

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

**FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
Departamento de Física de Materiales**



**ESTUDIO Y MODELIZACIÓN DE LA
RECRISTALIZACIÓN ESTÁTICA DE ACEROS
FERRÍTICOS LAMINADOS EN FRÍO.**

**MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR
PRESENTADA POR**

Tommy de Cock

Bajo la dirección de los doctores
Carlos García de Andrés
Carlos Capdevilla Montes

Madrid, 2009

• ISBN: 978-84-692-1001-7

©Tommy de Cock, 2008

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES



**ESTUDIO Y MODELIZACIÓN DE LA RECRISTALIZACIÓN
ESTÁTICA DE ACEROS FERRÍTICOS LAMINADOS EN FRÍO**

TESIS DOCTORAL

TOMMY DE COCK

Directores:

CARLOS GARCÍA DE ANDRÉS

CARLOS CAPDEVILA MONTES



GRUPO MATERIALIA – DEPARTAMENTO DE METALURGIA FÍSICA
CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Madrid, 2008

La presente Memoria constituye la Tesis Doctoral de D. Tommy De Cock, presentada en el Departamento de Física de Materiales de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Complutense de Madrid, para optar al grado de Doctor en Ciencias Físicas.

Este trabajo ha sido realizado en el Departamento de Metalurgia Física del Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM-CSIC), bajo la dirección del Dr. Carlos García de Andrés, Profesor Investigador del CSIC, y del Dr. Carlos Capdevila Montes, Científico Titular del CSIC.

Knowledge is proud that he has learn'd so
much; wisdom is humble that he knows no
more.

William Cowper

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, quiero expresar mi agradecimiento al Dr. Carlos García de Andrés por la confianza que ha depositado en mí desde el principio, cuando aún era un «sin papeles académico» a los ojos de los organismos oficiales españoles. También le agradezco su constante apoyo, perseverancia, interés y estímulo en la ejecución y desarrollo de esta tesis.

En un segundo y muy próximo lugar, quiero mostrar mi gratitud al Dr. Carlos Capdevila por la paciencia que ha tenido conmigo, así como por su continua ayuda y consejos.

Muchas gracias a la Dra. Francisca García Caballero por la dedicación que ha prestado a mi tesis y publicaciones a lo largo de estos años. Además, siempre me acordaré de sus emocionantes historias del nacimiento de la *superbainita*. Agradezco sinceramente al Dr. Carlos García-Mateo su intercambio desinteresado de información de todo tipo y al Dr. David San Martín su entusiasmo contagioso y su colaboración profesional desde Madrid y Delft.

Mi agradecimiento al Dr. Manuel Morcillo Linares, Director del CENIM, por las facilidades que he recibido para realizar este trabajo en las instalaciones del mismo y al Dr. Víctor López Serrano y a Dña. M^a Jesús Bartolomé por poner a mi disposición el laboratorio de Metalografía y Fotografía. A D. Pablo González Aparicio y a D. Alfonso García Delgado les agradezco sus enseñanzas sobre microscopía electrónica.

Agradezco a D. César Moreno y al Dr. José Antonio Jiménez la ayuda con la realización de las medidas en el difractor de Rayos X, así como con la interpretación de las mismas. Expreso también mi gratitud a los colaboradores de los centros de investigación donde se han desarrollado algunas partes de mi tesis, en particular al Dr. Vicente Amigó de la Universidad Politécnica de Valencia, Dña. Elke Leunis de OCAS (Bélgica) y Dr. Philip Eisenlohr del Instituto Max Planck de Dusseldorf (Alemania).

Muchas gracias a D. Javier Vara por los cientos de ensayos dilatométricos realizados para la ejecución de esta Tesis y por su sempiterno buen humor. Los cafés matutinos nunca serán iguales sin su compañía. A la Dra. Luisa Fernanda Álvarez le agradezco su inestimable ayuda en la redacción. Su perspicacia lingüística y riqueza cultural han sido fuentes de contagio constantes de mi profundo interés por las letras, y por el idioma castellano en particular.

Quiero agradecer a los ex-compañeros del CENIM con los que inicié esta aventura. Gracias a la compañía de María Jesús Santofimia Navarro, Andrea García-Junceda y Juan Pablo Ferrer, siempre se ha respirado un ambiente agradable en nuestro despacho, que no solo ha dado lugar a una colaboración científica ejemplar, sino también a una amistad profunda. A mis compañeros actuales, Isaac, José Hernán, Juan y Nacho les agradezco las interesantes conversaciones científicas y no científicas.

No quiero olvidarme de mi familia y amigos, mis verdaderos *compagnons de route* a los que intento devolver algo de su inestimable afecto cada día. Por último, un agradecimiento muy especial a mi pareja, Irene, por su compañía y su ayuda durante estos años, sus consejos, su comprensión y su sonrisa.

**Estudio y modelización de la recristalización
estática de aceros ferríticos laminados en frío**

**Study and modelling of static
recrystallisation in cold-rolled ferritic steels**

Tommy De Cock

Índice

I	Resumen - Objetivos principales	11
II	Introducción	13
1.	Deformación en frío	14
2.	Recocido del material deformado	17
2.1.	Restauración	17
2.2.	Recristalización	17
2.2.1.	Las leyes de la recristalización	23
2.2.2.	Modelo de Avrami	25
2.2.3.	Aplicabilidad del modelo de Avrami	26
2.2.4.	Mejoras y modificaciones del modelo de Avrami	27
2.3.	Influencia de la composición química y del procesado sobre la recristalización	31
2.3.1.	Influencia del carbono en solución sólida	31
2.3.2.	Influencia del carbono precipitado	31
2.3.3.	Influencia del nitrógeno	35
2.3.4.	Elementos sustitucionales	38
III	Materiales y métodos	39
3.	Materiales	39
3.1.	Aceros procesados industrialmente	40
3.2.	Aceros procesados en laboratorio	41
4.	Métodos experimentales	42
4.1.	Microscopía óptica	42
4.2.	Microscopía electrónica de Barrido (MEB)	43
4.2.1.	Electropulido para Contraste de Electrones Dispersados	44
4.3.	Microscopía electrónica de Transmisión (MET)	46
4.4.	Poder termoeléctrico (PTE)	47
4.4.1.	Principio de la técnica	48
4.4.2.	Equipo del Poder termoeléctrico	50
4.4.3.	Factores que influyen en el poder termoeléctrico	50
4.4.4.	Modo de operación	52
4.5.	Medidas de textura	54

4.5.1.	Definición de textura	54
4.5.2.	Formas de expresar la textura	54
4.5.3.	Textura global: Difracción de Rayos X	58
4.5.4.	Textura local: EBSD	58
4.6.	Dilatometría de alta resolución	61
4.6.1.	Descripción del equipo	61
4.6.2.	Cálculo de las temperaturas de transformación	63
4.7.	Dureza	64
4.7.1.	Macro dureza	66
4.7.2.	Nanodureza	66

IV Estudio y caracterización de los factores que determinan la recristalización en aceros bajos en carbono 69

5. Predicción teórica de la evolución de las fases. MTDATA 69

6. Estado deformado, parcialmente recristalizado y recristalizado 71

7. Influencia de los parámetros fundamentales 73

7.1.	Influencia de la temperatura de recocido	73
7.2.	Influencia del grado de reducción en frío	73
7.3.	Influencia del contenido en carbono	78
7.4.	Influencia de la temperatura de bobinado	81
7.5.	Influencia de elementos aleantes	82
7.5.1.	Influencia de Mn, P	82
7.5.2.	Influencia de Ti, Nb, V	84

V Evolución de la recristalización durante el recocido 87

8. Evolución de la microestructura durante el recocido: Técnica de macro dureza 87

9. Evolución de la macrotextura durante la recristalización: Difracción de Rayos X 87

10. Evolución de la microtextura durante la recristalización: EBSD	92
10.1. Desorientaciones	92
10.2. Textura alrededor de la cementita	95
10.3. Textura de los nuevos granos a baja deformación (caso del acero G)	100
11. Visión global de la evolución microestructural durante el re- cocido: Dilatometría	100
11.1. Influencia de la disolución de cementita sobre la expansión térmica	103
11.2. Influencia de aniquilación de dislocaciones sobre la expansión térmica	103
11.3. Influencia de la textura sobre la expansión térmica	104
12. Visión global de la evolución microestructural durante el re- cocido: Técnica de PTE	107
12.1. Primera etapa: procesos a temperaturas bajas	109
12.1.1. Envejecimiento térmico	109
12.1.2. Límite del envejecimiento	109
12.2. Segunda etapa: restauración	112
12.3. Tercera etapa: recristalización	113
12.4. Cuarta etapa: disolución de la cementita	115
12.5. Evolución del poder termoeléctrico a tiempos elevados	117
VI Modelización del proceso de recristalización en aceros bajos en carbono	119
13. Aplicabilidad y limitaciones del modelo de Avrami	119
14. Motivación del nuevo modelo. Hipótesis fundamentales	120
14.1. Distribución de los núcleos	120
14.2. Velocidad de crecimiento del grano recristalizado	124
14.3. Concepto de volumen extendido. Núcleos Fantasma	125
15. Nuevo modelo cinético de recristalización para aceros ferríti- cos sin cementita	127
15.1. Nucleación	127
15.2. Crecimiento de grano	128
15.3. Fracción de volumen recristalizado	129
15.4. Resultados del modelo cinético sin cementita	130
15.5. Evaluación del modelo sin cementita	132

16. Modelización de la recristalización en aceros con cementita	139
16.1. Consideraciones teóricas del modelo con cementita	140
16.1.1. Nucleación	140
16.1.2. Crecimiento	143
16.1.3. Modelo de recristalización con cementita	143
16.2. Expresión para el grado de ocupación de la frontera de grano .	145
16.3. Estudio de la precipitación de cementita en las fronteras de grano	145
16.4. Deformación alrededor de la cementita	148
16.5. Expresión para el exceso de velocidad de crecimiento alrededor de la cementita	152
16.6. Resultado calculado del nuevo modelo	154
17. Validación del modelo global de recristalización	155
17.1. Validación del modelo sin cementita y selección de ensayos para la validación del modelo con cementita	155
17.2. Grado de ocupación de las fronteras de grano por partículas de cementita	156
17.3. Evolución de la fracción recristalizada en los aceros procesados en laboratorio	158
VII Conclusiones y futuras líneas de trabajo	163
18. Principales conclusiones del presente trabajo	163
19. Futuras Líneas de Trabajo	165
VIII Anexo: Esquema de flujo de cálculo de los mo- delos	179

Glosario de abreviaturas y símbolos

Abreviaturas

LC	...	Bajo en carbono (del inglés <i>low carbon</i>)
ELC	...	Extra bajo en carbono (del inglés <i>extra-low carbon</i>)
ULC	...	Ultra bajo en carbono (del inglés <i>ultra-low carbon</i>)
MO	...	Microscopía óptica
MEB	...	Microscopía electrónica de barrido
MET	...	Microscopía electrónica de transmisión
FEG	...	Filamento de emisión de campo (del inglés <i>field emission gun</i>)
EBSD	...	Difracción de electrones retrodispersados (del inglés <i>electron backscattering diffraction</i>)
ECC	...	Contraste por electrones dispersados (del inglés <i>electron channeling contrast</i>)
PSN	...	Nucleación inducida por partículas (del inglés <i>particle stimulated nucleation</i>)
JMAK	...	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
FRT	...	Temperatura de acabado de la laminación (del inglés <i>finish rolling temperature</i>)
CT	...	Temperatura de bobinado (del inglés <i>coiling temperature</i>)
CR	...	Grado de reducción en frío (del inglés <i>cold reduction</i>)
SIBM	...	Migración de frontera de grano inducida por deformación (del inglés <i>strain induced grain boundary migration</i>)
IF	...	Libre de intersticiales (del inglés <i>interstitial free</i>)
PTE	...	Poder termoeléctrico
EDX	...	Rayos X por dispersión de energía (del inglés <i>energy dispersive X-ray analysis</i>)
RD	...	Dirección de laminación (del inglés <i>rolling direction</i>)
ND	...	Dirección normal (del inglés <i>normal direction</i>)
TD	...	Dirección transversal (del inglés <i>transverse direction</i>)
OIM	...	Microscopía de imágenes por orientación (del inglés <i>orientation imaging microscopy</i>)
IQ	...	Calidad de imagen (del inglés <i>image quality</i>)
DDQ	...	Calidad de embutición profunda (del inglés <i>deep drawing quality</i>)
HSLA	...	Aceros microaleados de alta resistencia (del inglés <i>high strength low alloy steels</i>)
ODF	...	Función de distribución de orientaciones (del inglés <i>orientation distribution function</i>)

Símbolos

X_V	...	Fracción de volumen recristalizado
n	...	Coefficiente de Avrami
Q	...	Energía de activación
f	...	Factor geométrico
\dot{N}	...	Velocidad de nucleación
G	...	Velocidad de crecimiento
β	...	Factor de tipo Arrhenius en la ecuación de Avrami
S	...	Poder termoeléctrico
HV	...	Dureza de Vickers (del inglés <i>hardness Vickers</i>)
S_V	...	Superficie de frontera de grano por unidad de volumen del material
M	...	Movilidad de la frontera
P	...	Presión motriz de la frontera
N	...	Número de núcleos por volumen
V_{grano}	...	Volumen del grano deformado
D_0	...	Tamaño de grano en la banda caliente
ϵ	...	Deformación
R_t	...	Reducción del espesor inducida por la laminación en frío
δ	...	Espesor de la frontera de grano
ν	...	Frecuencia de salto de átomos a través de la frontera
ΔG	...	Fuerza motriz
f_v^θ	...	Fracción de frontera de grano ocupada por cementita
X_v^{ex}	...	Fracción extendida del volumen recristalizado
R	...	Tamaño de grano recristalizado
α	...	Temperatura de bobinado normalizada
$[\%C]$...	Porcentaje de carbono presente en el material

