMAK	Ref.	Acero
<i>n</i> =2	(4) (5)	-
<i>n</i> =1	(6) (7) (8) (9)	Bajo C-Mn, Medio C-Mn, Cr-Mo (4120)
<i>n</i> =1.46	(9)	V-HSLA (1538V)
<i>n</i> =0,31	(10)	316 SS
<i>n</i> =1,3	(11)	Alto C-Mn
<i>n</i> =0,6	(5)	Ti-Nb-HSLA
<i>n</i> =0,9	(12)	Nb-HSLA
<i>n</i> =0.85, <i>T</i> =950°C <i>n</i> =0.96, <i>T</i> =1000°C <i>n</i> =1.02, <i>T</i> =1050°C	(13)	Nb-HSLA
<i>n</i> =0.65, <i>T</i> =1000°C <i>n</i> =0.76, <i>T</i> =1050°C <i>n</i> =0.77, <i>T</i> =1100°C	(14)	Acero de bajo carbono y alto niobio.
$n = 27,35 \exp\left(-\frac{40000}{RT}\right),$ $n = 4.33 \exp\left(-\frac{17000}{RT}\right),$ $n = 4.81 \exp\left(-\frac{20000}{RT}\right).$	(15)	Acero al Nb, al V, al Ti.
$n = 3.07 \exp\left(-\frac{12000}{RT}\right),$ acero libre de Nb $n = 38.02 \exp\left(-\frac{43800}{RT}\right),$ acero al Nb	(16)	Varias químicas de aceros
$n = 2.93 \exp\left(-\frac{12500}{RT}\right),$ acero libre de Nb $n = 28.33 \exp\left(-\frac{36000}{RT}\right),$ acero al Nb	(17)	Aceros de baja aleación microaleados con V y Nb.

8.2 Valores en bibliografía para el ajuste de los parámetros de las variables para el tiempo de 50% de recrystalización (t_{50})

Como se mencionó anteriormente el primero en proponer la dependencia de t_{50} con las variables del proceso fue Sellars⁽⁴⁾ y obtuvo la expresión ya mencionada para este tiempo:

$$t_{50} = A \varepsilon^l \dot{\varepsilon}^m d_0^n \exp\left(\frac{Q_{SRX}}{RT}\right)$$

A2-2

TABLA A-2 RECOPIACIÓN DE PARÁMETROS EN TIEMPO DE 50% DE RECRISTALIZACIÓN.

Parámetros	Ref.	Acero
$A = 2.5 \times 10^{-19}; l = -4; m = 0; n = 2; Q = 300000$, Acero CMn $A = 2.52 \times 10^{-19}; l = -4; m = 0; n = 2; Q = 325000$, Acero al Nb T>1004°C $A = 5.94 \times 10^{-38}; l = -4; m = 0; n = 2; Q = 780000$, Acero al Nb 1004°C >T > 891°C $A = 9.24 \times 10^{-9}; l = -4; m = 0; n = 2; Q = 130000$, Acero al Nb T<891°C	(6) (18)	Acero al C-Mn, Nb
$A = 2.3 \times 10^{-15}; l = -2.5; m = 0; n = 2; Q = 230000$	(6) (8)	Bajo C-Mn
$A = 1.14 \times 10^{-13}; l = -3.8; m = -0.41; n = 0; Q = 252000$	(7)	Medio C-Mn
$A = 3.72 \times 10^{-8}; l = -2.2; m = -0.66; n = 0; Q = 137000$	(10)	316 SS
$A = 1.6 \times 10^{-4}; l = -1.17; m = -0.28; n = 0.26; Q = 84362$	(9)	V-HSLA (1538V)
$A = 1.0 \times 10^{-11}; l = -2.36; m = -0.24; n = 0.2; Q = 241000$	(9)	Cr-Mo (4120)
$A = 4.2 \times 10^{-16}; l = -2; m = -0.34; n = 2; Q = 270000$	(11)	Alto C-Mn
$A = 8.31 \times 10^{-15}; l = -1.5; m = -0.33; n = 1.5; Q = 263000$	(18)	A36
$A = 5.22 \times 10^{-13}; l = -0.67; m = -0.33; n = 1; Q = 248000$	(18)	DQSK
$A = 1.18 \times 10^{-11}; l = -1.31; m = -1.07; n = 0.353; Q = 240000$ para T < 1423K $A = 3.81 \times 10^{-4}; l = -1.31; m = -1.07; n = 0.353; Q = 35400$ para T > 1423K	(5)	Ti-Nb HSLA
$A = 8.1 \times 10^{-18}; l = -1.69; m = 0; n = 2; Q = 330000$	(13)	Nb HSLA I
$A = 3.943 \times 10^{-13}; l = -1.96; m = -0.44; n = 1; Q = 262000$, Acero al Nb $A = 3.103 \times 10^{-11}; l = -1.92; m = -0.44; n = 1; Q = 198000$, Acero al V $A = 3.702 \times 10^{-12}; l = -2.15; m = -0.44; n = 1; Q = 227000$, Acero al Ti	¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.	Acero al Nb, V, Ti
$Q = 124714 + 28385.68[Mn] + 64716.68[Si] + 72775.40[Mo]$ $+ 76830.32[Ti]^{0.123} + 121100.37[Nb]^{0.100}$ $A = 3.869 \times 10^{-4} \exp(-7.921 \times 10^{-5} Q)$ $n = 0.996; m = -0.53; l = -3.7 D^{-0.137}$	(16)	Varios Aceros