Abbreviations and symbols lists

Abbreviations

LC	...	Low Carbon
ELC	...	Extra-low Carbon
ULC	...	Ultra-low Carbon
MO	...	Optical Microscopy (OM)
MEB	...	Scanning Electron Microscopy (SEM)
MET	...	Transmission Electron Microscopy (TEM)
FEG	...	Field Emission Gun
EBSD	...	Electron Backscattering Diffraction
ECC	...	Electron Channeling Contrast
PSN	...	Particle Stimulated Nucleation
JMAK	...	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
FRT	...	Finish Rolling Temperature
CT	...	Coiling temperature
CR	...	Cold Reduction
SIBM	...	Strain Induced Grain Boundary Migration
IF	...	Interstitial Free
PTE	...	Thermoelectric Power (TEP)
EDX	...	Energy Dispersive X-ray Analysis
RD	...	Rolling Direction
ND	...	Normal Direction
TD	...	Transverse direction
OIM	...	Orientation Imaging Microscopy
IQ	...	Image Quality
DDQ	...	Deep Drawing Quality
HSLA	...	High Strength Low Alloy Steels
ODF	...	Orientation Distribution Function

Symbols

X_V	...	Recrystallised volume fraction
n	...	Avrami coefficient
Q	...	Activation energy
f	...	Geometrical factor
\dot{N}	...	Nucleation rate
G	...	Growth rate
β	...	Arrhenius factor in the Avrami equation
S	...	Thermoelectric power
HV	...	Hardness Vickers
S_V	...	Grain boundary surface area per unit volume
M	...	Mobility of the grain boundary
P	...	Driving pressure of the grain boundary
N	...	Number of nuclei per volume
V_{grano}	...	Volume of deformed grains
D_0	...	Grain size in the hot strip
ϵ	...	Deformation
R_t	...	Reduction of thickness induced by cold-rolling
δ	...	Thickness of the grain boundary
ν	...	Jump frequency of the atoms across the grain boundary
ΔG	...	Driving force
f_v^θ	...	Fraction of grain boundary occupied by cementite
X_v^{ex}	...	Extended fraction of recrystallised volume
R	...	Recrystallised grain size
α	...	Normalised coiling temperature
[%C]	...	Nominal percentage of carbon in the material

CAPÍTULO I

Resumen - Objetivos principales

Los aceros ferríticos de última generación para chapa de automóvil están diseñados para alcanzar, o incluso mejorar, las propiedades de tenacidad y resistencia de los aceros actuales pero con un menor espesor de chapa. Para ello, estos aceros siguen una ruta de procesado larga y compleja, que incluye una laminación austenítica y/o ferrítica en caliente, una posterior laminación en frío para alcanzar los espesores de chapa requeridos, un recocido a temperaturas inferiores a A_{c1} , un laminado en frío suave (*temper-rolling*) para conferir al material sus propiedades mecánicas finales y, por último, un galvanizado para aumentar su resistencia a la corrosión.

Una de las líneas de investigación de mayor interés en estos materiales está enfocada a sustituir el recocido y el laminado en frío posterior por un recocido controlado. El control de la fracción de ferrita recristalizada con la temperatura y tiempo de recocido, nos permite alcanzar una combinación óptima de propiedades de resistencia y tenacidad sin necesidad de una posterior laminación en frío.

Al ser muy importante la caracterización microestructural de estos aceros durante el recocido controlado, en este trabajo se ha optimizado la técnica metalográfica que permite revelar y caracterizar con precisión la evolución de la microestructura durante el citado proceso de recocido.

La aportación más importante de este trabajo es el diseño de un modelo global de recristalización que, por primera vez, incluye la presencia de partículas gruesas de cementita, así como su morfología. En efecto, se ha visto que la precipitación de carburos acelera el proceso de recristalización, debido al aumento de la fuerza motriz para esta transformación. Además, se ha visto que este fenómeno gana importancia a medida que aumenta el grosor de los precipitados. En este trabajo se ha modelizado con éxito el papel de dichas partículas sobre la evolución microestructural del acero ferrítico laminado en frío.

Summary - Main Objectives

New generation ferritic steels for the automobile industry are designed to obtain, and even improve, the toughness and strength properties of common steel sheets, but with lower thickness. Therefore, the steels are subjected to a large and complex processing route, which includes hot-rolling in the austenitic and/or ferritic range, cold-rolling to obtain the required thickness of the sheets, annealing at temperatures below A_{c1} , temper rolling to grant the material its final mechanical properties and, eventually, a galvanisation process to increase the corrosion resistance.

One of the most interesting investigation topics in these materials consists in substituting the annealing and subsequent temper-rolling process by a controlled annealing stage. The monitoring of the volume fraction of recrystallised ferrite with regard to the annealing temperature and time allows to obtain an optimum balance of toughness and strength without applying a temper-rolling.

Due to the high importance of microstructural characterisation of these steels during controlled annealing, in this work an optimisation has been performed of the metallographic techniques that are used to reveal and describe accurately the evolution of the microstructure during this annealing stage.

The most important contribution of this work constitutes the design of a recrystallisation model that includes, for the first time, the role of the presence and morphology of cementite particles. This is based on the observation that carbide precipitates accelerate the recrystallisation process, due to the increase of the driving force for this transformation. Moreover, it has been observed that this process is increasingly relevant at higher particles sizes. The global recrystallisation model presented in this work correctly predicts the evolution of the microstructure during annealing.

CAPÍTULO II

Introducción

Como se ha comentado anteriormente, los aceros ferríticos de última generación para chapa de automóvil están diseñados para alcanzar, o incluso mejorar, las propiedades de tenacidad y resistencia de los aceros actuales, pero con un menor espesor de chapa. Para ello se les aplica una ruta de procesamiento larga y compleja, pasando por diferentes etapas como colada, laminación en caliente, bobinado, laminado en frío y recocido a una temperatura inferior a la temperatura de inicio de la formación de austenita A_{c1} . Durante esta última aumenta la ductilidad del material a expensas de la resistencia adquirida durante la laminación. Los métodos para recuperar parte de la resistencia, como añadir elementos aleantes o aplicar tratamientos térmicos específicos, son costosos y suponen un gasto energético considerable.

En los últimos años hay un gran interés en la aplicación de un recocido controlado después de la deformación, un proceso en el que el material laminado en frío se recuece a una temperatura relativamente baja. Durante la regeneración parcial de la microestructura, en un proceso llamado recristalización, el acero recupera parte de la ductilidad. El resultado es un acero con un compromiso óptimo entre la resistencia, consecuencia de la deformación en frío, y la ductilidad, gracias a la recristalización parcial. La técnica clásica de recocido bajo campana, que consiste en tratamientos térmicos de larga duración, no es la más adecuada para este método, ya que la variación de la temperatura en los hornos puede ser considerable (hasta 50°C) y el control sobre la recristalización bajo. Un mayor control sobre los parámetros del recocido se obtiene mediante la aplicación del recocido continuo, un proceso que ya se está aplicando a gran escala industrial y que consta de un calentamiento rápido a la temperatura de recocido, un mantenimiento a esa temperatura durante poco tiempo y por último un enfriamiento rápido hasta temperatura ambiente. El recocido continuo es, por este motivo, el tratamiento empleado en el presente trabajo.

Para aplicaciones que requieran un buen comportamiento a la embutición profunda, además de un elevado grado de resistencia y de ductilidad, es necesaria una buena formabilidad. Esta propiedad está íntimamente relacionada con la anisotropía plástica del material. Durante la embutición se prensa el material en forma de chapa en una matriz para darle la forma y las dimensiones adecuadas. Para que esto sea posible sin la aparición de grietas se requiere que el espesor se reduzca al mínimo posible sin provocar una pérdida de la resistencia en la dirección del espesor. El índice de Lankford r , o

su valor medio r_m define esa capacidad del acero para alcanzar un elevado flujo plástico en el plano de la chapa. Además de un elevado índice de Lankford es importante que se minimice la anisotropía planar, Δr , con el fin de reducir la tendencia a formar *orejas de embutición*. Este efecto, causante de una variación del comportamiento del material según la dirección de la chapa es el resultado de la dependencia de r del ángulo entre la dirección local de deformación y la dirección global.

Cuando la distribución de las orientaciones cristalográficas de los granos que componen el material no es aleatoria se dice que el material posee *textura*. El control de la textura es un factor determinante para llegar a un compromiso óptimo entre los dos valores de la anisotropía. En el caso de la laminación de aceros bajos en carbono el problema se reduce a la maximización de la relación $N_{\{111\}}/N_{\{100\}}$, donde $N_{\{hkl\}}$ es el número de granos con el plano $\{hkl\}$ paralelo al plano de laminación.

El estudio de la influencia que tienen factores como la composición química, variables de procesado y parámetros del recocido sobre la microestructura y la textura finales es, entonces, de gran importancia a nivel industrial.

En este sentido, el trabajo realizado en esta tesis estudia la influencia que tienen la composición química, la temperatura de bobinado, el grado de deformación en frío y las condiciones del recocido sobre la microestructura final y la textura. Como objetivo principal de esta investigación, se ha construido un modelo que es capaz de describir la cinética de recristalización en el recocido continuo de los aceros.

1. Deformación en frío

La laminación en frío se lleva a cabo mediante la introducción de una chapa de acero entre dos rodillos que de esta manera sufre compresión en la dirección vertical y estiramiento en las direcciones del plano (Figura 1). Este proceso tiene lugar después del bobinado y a baja temperatura, frecuentemente incluso a temperatura ambiente. Mediante este proceso se obtiene un material con un espesor reducido, buenas propiedades superficiales y una planitud excelente. A temperaturas tan bajas la energía introducida en el material durante la deformación se almacena casi únicamente en forma de dislocaciones. A medida que se deforma el material aumenta la resistencia de éste a la deformación. Cuando la deformación supera el límite elástico es irreversible y lleva aparejado un aumento de la resistencia y de la dureza. Este efecto, llamado endurecimiento por deformación, es mayor cuanto más alta es la deformación. Sin embargo, sólo una pequeña parte de la energía

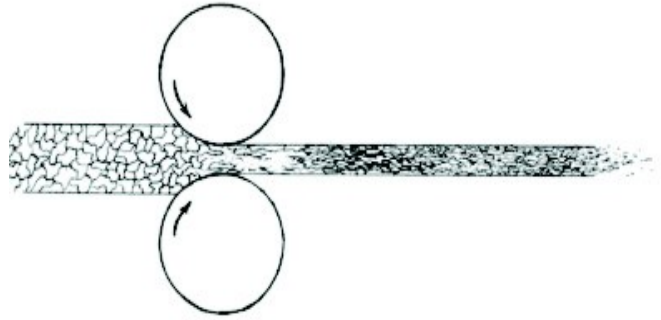


Figura 1: Esquema del proceso de laminación en frío.

invertida durante el proceso queda almacenada en el acero, mientras que la mayor parte (alrededor de 95 %) se disipa en forma de calor.

La acumulación de dislocaciones en el material constituye la fuerza motriz del acero para su transformación posterior a un estado más estable durante los procesos de restauración y recristalización. La distribución de la energía almacenada en el material no es homogénea y entonces tampoco lo será la evolución de la microestructura durante el recocido. La aplicación de diferentes técnicas para el estudio de la distribución y la morfología de las dislocaciones, como microscopía electrónica de transmisión (MET) y Rayos X [1,2] y la reciente aparición de técnicas innovadoras de alta resolución, como la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) [3] y difracción de neutrones [4], han permitido estudiar en detalle la relación entre la orientación cristalográfica y la energía almacenada en cada grano. Generalmente se observa que los granos cuyos planos $\{111\}$ son paralelos al plano de laminación (llamados granos de fibra γ) tienen la energía almacenada más alta, mientras que la energía de los granos con la dirección $\langle 110 \rangle$ paralela a la dirección de laminación (granos pertenecientes a la fibra α) es menor. El desarrollo de la microestructura recocida dependerá asimismo de la orientación de los granos.

Desde el punto de vista microestructural, el acero deformado en frío tiene una estructura compleja: típicamente se pueden distinguir granos alargados, limitados por fronteras de alto ángulo ($>15^\circ$, ver Figura 2) y que a su vez consisten en pequeñas zonas con una baja densidad de dislocaciones separadas por *paredes* de dislocaciones. A esas zonas no se le puede llamar granos propiamente dichos, ya que la desorientación entre dos regiones adyacentes es pequeña, menos de 15° . Se les llama subgranos o celdas. La diferencia entre ellos reside en el grado de organización de las dislocaciones: las celdas están separadas por fronteras de dislocaciones difusas, mientras que en el caso de

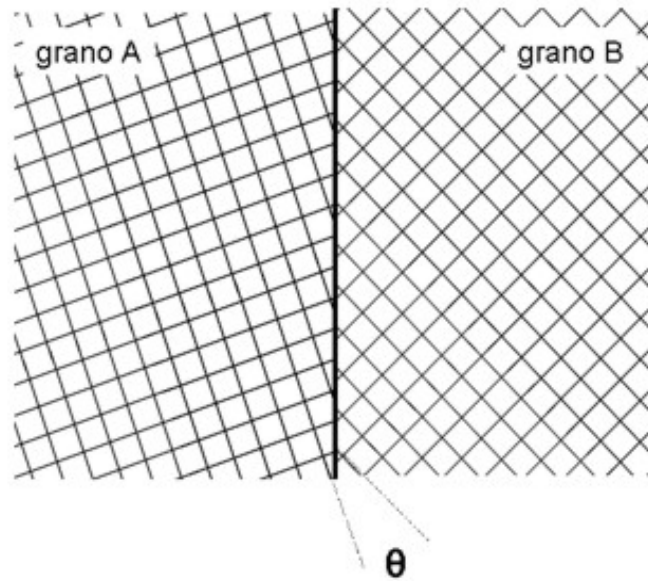


Figura 2: Frontera de grano entre dos cristales desorientados por un ángulo θ . Cuando $\theta \geq 15^\circ$ se habla de una frontera de ángulo alto, en caso contrario se trata de una frontera de ángulo bajo.

los subgranos las dislocaciones están bien alineadas, formando una frontera de (sub)grano claramente definida. La mayor cantidad de energía almacenada en los granos de la fibra γ se manifiesta en una desorientación intragranular entre dos celdas consecutivas más alta (hasta 15°) que en el caso del grano α .