Parámetros (continuación)	Ref.	Acero
$Q = 148636.8 - 71981.3[C] + 21180[Mn] + 56537.6[Si]$ $+ 121243.3[Mo] + 64469.6[V] + 109731.9[Nb]^{0.15}$ $A = 3.754 \times 10^{-4} \exp(-7.869 \times 10^{-5} Q)$ $n = 1.09; m = -0.53; l = -4.3D^{-0.169}$	(17)	Aceros de Baja aleación y microaleados al Nb/V

8.3 Referencias

1. Avrami, M. 1939, J. Chem. Phys., Vol. 7, pág. 1103.
2. Johnson, W.A. y Mehl, R.F. 1939, Trans. Metall. Soc. AIME, Vol. 135, pág. 416.
3. Kolmogorov, A.N. 1, USSR-Ser-Matemat : s.n., 1937, Izv. Akad. Nauk., Vol. 3, pág. 355.
4. *The physical metallurgy of hot working.* Sellars, C.M. [ed.] G. Davies y C.M. Sellars. London : The Metals Society, 1980. Hot working and Forming Processes. págs. 3-15.
5. Nakata y Militzer. 1, 2005, ISIJ Int., Vol. 45, págs. 82-90.
6. Zufia y Llanos. 10, 2001, ISIJ Int., Vol. 41, págs. 1282-1288.
7. Manohar, y otros. 9, 2003, ISIJ Int., Vol. 43, págs. 1421-1430.
8. Kwon, y otros. 5, 2003, ISIJ Int., Vol. 43, págs. 676-683.
9. Damm, y otros. 2000. Proceedings of the 42nd Mechanical Working and Steel Proceeding Conference.
10. Kim, Lee y Jang. 2003, Mater. Sci. and Eng., Vol. A357, págs. 235-239.
11. Elwazri, Wanjara y Yue. 7, 2003, ISIJ Int., Vol. 43, págs. 1080-1088.
12. Fernández, López y Rodríguez-Ibabe. 5, 1999, Scripta Materialia, Vol. 40, págs. 543-549.
13. Bao, y otros. 2011, Applied Mathematical Modelling, Vol. 35, págs. 3268-3275.
14. Lan, y otros. 1, 2011, Journal of Iron and Steel Research, International, Vol. 18, págs. 55-60.
15. Medina y Mancilla. 12, 1993, ISIJ Int., Vol. 33, págs. 1257-1264.
16. Medina y Mancilla. 8, 1996, ISIJ Int., Vol. 36, págs. 1070-1076.
17. Medina y Quispe. 7, 2001, ISIJ Int., Vol. 41, págs. 774-781.
18. Pauskar, Phadke y Shivpuri. s.l. : ISS, 1997. Proceedings of the 39th Mechanical Working and Steel Proceeding Conference. Vol. 35.
19. Beynon y Sellars. 3, 1992, ISIJ Int., Vol. 32, págs. 359-367.
20. Sun y Hawbolt. 10, 1997, ISIJ Int., Vol. 37, págs. 1000-1009.

9 Anexo 3

Análisis de la incertidumbre de las mediciones realizadas y de la propagación del error para determinar la fracción de ablandamiento.