Además de estas características microestructurales, en muchos aceros se pueden observar, dependiendo del grado de deformación, otras heterogeneidades como son las *bandas de deformación*. La laminación de un material de grano grosero hace que la deformación se acomode en estas bandas, que constituyen lugares preferenciales para la nucleación de nuevos granos [5]. Los granos nucleados en las bandas de deformación presentan una textura que es perjudicial para los aceros de embutición [6].

2. Recocido del material deformado

En el proceso de recocido de un acero deformado se pueden distinguir tres etapas que a veces llegan a solaparse: restauración, recristalización y crecimiento del grano recristalizado. Durante el recocido cambian las principales propiedades físicas, como se observa en la Figura 3. La pérdida de la resistencia a la tracción viene acompañada de un aumento espectacular de la ductilidad. El mayor cambio en esas propiedades ocurre durante la recristalización, mientras que durante los procesos de restauración y de crecimiento de grano la variación es menor.

2.1. Restauración

La restauración es la suma de todos los procesos, principalmente de aniquilación y reagrupamiento de las dislocaciones, que no incluye ninguna migración de fronteras de ángulo alto. Durante la restauración tienen lugar un número de micromecanismos que se representan de forma esquemática en la Figura 4. La influencia que tiene la restauración sobre el siguiente proceso, la recristalización, es ambigua. Por una parte son dos procesos competitivos, ya que durante la restauración la estructura evoluciona hacia un estado más estable, lo cual implica que la fuerza motriz para la recristalización es menor. Por otra parte es un proceso imprescindible para que pueda ocurrir la nucleación de granos recristalizados por coalescencia o crecimiento de subgranos.

La maraña de dislocaciones presente en la microestructura del material laminado en frío y la transición hacia subgranos bien separados se puede seguir también mediante MET, como es representado en la Figura 5.

2.2. Recristalización

La restauración es un proceso relativamente homogéneo, que ocurre a nivel de subgrano y celda y de forma homogénea en todo el material. La recristalización, por su parte, incluye la nucleación y el crecimiento de nuevos granos con baja densidad de dislocaciones a expensas de los granos deformados. Los nuevos granos crecen por migración de ángulo alto y su orientación puede ser diferente a la de la zona deformada que los rodea. Durante este proceso disminuye considerablemente la resistencia del material, mientras que la ductilidad aumenta. En la Figura 6 se muestra una micrografía óptica de una microestructura de un acero bajo en carbono parcialmente recristalizado atacado con nital 2%. Se distinguen con nitidez los granos recristalizados de las zonas deformadas.

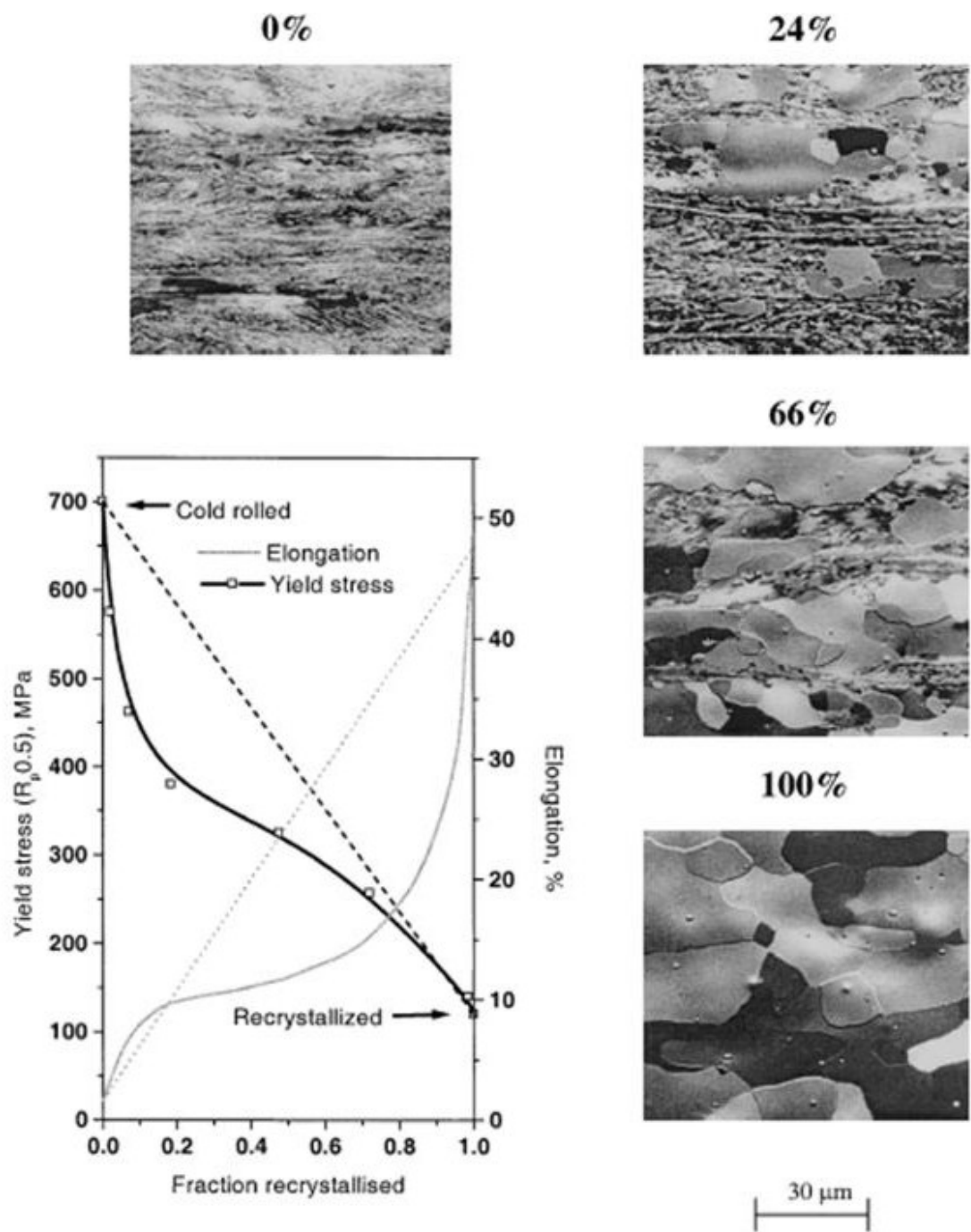


Figura 3: Evolución de la microestructura y de las propiedades mecánicas durante el recocido en un acero laminado en frío [7, 8]. Yield Stress=límite elástico; Cold rolled=laminado en frío.

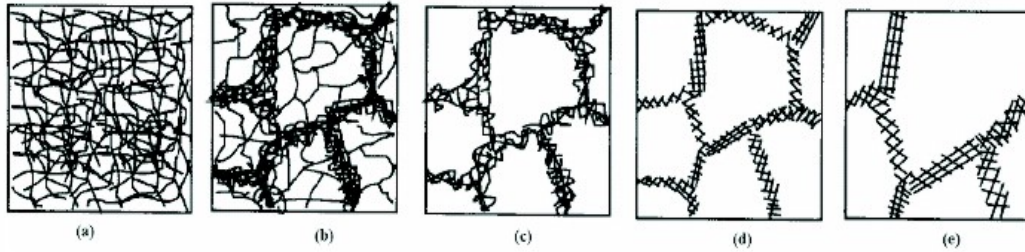


Figura 4: Etapas incluidas en el proceso de restauración de un material deformado plásticamente. a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de subgranos y e) crecimiento de subgrano [9].

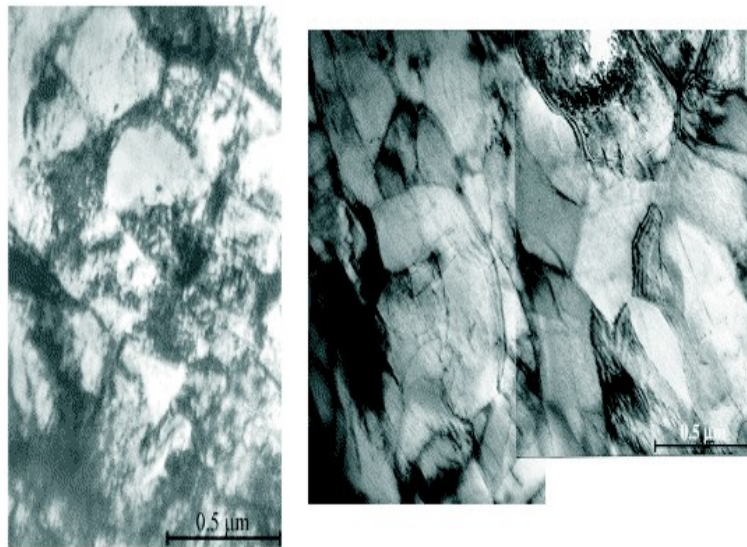


Figura 5: Imagen de microscopía electrónica de transmisión (MET) de (a) una subestructura de celdas en el material deformado plásticamente en frío y (b) evolución hacia un sistema de subgranos durante el recocido [10].

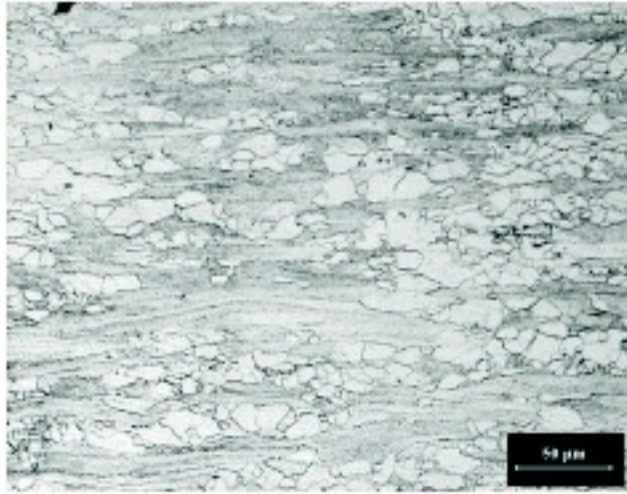


Figura 6: Micrografía de un acero bajo en carbono parcialmente recristalizado. Se demuestra que el ataque con nital es un método eficaz para cuantificar la recristalización en este tipo de aceros.

La variación de la fracción recristalizada, X_v , se suele representar en función del tiempo, como se representa en la Figura 7. A tiempos cortos tiene lugar la nucleación, mientras que la fracción recristalizada sigue siendo pequeña. Los primeros granos nucleados empiezan a crecer y la fracción de material recristalizado aumenta rápidamente, hasta que termine la nucleación y los granos recristalizados choquen. El proceso pierde velocidad y las últimas zonas sin recristalizar tardan en transformarse.

Los principales pasos de la recristalización se muestran en la Figura 8: (a) la nucleación de nuevos granos en la matriz, (b) el crecimiento de estos granos en detrimento de los granos deformados y (c) el crecimiento de los granos en el material completamente recristalizado.

Existen dos principales hipótesis acerca de la nucleación de granos en un acero deformado en frío. En la primera, denominado *migración de fronteras inducida por la deformación* (SIBM) se asume que existe una zona relativamente libre de defectos en el material, que comparte una frontera de ángulo alto con otra área. Debido a la diferencia de la energía almacenada entre las dos zonas a cada lado de la frontera, el grano con los subgranos más grandes (baja energía) irrumpirá en el grano adyacente con los subgranos pequeños (alta energía). Este mecanismo es común en aquellos materiales donde la dispersión de los tamaños de los subgranos es considerable.

En la segunda hipótesis de nucleación no se requiere que los subgranos ten-

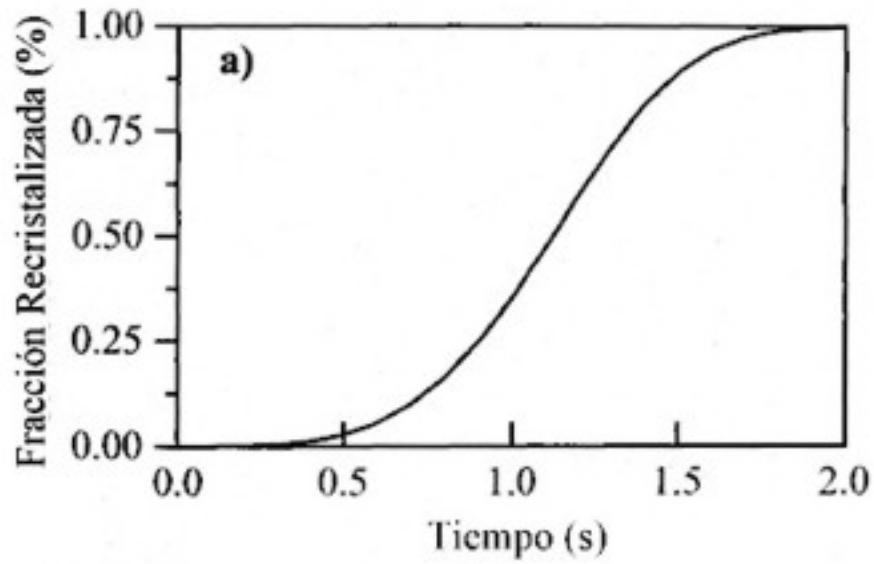


Figura 7: Evolución sigmoide de la fracción de volumen recristalizado con el tiempo.

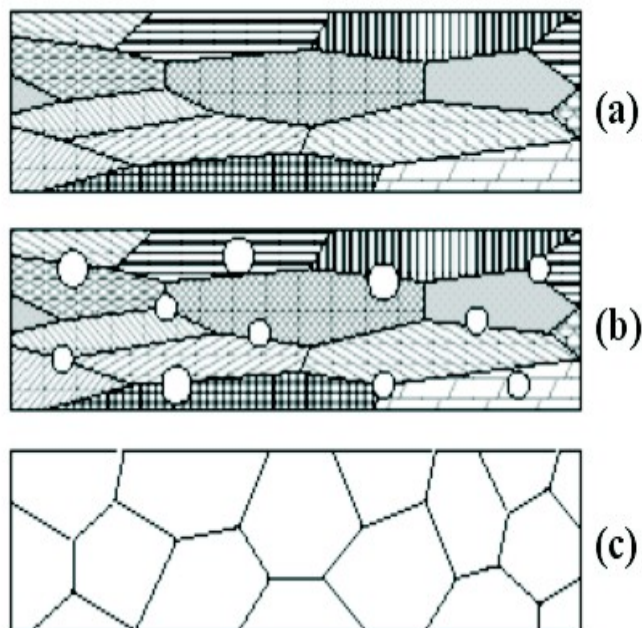


Figura 8: Esquema del proceso de recristalización

gan dimensiones muy desiguales, sino que se crea un área grande de baja densidad de dislocaciones mediante la rotación y coalescencia de subgranos. Cuando el conjunto de subgranos alcance un tamaño y desorientación críticos se producirá el crecimiento del núcleo.

En ambos mecanismos de nucleación (SIBM y crecimiento de subgranos) se necesita una frontera de ángulo alto (frontera de grano, bandas de deformación, partículas,...) para conseguir la transformación del *embrión de subgrano* al grano recristalizado [11]. En SIBM este proceso es directo, provocado por la gran diferencia de tamaño entre los subgranos a un lado de la frontera y los que están al otro lado. Si no es éste el caso, se necesita un crecimiento y posiblemente una coalescencia de subgrano(s)¹. Uno de los objetivos principales del análisis por EBSD es el de verificar si estas hipótesis son correctas y determinar con precisión el papel de las fronteras de grano sobre la nucleación (tamaño de subgrano, desorientación relativa, frontera de ángulo alto).

El mecanismo de nucleación en los aceros bajos en carbono deformados en frío y con un grado de reducción alto es el del crecimiento de subgranos, debido a que el tamaño de los subgranos no varía mucho a lo largo del material. Se llama también *crecimiento de subgranos discontinuo o anormal*, ya que algunos (pocos) subgranos son capaces de crecer mientras que la mayoría de ellos no aumentan su tamaño y son posteriormente consumidos por los (sub)granos grandes². Este proceso es conocido como mecanismo de Cahn-Cottrell [13, 14].

¿Qué condiciones son necesarias para que un subgrano pueda crecer (*activarse*) y otro no? El primer requisito (condición necesaria aunque no suficiente) es el de la desorientación local grande. El segundo requisito es que el subgrano tenga una ventaja energética con respecto a los subgranos de su alrededor: un efecto que principalmente está asociado al tamaño del subgrano. La textura está relacionada con ambos requisitos, y en el caso de los aceros de bajo o extra bajo carbono (E)LC los lugares de nucleación con mayores posibilidades de formar granos recristalizados son los que se sitúan en los granos $\{111\}$ [15].

¹Humphreys [12] pone en duda que la coalescencia ocurra en el material durante un recocido, aunque reconoce que es factible a escala termodinámica. Según él la nucleación es un proceso de crecimiento de un único subgrano, privilegiado por su tamaño y por la orientación que tiene en comparación con los subgranos en su alrededor.

²El crecimiento de subgranos continuo o normal forma parte de la restauración y también se conoce por el nombre de la *poligonización*.

2.2.1. Las leyes de la recrystalización

Mehl (1948), Burke y Turnbull (1952) [9] formularon unas leyes básicas que gobiernan la recrystalización después de un estudio en profundidad de este fenómeno. Se trata de una serie de requerimientos para que se pueda producir la recrystalización y que tienen fácil explicación si se le considera a la recrystalización un proceso de nucleación y crecimiento controlado por la activación térmica y cuya fuerza motriz es la energía almacenada en forma de dislocaciones:

1. *Se requiere una deformación mínima para que se produzca la recrystalización.* La deformación introduce en el material un gran número de dislocaciones, teniendo cada una de ellas una energía asociada. La nucleación no se iniciará y los granos nuevos no podrán crecer si esa energía es insuficiente.
2. *La temperatura a la cual tiene lugar la recrystalización disminuye con el tiempo de recocido.* Los micromecanismos que controlan la recrystalización son activados térmicamente y la relación entre la velocidad de recrystalización y la temperatura viene dada por una ecuación tipo Arrhenius.
3. *La temperatura de recrystalización disminuye conforme aumenta la deformación.* La fuerza impulsora de la recrystalización viene dada por las dislocaciones presentes en el material deformado. Cuanto mayor es la deformación más rápido será el proceso de nucleación y crecimiento o más baja la temperatura mínima requerida para que se pueda transformar el material.
4. *El tamaño del grano recrystalizado depende de la deformación acumulada en el material, cuanto mayor es la deformación más pequeño es el tamaño de grano recrystalizado.* La influencia de la deformación sobre la nucleación es mayor que sobre el crecimiento de grano. Por tanto, en un material más deformado se nuclearán más granos nuevos por unidad de volumen y el tamaño de grano final será más pequeño.
5. *Para la misma cantidad de deformación acumulada en un material, la temperatura a la cual empieza la recrystalización aumentará por:*
 - *un tamaño de grano inicial más grande.* Las juntas de grano son lugares privilegiados para la nucleación, lo cual implica que un tamaño de grano de partida más grande contiene menos lugares

posibles de nucleación. La velocidad de nucleación y de recristalización serán más bajas y la temperatura a la cual empieza la transformación se incrementará.

- *una mayor temperatura de deformación.* A temperaturas de deformación más elevadas la restauración durante la propia deformación (restauración dinámica) será mayor y la fuerza motriz para la recristalización disminuirá.

Estos factores son importantes a la hora de estudiar la recristalización, sin embargo no son los únicos a tener en cuenta. Hay más parámetros del material y el procesado que juegan un papel durante la recristalización, como son:

1. *Grado de deformación.* La cantidad de la deformación almacenada en el material determina no solamente la energía disponible para el inicio de la recristalización, sino también el tipo de nucleación y los lugares donde nuclean los nuevos granos.
2. *Tipo y velocidad de deformación.* Hay una relación compleja entre la naturaleza de la deformación (laminación, extrusión, forja, torsión...) y la microestructura generada.
3. *Orientación de los granos y textura.* Como se mencionó en la sección anterior existe una relación estrecha entre la movilidad de los granos y su orientación cristalográfica. Tanto el lugar de nucleación como la fuerza motriz de la recristalización dependerán, por tanto, de la orientación de cada grano. La cinética de recristalización dependerá incluso de la textura *anterior* a la deformación en frío.
4. *Tamaño de grano inicial.* Hay varios efectos que condicionan que la recristalización sea más rápida en un acero con un reducido tamaño de grano: mayor energía almacenada, presencia de heterogeneidades, más lugares de nucleación, etc.
5. *Condiciones del recocido.* Además de la temperatura a la cual se mantiene el acero durante el recocido hay otros parámetros de importancia, como es la velocidad de calentamiento para alcanzar esa temperatura. Las últimas aplicaciones de recocido ultra-rápido (URA) intentan reducir la influencia del recocido para que de esta manera la fuerza motriz para la recristalización sea la más alta posible [16].
6. *Influencia de elementos en solución sólida.* La influencia de los elementos en solución sólida (*Mn, P, Si,...*) sobre la migración de las fronteras de grano es importante y un pequeño aumento de las impurezas en

solución sólida puede reducir la movilidad en varios órdenes de magnitud [17]. La segregación de estos elementos en los bordes de grano, que provoca este ralentizamiento, depende igualmente de la orientación del mismo [18].

7. *Influencia de partículas de segunda fase.* Las precipitaciones en el acero juegan un papel muy importante, tanto en el proceso de la nucleación como durante el crecimiento del grano recrystalizado. El tamaño de las partículas, y en menor medida su distribución, determinan si éstas inducen a la nucleación o si al contrario pueden llegar a inhibir la migración de fronteras de grano por pinzamiento de las mismas. Numerosos estudios [19] han demostrado que la estimulación de la nucleación por las partículas (PSN) ocurre cuando las precipitaciones son de gran tamaño, mientras que el pinzamiento de las fronteras (conocido como el *efecto de Zener*) es un efecto de las partículas pequeñas. En la siguiente sección se estudiarán estos fenómenos con más detalle.

2.2.2. Modelo de Avrami

La recrystalización consiste básicamente en la nucleación de granos libres de defectos en el material deformado y el crecimiento subsiguiente hasta que el material está completamente ocupado por granos recrystalizados. La cinética de este proceso se puede describir mediante el modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [20–22]. En este modelo se asume que los núcleos se forman con una velocidad \dot{N} y que van consumiendo la matriz deformada con una velocidad G . En el caso general se puede describir la evolución de la fracción recrystalizada X_v de la siguiente manera:

$$X_v = 1 - \exp(-\beta t^n) \quad (1)$$

donde n es el coeficiente de Avrami, t el tiempo de recocido y β es una constante que incluye ambas velocidades \dot{N} y G . Esta constante se define de la siguiente manera:

$$\beta = \beta_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

donde β_0 es una constante que es función de otros parámetros, como la composición química del acero, el tamaño de grano de la banda en caliente o la reducción en frío, Q es la energía de activación para la recrystalización, R la constante de los gases perfectos y T es la temperatura absoluta.

Si el crecimiento es isótropo en las tres dimensiones y las dos velocidades \dot{N} y G son constantes se llega a la siguiente expresión:

$$X_v = 1 - \exp\left(-\frac{f\dot{N}G^3t^4}{4}\right) \quad (3)$$

donde f es un factor geométrico para los nuevos granos ($= 4\pi/3$ para el caso esférico).

Una característica fundamental de este modelo es la hipótesis de que los nuevos granos nuclean de forma aleatoria en el material y que el crecimiento no dependa del tiempo. Como se verá en el siguiente capítulo no siempre se cumplen esas condiciones.

El estudio de la cinética del proceso de recristalización se realiza frecuentemente a través de las *curvas de Avrami*, que son una representación gráfica de la evolución de $\ln(\ln(1/(1 - X_V)))$ con el logaritmo del tiempo $\ln(t)$. Según la ecuación (1), debería de ser una recta cuya pendiente es igual a n .

Algunos casos interesantes de este coeficiente n merecen una atención especial. Si la velocidad de nucleación se considera constante y el crecimiento tiene lugar en las tres dimensiones del espacio, la ecuación (3) daría $n = 4$. Si se considera que la nucleación ocurre en los primeros instantes de la recristalización y que luego la velocidad de nucleación disminuye rápidamente, se llega a un valor de n igual a 3. Este último modelo es conocido como *saturación de lugares de nucleación*.

Si el crecimiento se reduce a dos dimensiones (p.ej. recristalización en una lámina fina) o es limitado a una sola dimensión (p.ej. en un alambre fino) los valores de n se reducen a 2 y 1, respectivamente, sin cambiar el razonamiento fundamental de este modelo.

2.2.3. Aplicabilidad del modelo de Avrami

El modelo JMAK, también llamado modelo de Avrami, incluye una familia de ecuaciones que se pueden aplicar a cualquier reacción $\alpha \rightarrow \beta$ donde no existe una diferencia química entre α y β . Es un modelo que se ha utilizado con éxito en un gran número de procesos y es el modelo estándar para modelizar de forma sencilla la recristalización. Sin embargo, existe una discrepancia entre los valores teóricos del coeficiente de Avrami, n , y los resultados experimentales. La mayoría de los autores que estudiaron la recristalización mediante este modelo indicaron que n no llega al valor de 4 y que generalmente se encuentra alrededor de la unidad [23]. En el caso de los aceros bajos en carbono se ha obtenido un valor de $n = 0,68$ y la energía de activación Q entorno a 277 kJ/mol [24]. Estos valores son muy similares a los obtenidos por Monsalve [25] para el caso de un acero extra bajo en carbono (ELC).

Los motivos de estas desviaciones pueden ser varios: compensación del solapamiento entre granos (*impingement*) inadecuado, deformación heterogénea, efecto ralentizador de la restauración, etc. De estas observaciones se puede concluir que el modelo JMAK es demasiado sencillo para la modelización cuantitativa de un proceso altamente complejo como la recrystalización y que en muchos casos sobrevalora la cinética de esta transformación.

2.2.4. Mejoras y modificaciones del modelo de Avrami

Muchos trabajos que tratan la recrystalización han ido estudiando los posibles motivos por los cuales el modelo JMAK no permite modelizar cuantitativamente la recrystalización. Una observación fundamental es que la nucleación no suele ocurrir de forma aleatoria en el material, sino que existen lugares privilegiados en la matriz deformada donde pueden formarse los nuevos granos, p.ej. fronteras de grano, bandas de deformación, impurezas, etc. La nucleación no se puede explicar sólo por meras fluctuaciones térmicas aleatorias en el material, ya que la velocidad de nucleación sería mucho más pequeña que la medida real [26]. Los principales mecanismos de nucleación propuestos, como el modelo de migración de fronteras de grano inducida por deformación (SIBM) [27, 28] o la coalescencia de subgranos [29, 30] tienen en cuenta factores geométricos que sitúan la nucleación en las fronteras de grano (morfología superficial) o en las intersecciones de las juntas de grano (morfología lineal) [31]. Por tanto, la densidad de lugares de activación para la nucleación estará relacionada con la cantidad bidimensional de fronteras de grano o unidimensional de sus intersecciones (*grain edges*).