9.1 Error experimental

En el simulador termomecánico para calcular la tensión verdadera es necesario conocer la fuerza aplicada y el área instantánea a medida que ocurre la compresión. Los errores experimentales para la determinación de la fuerza según una calibración vigente del INTI se encuentra dentro del 1,2%, en el rango que se realizan las compresiones el $\Delta F=15\text{kgf}$. Para el cálculo del área el error experimental se encuentra en las mediciones realizadas con el calibre el cual tiene un error de $\Delta l=0.005\text{mm}$.

9.2 Propagación del error experimental en la tensión.

Como la tensión se debe calcular a partir de la fuerza (F) y el área ($A = \frac{\pi d^2}{4}$) (Ec. A3-1), para encontrar la incerteza en la tensión se debería considerar por separado la contribución de estas dos variables medidas, dado que son independientes entre sí.

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{4 * F}{\pi d^2} \quad \text{A3-1}$$

El simulador termomecánico calcula la tensión a partir de la ecuación A3-2, teniendo en cuenta el diámetro inicial (d_0), la longitud inicial (L_0) y la longitud instantánea (ΔL). A partir de esta ecuación es posible calcular el error cuadrático promedio (δ_σ) a partir de las contribuciones individuales ($\delta_{\sigma_{d_0}}$, $\delta_{\sigma_{L_0}}$ y δ_{σ_F}), si se asume que las cantidades medidas tienen una distribución Gaussiana respecto de sus valores promedios. En las ecuaciones A3-3 y A3-4 el error relativo δ_{d_0} y δ_{L_0} corresponden con el error en las mediciones hechas con el calibre ($\Delta l=0.005\text{mm}$), mientras que δ_F en la ecuación A3-5 corresponde con el error en la celda de carga ($\Delta F=0,012 * F=15\text{kgf}$).

A continuación se detallan las ecuaciones utilizadas para calcular el error total para la tensión:

$$\sigma = \frac{F}{\left[\frac{\pi d_0^2}{4} * L_0 \right] / [L_0 + \Delta L]} \quad \text{A3-2}$$

$$\delta_{\sigma_{d_0}} = \frac{\partial \sigma}{\partial d_0} = \frac{8F(L_0 + \Delta L)}{\pi L_0 d_0^2} \delta_{d_0} \quad \text{A3-3}$$

$$\delta_{\sigma_{L_0}} = \frac{\partial \sigma}{\partial L_0} = \frac{4F}{\pi d_0^2} \left(-\frac{\Delta L}{L_0} \right) \delta_{L_0} \quad \text{A3-4}$$

$$\delta_{\sigma_F} = \frac{\partial \sigma}{\partial F} = \frac{4(L_0 + \Delta L)}{\pi d_0^2 L_0} \delta_F \quad A3-5$$

$$\delta_{\sigma} = \sqrt{\delta_{\sigma_{d_0}}^2 + \delta_{\sigma_{L_0}}^2 + \delta_{\sigma_F}^2} \quad A3-6$$

Haciendo la propagación del error, el error total en la tensión (δ_{σ}) no es mayor en casi ningún caso al 2%.

9.3 Propagación del error experimental en la fracción de ablandamiento.

Debido a que se eligió el método compensado del 2% para la determinación de la fracción de ablandamiento esta se calcula como se detalla en la ecuación A3-7. Como en el caso anterior también es posible determinar el error cuadrático promedio a partir de cada contribución individual como se observa en las ecuaciones A3-8 y A3-9.

$$X = \frac{\sigma_m - \sigma_y}{\sigma_m - \sigma_0} \quad A3-7$$

$$\delta_X = \sqrt{\left(\frac{\partial X}{\partial \sigma_m} \delta_{\sigma_m}\right)^2 + \left(\frac{\partial X}{\partial \sigma_y} \delta_{\sigma_y}\right)^2 + \left(\frac{\partial X}{\partial \sigma_0} \delta_{\sigma_0}\right)^2} \quad A3-8$$

$$\delta_X = \sqrt{\left[\left(\frac{(\sigma_y - \sigma_0)}{(\sigma_m - \sigma_0)^2}\right) \delta_{\sigma_m}\right]^2 + \left[\left(\frac{(\sigma_0 - \sigma_m)}{(\sigma_m - \sigma_0)^2}\right) \delta_{\sigma_y}\right]^2 + \left[\left(\frac{(\sigma_y - \sigma_m)}{(\sigma_m - \sigma_0)^2}\right) \delta_{\sigma_0}\right]^2} \quad A3-9$$