El crecimiento de los granos libres de defectos ocurrirá por la migración de las fronteras de ángulo alto que separan los granos recrystalizados de la matriz, a una velocidad que, según la teoría de recrystalización aplicada, es considerada constante o variable.

La fracción total de volumen recrystalizado es el resultado del crecimiento de todos los nuevos granos nucleados en estos lugares privilegiados. Dos modelos donde se considera ese fenómeno de nucleación inhomogénea o *agrupada* son los de Backofen-English [32] y de Speich-Fisher [33] (Figura 9). En el primero se asume que los núcleos tienen una geometría cilíndrica con un radio constante de r_0 y que crecen con una velocidad axial constante. En el caso de saturación de lugares de nucleación, se asume que la superficie total que separa los granos recrystalizados de la matriz es constante. La configuración del modelo de Speich-Fisher consiste en núcleos cilíndricos con una longitud constante l_0 y una velocidad radial constante. En este modelo crecerá la superficie de material recrystalizado/sin recrystalizar con el tiempo. Ambos

modelos se pueden resumir mediante la siguiente expresión:

$$X_V = \frac{(\beta t)^n}{1 + (\beta t)^n} \quad (4)$$

El factor β incluye los detalles de la fuerza motriz y la cinética del proceso de recristalización, mientras que n está en función del tipo de nucleación y la forma geométrica de los nuevos granos. La diferencia entre los dos modelos reside, por tanto, en el valor de n .

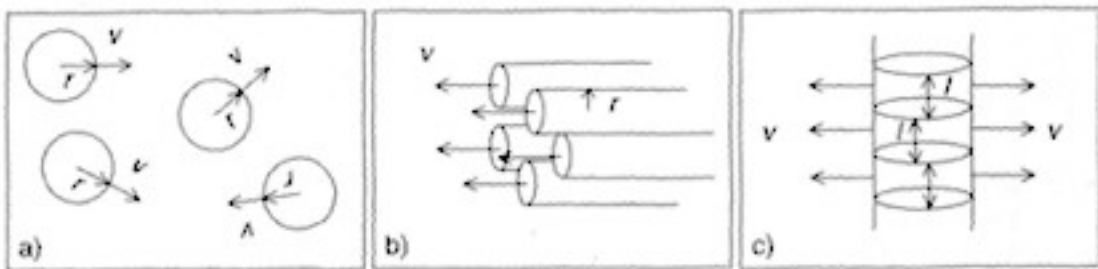


Figura 9: Configuraciones de nucleación y crecimiento (a) nucleación homogénea (b) modelo de English-Backofen (c) Speich-Fisher [34].

Otro modelo que considera que la frontera de grano juega un papel decisivo en el proceso de recristalización fue el propuesto por Cahn [35]. Este modelo es una modificación del modelo clásico de Avrami, en el que se permite que el coeficiente n varíe con el tiempo. En el caso de un crecimiento tridimensional y una velocidad de nucleación constante el modelo predice un valor $n = 4$ en los primeros instantes de la recristalización. Los núcleos, ubicados en las fronteras de grano, crecen de forma esférica hasta alcanzar el punto de la saturación de las fronteras de grano (ver Figura 10). A partir de este momento ha terminado la nucleación y el número total de núcleos es constante. El coeficiente de Avrami se reduce a 1 ya que el crecimiento ocurre únicamente en la dirección perpendicular al borde de grano (Figura 11). En la práctica no se suele observar ese cambio de pendiente, sino que se observa una sola recta cuya pendiente (el coeficiente de Avrami), tiene un valor por debajo de 4. Este modelo, aunque requiere soluciones no-numéricas, ha dado resultados satisfactorios en aceros inoxidables [36] y monocristales [37].

Otra variación importante al modelo de Avrami es debida a que la velocidad de crecimiento G tampoco es constante, sino que depende del tiempo y de la

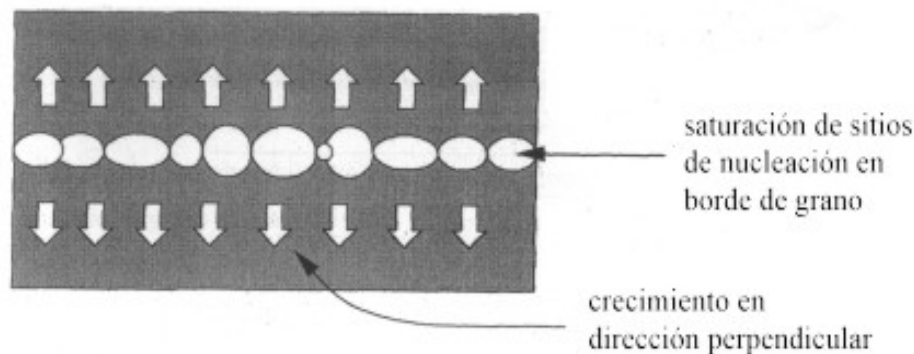


Figura 10: Saturación de lugares de nucleación según el modelo de Cahn.

posición del núcleo en el material. Esa velocidad está relacionada con la movilidad de la frontera de grano M mediante la relación $G = M.P$, donde P es la presión ejercida sobre dicha frontera³. La variación de G tiene su origen en la variación de la presión impulsora P , debido a que la restauración coincide con el proceso de la recrystalización, quitándole fuerza motriz a este último, o por la inhomogeneidad del material. Se cree que el primer proceso es sobre todo importante en aceros que contienen pocos intersticiales o donde los intersticiales se han combinado con otros elementos para formar partículas de segunda fase. En estos aceros de alta pureza las dislocaciones tienen un alto grado de movilidad durante la restauración, lo cual puede llegar a retrasar la recrystalización. En los aceros libres de intersticiales (IF), Samajdar *et al.* [38] observaron cómo la recrystalización se ralentiza considerablemente a niveles elevados de fracción recrystalizada, y cómo el coeficiente de Avrami disminuye de 2,11 a 1,58 en el último tramo de la recrystalización. El efecto de la heterogeneidad del material fue introducido recientemente en el modelo H. Réglé [39] para el caso de aceros IF aleados con Ti. En este modelo los granos recrystalizados consumen primero los granos deformados con alta energía almacenada. Cuando se hayan consumido todos los granos de alta energía quedan sólo los de baja energía, y como consecuencia disminuye la fuerza motriz. Mediante este concepto de *crecimiento local* se ha conseguido modelizar la fracción recrystalizada y explicar la evolución de la macrotextura.

Ambos factores, tanto la nucleación preferencial en las fronteras de grano como la disminución de la fuerza motriz a medida que avanza la recrystaliza-

³La movilidad se suele expresar en m^3/Ns y la presión en MPa.

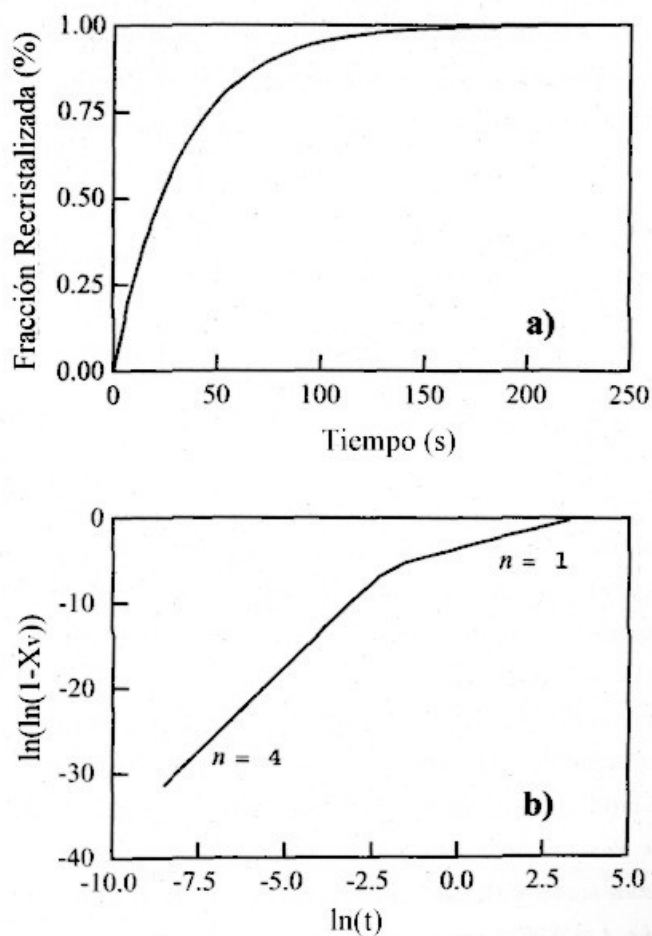


Figura 11: (a) Evolución de la fracción recristalizada según el modelo de Cahn (b) curva correspondiente de Avrami donde se observa un cambio de pendiente, indicando la incidencia de saturación de lugares de nucleación [36].

ción se tendrán en cuenta a la hora de construir un modelo que sea capaz de cuantificar el volumen del material que ha recristalizado. Asimismo se ha de incluir la influencia de partículas de segunda fase en estos aceros donde su cantidad es considerable. En este sentido se describirá el papel que juega la cementita sobre la recristalización en la sección 2.3.2.

2.3. Influencia de la composición química y del procesado sobre la recristalización

Todas las etapas previas a la obtención del producto final tienen una influencia importante sobre las propiedades finales. Varios autores han estudiado de forma detallada el papel que juegan las distintas etapas del procesado sobre las propiedades finales y la textura del acero laminado en frío y recocido [40–42].

El esquema general de la obtención de chapas para embutición profunda en recocido continuo se representa en la Figura 12. El planchón que se obtiene después de la colada continua se somete a un recalentamiento, reducción en caliente, bobinado, laminación en frío y, finalmente, a un recocido continuo.

Hutchinson y Ryde [43] han estudiado la relativa importancia que tienen los parámetros de composición y procesado sobre las propiedades finales del material, tanto para el caso de recocido lento (*recocido en campana*) como en recocido continuo. Compararon asimismo los resultados en aceros bajos en carbono con los aceros IF, donde después de haber añadido elementos como Ti, Nb y V no quedan elementos intersticiales en solución sólida. Las conclusiones de este estudio se resumen en la Tabla 1.

2.3.1. Influencia del carbono en solución sólida

La influencia que tiene el carbono sobre las propiedades finales del material es ambigua. Algunos autores [44, 45] creen que el carbono en solución sólida se combina con el Mn presente, formando así *dipolos de C-Mn*. Estos dipolos impiden la restauración y de esta manera se acelera el proceso de nucleación, mientras que el crecimiento se ve poco afectado. Sin embargo, estos dipolos también causan un debilitamiento del desarrollo de la textura $\{111\}$ y favorecen la formación de una textura aleatoria [46]. Los intersticiales en solución sólida, como el C y el N tienen también una influencia negativa sobre las propiedades de envejecimiento del material, debido a que la segregación de estos elementos en las dislocaciones causan el pinzamiento de las mismas [47].

2.3.2. Influencia del carbono precipitado

Los precipitados jugarán un papel muy importante en este trabajo, y por eso requieren un estudio más detallado. Tanto la cinética de recristalización

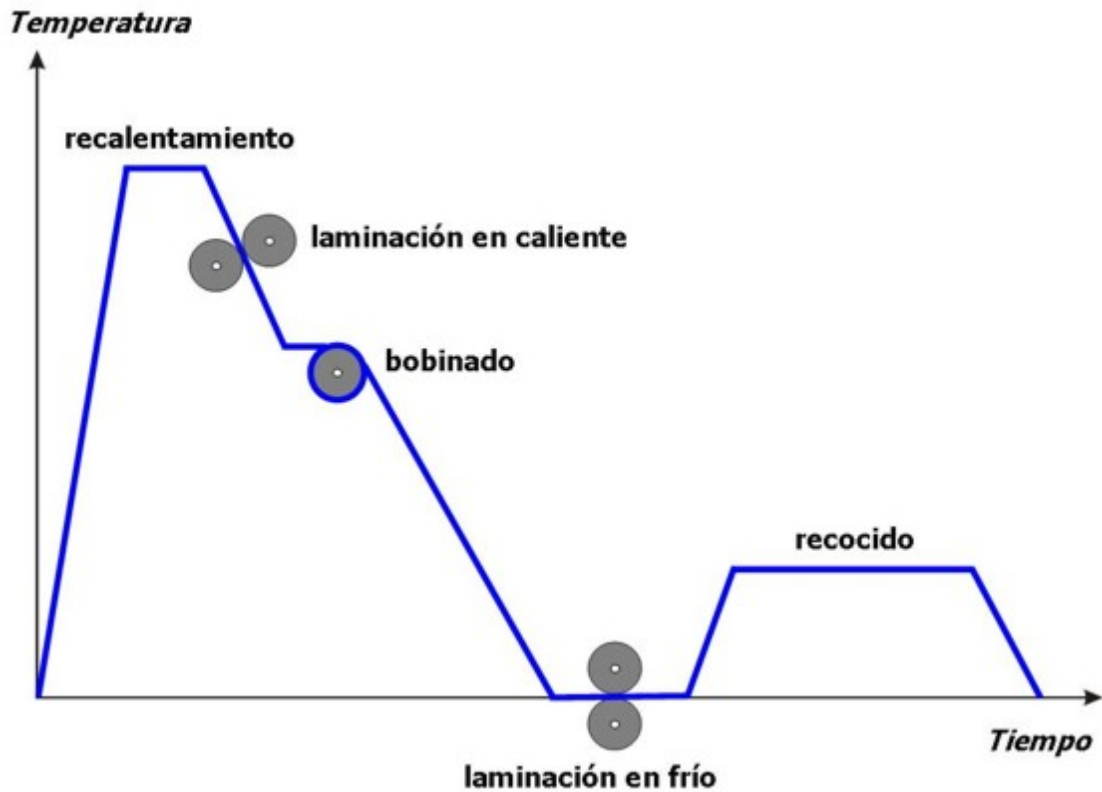


Figura 12: Esquema general de la producción de una chapa mediante el recocido continuo. Se distinguen las etapas del recalentamiento, la laminación en caliente, el bobinado, la laminación en frío y el recocido continuo.

como el tamaño de grano final dependen considerablemente del tamaño del precipitado, R , y de su fracción, F_V [48], como se puede distinguir en la Figura 13.

En esta imagen se observa de forma esquemática que tanto la cinética de recristalización como el tamaño de grano final dependen estrechamente del diámetro de las partículas y del espaciado entre partículas. Por una parte se ha observado que una fracción alta de partículas térmicamente estables produce una retención de la microestructura deformada/restaurada hasta la temperatura de fusión de la matriz [49, 50]. Por otra parte, se ha observado una aceleración de la recristalización en aleaciones con partículas $> 1\mu m$ de baja fracción de volumen [51]. El límite entre ambos procesos depende tanto del grado de deformación del material como de la restauración dinámica (línea

Tabla 1: Intervalos típicos e importancia de los parámetros fundamentales para la fabricación de una chapa por embutición profunda. A_3 es la temperatura de austenización.

Parámetros	Aceros bajos en carbono		Aceros IF bajo campana / continuo
	Recocido bajo campana	Recocido continuo	
Contenido en carbono	bajo (*)	bajo (**)	bajo (***)
Contenido en manganeso	bajo (*)	bajo (**)	(-)
Microaleados (Al, Ti o Nb)	Al (***)	(*)	Ti/Nb (***)
Temp. de recalentamiento	alta (***)	baja (*)	baja (*)
Etapas de laminación en caliente	(*)	(*)	(**)
Temp. de acabado (FRT)	$> A_3$ (**)	$> A_3$ (**)	$\leq A_3$ (*)
Temp. de bobinado (CT)	$< 600^\circ\text{C}$ (***)	$> 700^\circ\text{C}$ (***)	alta (*)
Reducción en frío (CR)	$\approx 70\%$ (**)	$\approx 85\%$ (**)	$\approx 90\%$ (**)
Velocidad de calentamiento del recocido	$20\text{-}50^\circ\text{C/h}$ (***)	$5\text{-}20^\circ\text{C/s}$ (**)	(-)
Temp. máxima del recocido	$\approx 720^\circ\text{C}$ (**)	$\approx 850^\circ\text{C}$ (**)	$\approx 900^\circ\text{C}$ (**)

(-) no crítico (*) significativo (**) importante (***) vital

AB en la Figura 13).

Típicamente se encuentra que la recrystalización se acelera cuando $F_V/R < 0,2 \mu\text{m}^{-1}$ [52]. Para los aceros estudiados en este trabajo, donde la fracción de precipitados nunca es demasiada alta (es decir, el espaciado entre dos partículas es suficientemente grande) el parámetro fundamental es el tamaño de los mismos. Cuando los precipitados son pequeños y cuando se encuentran homogéneamente distribuidos en el material, dificultan el movimiento de las fronteras de grano (el crecimiento de grano), lo que conlleva un retraso de la recrystalización. Sin embargo, como los precipitados de cementita suelen tener diámetros más elevados, su papel es inverso: provocan una aceleración de la recrystalización, ya que la nucleación de nuevos granos se ve potenciada por el alto grado de deformación en la zona que separa la cementita de la matriz ferrítica [5], como se observa en la Figura 14. A deformaciones más altas este proceso se inicia antes, como indica la Figura 13. Además, como la dirección de las zonas de deformación es aleatoria alrededor de la cementita, los granos que nuclean ahí también tienen una orientación aleatoria.

La consecuencia final es que la nucleación estimulada por la cementita lleva a un debilitamiento de la textura final, y más específicamente a una pérdida de intensidad de la fibra γ .

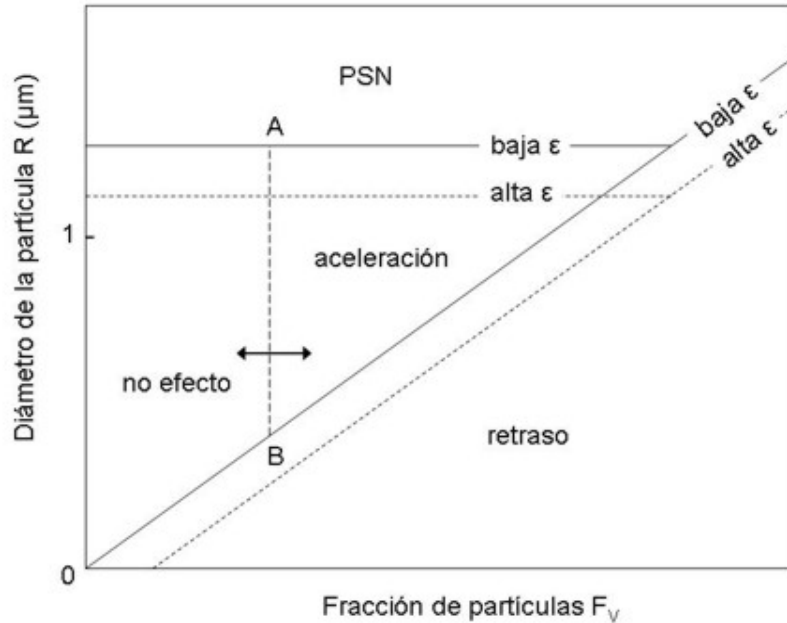


Figura 13: Diagrama esquemático del efecto del tamaño de la partícula, de su fracción de volumen y de la deformación. ϵ = grado de deformación en frío. PSN = Nucleación inducida por partículas.

En el contexto del recocido continuo de aceros bajos en carbono los fenómenos descritos anteriormente se traducen en dos requerimientos básicos para el procesado:

1. El contenido de carbono tiene que ser bajo y la fracción de ese elemento en solución sólida mínima, debido a que los elementos intersticiales en solución sólida no favorecen una textura apta para la embutición [53,54].
2. La precipitación de la cementita debe ocurrir preferentemente con una morfología gruesa. Esto se consigue bobinando a temperatura alta. Es importante conseguir una microestructura con carburos groseros para que el enriquecimiento en carbono por la disolución de cementita no interfiera demasiado en los núcleos que se generan durante la recristalización [55], especialmente a través de los dipolos C-Mn, que impiden el movimiento de los subgranos [56]. Este efecto se representa en la Figura 15. Si la cementita es fina se disuelve rápidamente y perjudicará al

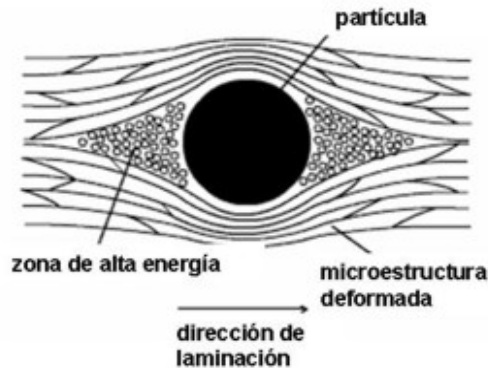


Figura 14: Zonas alrededor de las partículas gruesas donde, debido al exceso de deformación, la fuerza motriz de la recristalización es mayor.

índice de anisotropía final. La disolución de la cementita durante el recocido y su efecto perjudicial sobre la recristalización han sido estudiados en detalle por varios autores [57–59]. Otro factor importante en este contexto es la velocidad de calentamiento durante el recocido, ya que la disolución de la cementita será mayor cuanto más baja sea esa velocidad.

Como se puede asumir que el bobinado es un tratamiento cuasi-isotérmico (enfriamiento a $\sim 2^\circ\text{C}/\text{hora}$) que condiciona totalmente la microestructura final del laminado en caliente, la temperatura a la que se realiza este proceso tiene, como se indicó anteriormente, un importante efecto sobre el modo de precipitación de la cementita. La influencia de la temperatura de bobinado sobre la morfología de la cementita, y la relación de ésta con la anisotropía está representada en la Figura 16. Se observa claramente que el bobinado a baja temperatura disminuye el índice de anisotropía del material, debido a la distribución más fina de las partículas.

2.3.3. Influencia del nitrógeno

Cuando el nitrógeno está en solución sólida su influencia es similar a la del carbono [60], sin embargo es de gran importancia en los aceros bajos en carbono la precipitación de AlN [61, 62]. Estas partículas juegan un papel *pasivo* eliminando el N en solución sólida, evitando así que se empeore la textura final, y un papel *activo* en el pinzamiento de las fronteras de grano si

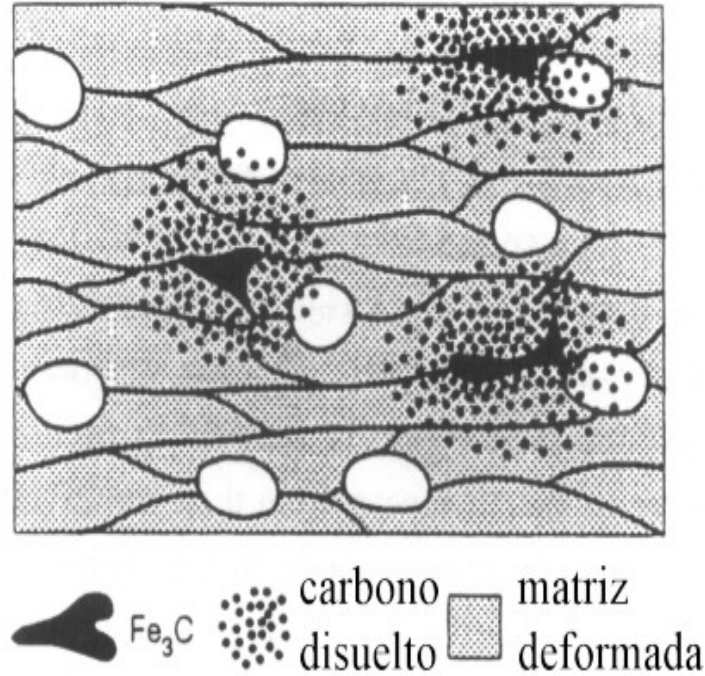


Figura 15: (a) Diagrama donde se muestra cómo la disolución de la cementita puede interferir en la recristalización durante el recocido de un acero bajo en carbono laminado en frío. La influencia del carbono en solución sólida, procedente de la cementita disuelta, sobre los nuevos granos (representados en blanco) será mayor cuanto más fina es su distribución [43].

su tamaño es reducido. Este último efecto es importante cuando las partículas pueden precipitar durante el recocido, sin embargo en el caso del recocido continuo el tiempo es demasiado corto para que ocurra eso. Para permitir que el nitrógeno esté combinado al empezar el recocido continuo se requiere que se cumplan las siguientes condiciones del procesado:

1. Añadir suficiente cantidad de Al al material para que el nitrógeno desaparezca de la solución sólida, típicamente $Al/N \geq 5$.
2. Evitar que los AlN ya presentes en el material tras la colada vuelvan a disolverse. Esto se consigue empleando una temperatura de recalentamiento baja, que se puede estimar de forma aproximada mediante el producto de solubilidad:

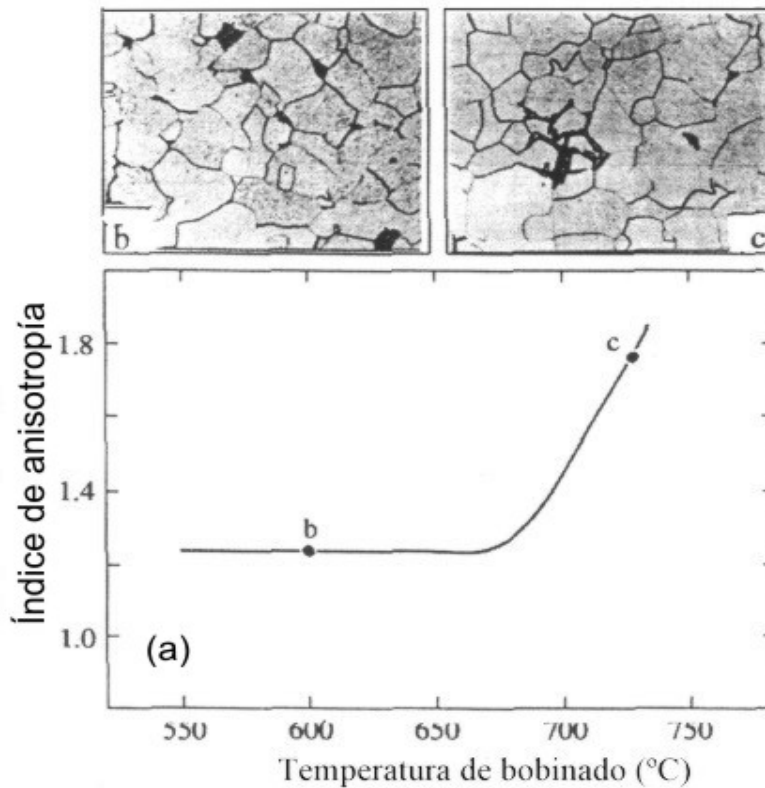


Figura 16: (a) Influencia de la temperatura de bobinado sobre la anisotropía media en un acero bajo en carbono después de la laminación en caliente; (b) y (c) micrografías revelando la presencia de la cementita después de bobinado a baja y alta temperatura respectivamente [55]

$$\log[\%Al][\%N] = -\frac{6770}{T} + 1,033 \quad (5)$$

De esta manera se limita la cantidad de nitrógeno libre o disuelto en el acero tras la deformación en caliente y el bobinado.

3. Bobinar a una temperatura alta, ya que así el nitrógeno que queda en solución sólida después de la laminación en caliente puede precipitar en forma de AlN .
4. Añadir otros elementos que tienen una gran afinidad hacia el nitrógeno, como es el B . La precipitación de nitruros de boro estables reduce la

cantidad de nitrógeno en solución sólida y de esta manera se consigue una textura final más adecuada y mejores propiedades de envejecimiento [63].

Siguiendo estos pasos se puede conseguir un índice de anisotropía final bueno para aplicaciones de embutición, a la vez de evitar que la recristalización se ralentice por el pinzamiento de partículas finas. La influencia de la precipitación de AlN sobre la recristalización fue modelizada con éxito por Gutiérrez *et al.* [64], que llegaron a una expresión de tipo Avrami para la cantidad de nitruros precipitada, X_{pp} . Esta ecuación se utiliza después para modelizar la recristalización, mediante la cantidad de N en solución sólida N_{sol} , y para predecir el tamaño de grano recristalizado.

2.3.4. Elementos sustitucionales

Elementos como P , Si y Mn refuerzan la matriz ferrítica de modo importante [65] y a la vez ejercen una influencia negativa sobre la migración de las fronteras de grano por el efecto de *arrastré de soluto*.

El Mn juega además un papel importante cuando se combina con el S , ya que fomenta la precipitación de partículas de MnS estables. Por último, el enriquecimiento en Mn de la cementita hace que éstas crezcan con más dificultad, lo que lleva a una distribución de cementita más fina en el material [66].

CAPÍTULO III

Materiales y métodos

A continuación se van a presentar los materiales empleados en la realización de este trabajo, así como las diferentes técnicas experimentales para su caracterización.

En la primera parte se presentará la composición y el procesamiento de los aceros estudiados, y en la segunda las técnicas para la preparación y posterior caracterización de los mismos. El esquema de la Figura 17 resume los diferentes métodos para la obtención de los resultados experimentales.

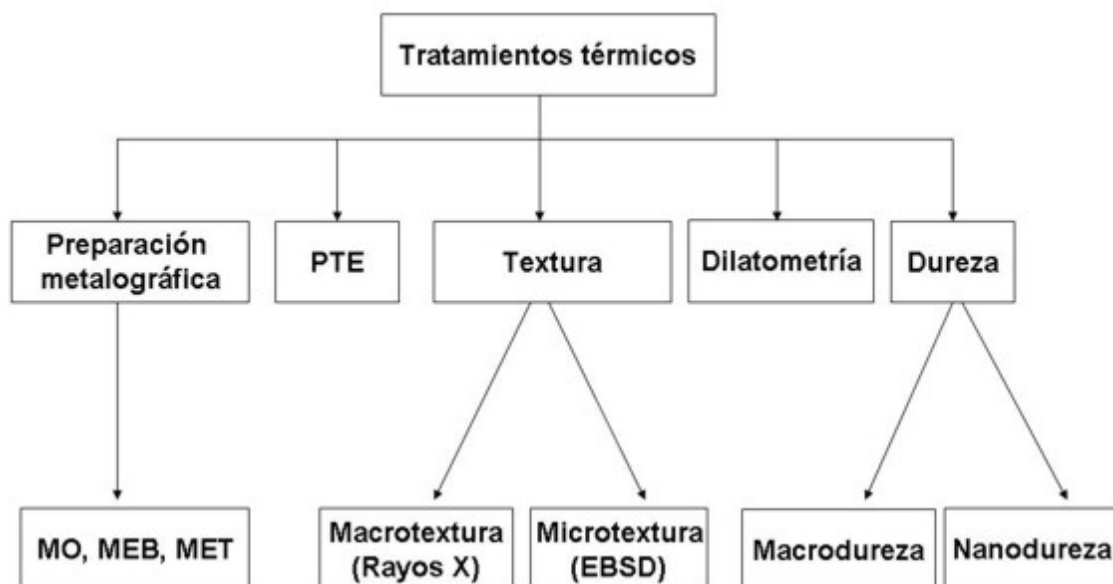


Figura 17: Esquema seguido durante el desarrollo experimental del presente trabajo.

En las siguientes secciones se explicará cada uno de estos métodos de manera concisa.

3. Materiales

Los materiales utilizados en el presente trabajo son aceros de contenido en carbono por debajo del 0,09 %, destinados a embutición. Se pueden clasificar en dos grupos, por un lado los «procesados industrialmente», que se

emplearán para hacer una caracterización completa de la microestructura y para diseñar un modelo de recristalización, y por otra parte los «procesados en laboratorio», que servirán para validar dicho modelo. La laminación en frío comporta una reducción del espesor de la chapa de 2,7 mm a 0,7 mm.

3.1. Aceros procesados industrialmente

Se trata de aceros bajos y extra bajos en carbono, cuya composición base figura en la Tabla 2. El material ha seguido una ruta de laminación austenítica después del recalentamiento, con una temperatura de final de laminación alrededor de 890°C, seguido de un posterior enfriamiento al aire hasta la temperatura de bobinado. Posteriormente fue laminado en frío. Los detalles de cada acero se muestran en esta tabla.

Tabla 2: Composición de los aceros procesados industrialmente. Todas las composiciones están en %-peso.

Acero	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Al [%]	Ti [%]	N [%]	CT [°C]	CR [%]
A	0,014	0,007	0,19	0,007	0,016	0,055	0,001	0,0025	740	70
B	0,045	0,010	0,19	0,012	0,013	0,040	0,001	0,0037	740	75
C	0,080	0,011	0,17	0,004	0,005	0,053	0,001	0,0040	728	75
D	0,014	0,006	0,21	0,007	0,014	0,053	0,001	0,0028	650	75
E	0,014	0,006	0,21	0,007	0,014	0,053	0,001	0,0028	550	75
F	0,009	0,011	0,37	0,043	0,007	0,042	0,002	0,0039	575	81
G	0,014	0,007	0,19	0,007	0,016	0,055	0,001	0,0025	740	59
H	0,014	0,007	0,19	0,007	0,016	0,055	0,001	0,0025	740	80
I	0,0740	0,022	1,060	0,009	0,0023	0,040	0,0120	0,0036	622	65
J	0,0740	0,022	1,080	0,008	0,032	0,042	0,0020	0,0037	574	61

CT: temperatura de bobinado (°C)

CR: reducción en frío (%)

A los aceros microaleados *I* y *J* se han añadido unos elementos adicionales, que se muestran en la Tabla 3.

En ambas tablas se han marcado en negrita los parámetros esenciales a estudiar, siempre tomando el acero A como referencia. De la comparación entre todos los materiales se llega a la Tabla 4, que resume los objetivos principales del estudio de caracterización.

Tabla 3: Elementos adicionales de los aceros microaleados *I* y *J*.

Acero	Cr [%]	Ni [%]	Cu [%]	V [%]	Nb [%]	Mo [%]
I	0,0170	0,0240	0,0160	0,0540	0,0450	0,0020
J	0,0200	0,0200	0,0130	0,0510	0,0460	0,0040

Tabla 4: Aspectos estudiados en los diferentes aceros.

Aceros	Estudio llevado a cabo
A,B,C ⇒	Influencia del carbono
A,D,E ⇒	Influencia de la temperatura de bobinado
A,F ⇒	Influencia de elementos aleantes como Mn y P
A,G,H ⇒	Influencia del grado de reducción en frío
A,I,J ⇒	Influencia de elementos microaleantes (Ti, Nb y V)

3.2. Aceros procesados en laboratorio

A partir de los datos obtenidos en la caracterización completa de los aceros laminados industrialmente, se diseñará un modelo de recristalización que permita predecir la fracción de volumen recristalizado a cada instante en función de los principales parámetros: temperatura de recocido, grado de deformación en frío, composición química, etc.

Para validar este nuevo modelo se han llevado a cabo en el laboratorio unos tratamientos adicionales sobre dos aceros laminados en caliente *B* y *C*. Los tratamientos aplicados se resumen en la Tabla 5.

Tabla 5: Tratamientos llevados a cabo para los aceros laminados en caliente.

Acero	Composición	CT [°C]	CR [%]
WR1	B	500	59,6
WR2	B	650	52,0
WR3	B	800	84,5
WR4	C	500	50,5
WR5	C	650	80,1
WR6	C	800	65,7

4. Métodos experimentales

En este apartado se incluirán todas las técnicas utilizadas para estudiar los aceros listados en las tablas 2 y 5, según el esquema de la Figura 17. En primer lugar, se describirán los equipos utilizados para realizar los tratamientos térmicos, y después los equipos para la caracterización microestructural: microscopio óptico (MO), electrónico de barrido (MEB con EDX) y de transmisión (MET). A continuación se introducirán los equipos de medidas del poder termoeléctrico (PTE), de medida de textura global (difractor de Rayos X) y local (EBSD), para terminar con las técnicas de macrodureza y nanoindentación.

4.1. Microscopía óptica

Previamente a cualquier observación microestructural es necesario efectuar la preparación metalográfica del material, que consta de los siguientes pasos: se corta un trozo de cada material tratado, se embute en una resina polimérica llamada baquelita y se desbasta y pule la probeta hasta obtener una superficie especular. Finalmente se ataca la probeta con un reactivo químico apropiado que revele los detalles microestructurales.

El proceso de desbaste se llevó a cabo con lijas de SiC de 600, 800 y 1200, mientras que el pulido posterior se realizó pasando las muestras por paños de pasta de diamante (tamaño de partícula 3 y 1 micras). Para revelar con nitidez la microestructura se «ataca» la muestra perfectamente pulida con el reactivo adecuado. Las fronteras de grano de los aceros ferríticos se revelan eficazmente con el reactivo químico denominado nital-2% (98% de peso de etanol y 2% en peso de ácido nítrico) [67]. Sin embargo, para estudiar las precipitaciones en el material conviene emplear el ataque con picral (5g ácido pícrico en 100 ml agua destilada), ya que permite ver el contenido y la distribución de la cementita en la microestructura, aunque no revela con claridad el límite de grano [68].

Las micrografías del presente trabajo, utilizadas para seguir la evolución de la microestructura durante las distintas etapas del recocido, se han obtenido con ayuda de una cámara digital NIKON COOLPIX 5700 acoplada a un microscopio óptico Olympus CK40M.

El tamaño de grano y la superficie de grano por unidad de volumen se han medido por intersección lineal media [69], utilizando diferentes plantillas de líneas horizontales con una longitud conocida sobre la micrografía. La intersección media \bar{L} se calcula según la siguiente fórmula:

$$\bar{L} = \frac{N_0 \cdot L_0}{M \cdot N_{tot}} \quad (6)$$

donde N_0 es el número de líneas utilizadas, L_0 es la longitud de la línea de la plantilla, M son los aumentos y N_{tot} es el número total de intersecciones contadas. La fórmula para el error asociado a este cálculo es la siguiente [70]:

$$\sigma(\bar{L}) = \frac{K \cdot \bar{L}}{N_{tot}} \quad (7)$$

donde K tiene el valor de $0,65 \pm 0,02$.

Para la fracción de volumen recristalizado se ha utilizado un método de conteo de puntos [71, 72], que consiste en superponer un conjunto de puntos distribuidos de forma no aleatoria en una red sobre el plano de pulido. El resultado de la fracción de volumen medida es igual a la fracción de puntos de la red que caen dentro de las fronteras de la fase estudiada dividido por el número total de puntos de la red. El error correspondiente se calcula de la siguiente manera [73]:

$$\sigma(X_V) = 2 \cdot X_V \cdot \sqrt{\frac{1 - X_V}{N \cdot P \cdot X_V}} \quad (8)$$

donde X_V es el valor experimental de la fracción de volumen recristalizado, N es el número de micrografías analizadas y P es el número de puntos escogidos para el conteo.

La micrografías realizadas en el microscopio óptico también permiten obtener información acerca de la superficie de frontera de grano por volumen del material recristalizado, lo que será un parámetro importante en la modelización de la recristalización. Este valor, denominado S_V , se mide superponiendo una rejilla de líneas aleatorias a la micrografía y contando el número de intersecciones entre líneas y fronteras de grano por la superficie total [73].

4.2. Microscopía electrónica de Barrido (MEB)

En el proceso de caracterización de las muestras se ha utilizado un microscopio electrónico de barrido con filamento de emisión de campo (FEG) tipo Schottkey JEOL JSM 6500F, equipado con detectores de electrones secundarios y de electrones retrodispersados (BSE) así como con un sistema de microanálisis por dispersión de energía (EDX) Oxford Inca y cámara de infrarrojos, con resolución teórica de 1,5 nm (15 V) hasta 5 nm (1 kV). La

Figura 18 muestra una imagen del mismo. Para la observación de microestructuras se ha trabajado con un potencial de 7 kV y una distancia de trabajo de 10 mm aproximadamente.



Figura 18: Microscopio electrónico de barrido con filamento de emisión de campo tipo Schottkey JEOL JSM 6500F.

4.2.1. Electropulido para Contraste de Electrones Dispersados

El mismo equipo de microscopía electrónica de barrido con filamento de emisión de campo permite utilizar, previa instalación de un detector sensible a los electrones primarios, la técnica de contraste de electrones retrodispersados (ECC) [74]. Esta técnica está basada en el hecho de que los electrones del haz incidente del microscopio de barrido son retrodispersados por los granos del material de forma distinta según su orientación cristalográfica. Este efecto permite distinguir los granos recristalizados (es decir, zonas relativamente libres de defectos) frente a los granos deformados. Para evitar cualquier problema del tipo de distorsión de red o contraste topológico, o para conseguir una superficie de la probeta perfectamente especular, se electropulieron previamente las probetas.

La técnica del electropulido se aplica frecuentemente en aceros inoxidables, aleaciones de cobre y aluminio, magnesio, zirconio y otros metales, que con

los métodos metalográficos tradicionales se pulen con dificultad. Al introducir un metal en un circuito electrolítico como ánodo se forma una película viscosa en la superficie rugosa, a consecuencia de la reacción entre el metal y el electrolito⁴. Esta película tiende a alisar dicha superficie, debido a la alta resistencia de la misma. De esta manera se consigue que se pule la superficie de la probeta adecuadamente en el supuesto de que se ajusten las condiciones del electrolito y las condiciones del electropulido (temperatura, tiempo, voltaje aplicado).

En la Figura 19 se representa el dispositivo para llevar a cabo el electropulido.

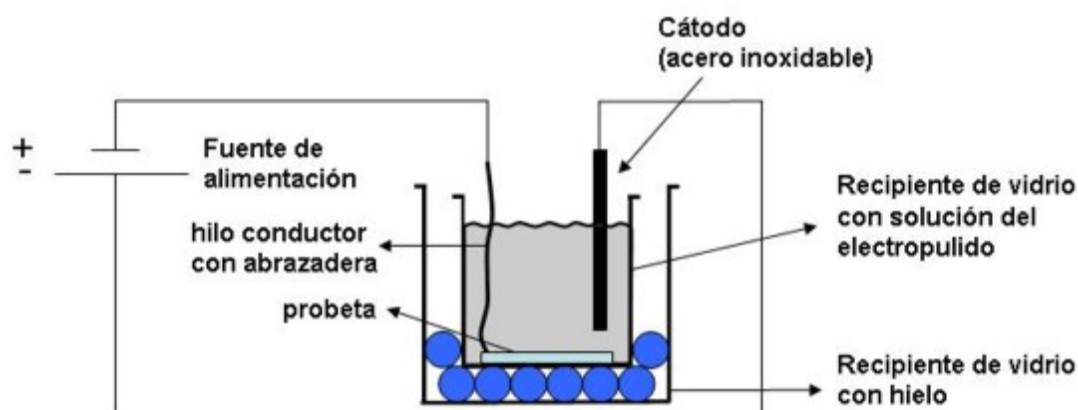


Figura 19: Técnica de electropulido para preparar probetas para imágenes de contraste de electrones dispersados.

Para esta técnica de electropulido, se sumerge la probeta⁵ (ánodo) en la solución (electrolito), que consta de una mezcla de 90 % de ácido perclórico y 10 % ácido acético glacial. Como cátodo se utiliza un acero inoxidable y se introduce el recipiente con el electrolito y la probeta en otro recipiente con hielo, con el fin de estabilizar la temperatura. Al aplicar una diferencia de voltaje se observa (ver Figura 20) que inicialmente la corriente sube proporcionalmente. Esta primera fase, en la que algo del material superficial se disuelve, finaliza cuando la película alcanza un punto de equilibrio (fase II). Durante esta etapa, que en el presente caso se sitúa alrededor de los 17 V,

⁴En «picos» de la superficie el espesor local de la película será menor y la corriente mayor, por lo que el metal se disolverá más en este punto que en su alrededor.

⁵Se recomienda pulir previamente con pasta de diamante o aplicar un desbaste fino. Las probetas no se montan en baquelita.

la corriente se mantiene constante, aunque se aumenta el potencial. Aquí es cuando se pule la probeta homogéneamente y se forma una película marrón (que se limpia posteriormente con etanol) en la superficie de la probeta. Por último se observa que a voltaje más elevado el reactivo se desestabiliza (fase III), formándose burbujas de gas y rompiendo la película (*pitting*).

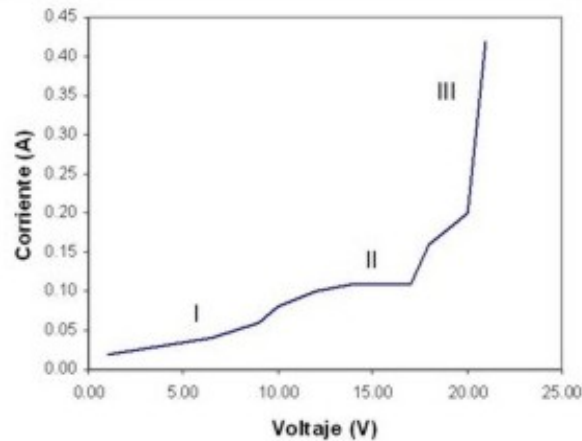


Figura 20: Condiciones eléctricas para el electropulido. El voltaje, a diferencia de la corriente, no depende de las dimensiones de la probeta.

De esta manera se ha observado que las mejores condiciones para llevar a cabo el electropulido en las probetas son un voltaje de 17 V, una temperatura de 15°C y un tiempo de 3 minutos. Para minimizar los efectos de corrientes superficiales se recomienda que la probeta tenga una superficie mínima de 2 cm², aunque se ha observado que para áreas más pequeñas también se obtienen resultados satisfactorios.

4.3. Microscopía electrónica de Transmisión (MET)

En el presente trabajo, se ha aplicado la microscopía electrónica de transmisión para el análisis de partículas de segunda fase. Para ello se utilizó un microscopio electrónico de transmisión analítico JEOL JEM 2010 de 200 kV y pieza polar HRP 20, equipado con goniómetro eucéntrico, pre-cámara, brazo de doble inclinación Gatan, cámara de observación externa y sistema de microanálisis por dispersión de energía Link Isis.

Obtención de réplicas

Para observar los precipitados del material se empleó la técnica de extracción de réplicas. Se ha optado por la utilización de esta técnica en lugar de la técnica de lámina delgada porque permite la obtención de una superficie de muestra mucho mayor y por tanto es más conveniente para la observación de un gran número de precipitados.

Para la obtención de las réplicas se ha seguido el procedimiento siguiente:

1. Preparación metalográfica hasta el pulido especular de la muestra.
2. Ataque con nital 5 % hasta un perfecto revelado de la microestructura.
3. Deposición de una fina capa de carbono mediante evaporación en una cámara de alto vacío.
4. Corte en pequeños cuadraditos de aproximadamente 2 mm^2 de la capa de carbono.
5. Inmersión de la muestra en nital 10 % (10 ml de ácido nítrico y 90 ml de etanol) hasta la observación del comienzo de despegado de la capa de carbono a través de la formación de pequeñas burbujas entre la capa de carbono depositado y la probeta.
6. Inmersión de la probeta en agua. Esto ayuda al despegado completo de los pequeños cuadrados de carbono y evita su enrollamiento.
7. Recolección de las réplicas con rejillas de cobre.

La Figura 21 muestra de forma esquemática todo el proceso. Como puede observarse, los distintos precipitados se encuentran dispersos por la totalidad del material. Mediante el pulido y ataque se consigue que los precipitados «sobresalgan» del material matriz. Al arrancar la capa de carbono los precipitados quedan adheridos a ésta, listos para su observación en el MET.

4.4. Poder termoeléctrico (PTE)

El seguimiento del cambio microestructural en acero mediante la evolución del poder termoeléctrico es una técnica novedosa, por lo que merece especial atención. En primer lugar se dará una breve introducción teórica del concepto, seguido por una descripción del equipo y de las medidas realizadas.

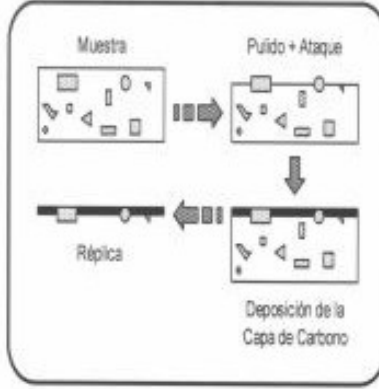


Figura 21: Representación esquemática de la obtención de réplicas de extracción.

4.4.1. Principio de la técnica

El principio del poder termoeléctrico se basa en el efecto Seebeck [75], cuyo significado fundamental se muestra en la Figura 22. Cuando dos materiales diferentes, A y B, están en contacto, y cuando la temperatura entre ambos contactos también es diferente ($T + dT > T$), el circuito cerrado llevará una corriente llamada *termoeléctrica*. Cuando se corta el circuito en un punto arbitrario aparecerá una diferencia de potencial eléctrico entre ambos terminales, $d\phi_{AB}$, cuyo valor depende de la naturaleza de los materiales y de la diferencia de la temperatura:

$$d\phi_{AB} = S_{AB} \cdot dT \quad (9)$$

La cantidad S_{AB} es característica para los materiales A y B y se denomina *poder termoeléctrico relativo* y depende de la temperatura. En un circuito con un gradiente térmico finito $T_2 - T_1$ (Figura 23), el voltaje ϕ_{AB} y el poder termoeléctrico S_{AB} se relacionan de la siguiente forma:

$$\phi_{AB} = \int_{T_1}^{T_2} S_{AB} \cdot dT \quad (10)$$

Es importante destacar que un tercer material C no influye en este cálculo, ya que las contribuciones del tercer material (material C en la Figura 23) al material A y B son idénticas, de modo que se neutraliza su efecto global:

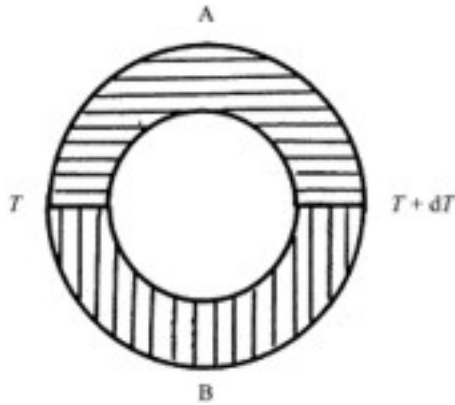


Figura 22: Circuito de dos materiales (A,B) que muestra la aparición de un poder termoeléctrico infinitesimal.

$$\phi_{AB} = \int_{T_1}^{T_2} (S_{CA} - S_{CB}) \cdot dT \quad (11)$$

En esta ecuación de puede definir, además, el poder termoeléctrico de cada material:

$$S_{AB} = S_A - S_B \quad (12)$$

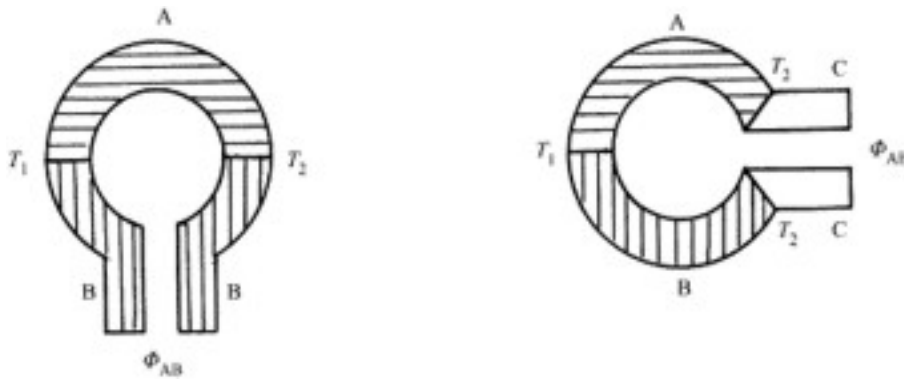


Figura 23: Circuito termoeléctrico de dos (A,B) y tres (A,B,C) materiales, ilustrando la aparición de un poder termoeléctrico finito inducido por una diferencia finita de la temperatura.

4.4.2. Equipo del Poder termoeléctrico

El dispositivo que se ha utilizado en el presente trabajo se basa en los principios que se acaban de describir. Un esquema del equipo se muestra en la Figura 24.

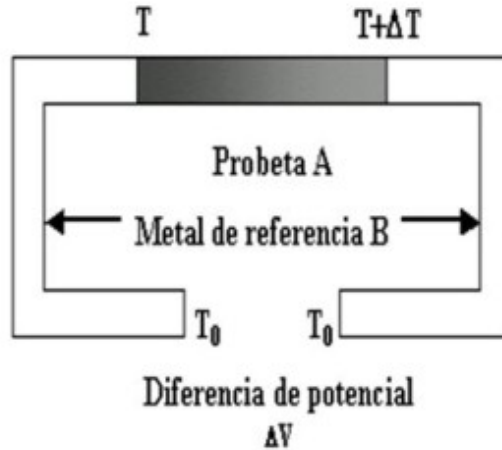


Figura 24: Representación esquemática del equipo de medidas del poder termoeléctrico.

Una vez más se tiene que el poder termoeléctrico ΔS del acero A con respecto al metal B de referencia es:

$$\Delta S = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (13)$$

4.4.3. Factores que influyen en el poder termoeléctrico

Todavía no se ha encontrado una manera fiable de hacer una predicción teórica de la evolución del PTE, basado en la física de estado sólido. Sin embargo, existen numerosos estudios [76–80] en los que se ha demostrado que las medidas del PTE son muy sensibles a las modificaciones de las propiedades electrónicas o elásticas de la red cristalina del hierro, inducidas por los defectos. El valor medido de S se modifica considerablemente en función de los diferentes tipos de defectos (átomos en solución sólida, dislocaciones,...) que se comentarán a continuación y que se resumen en la Figura 25.

Para una temperatura y un estado microestructural dados, se puede asumir que las diferentes señales del poder termoeléctricos son aditivas. Esta hipótesis, similar a la regla de Matthiesen en el caso de la resistividad eléctrica, es

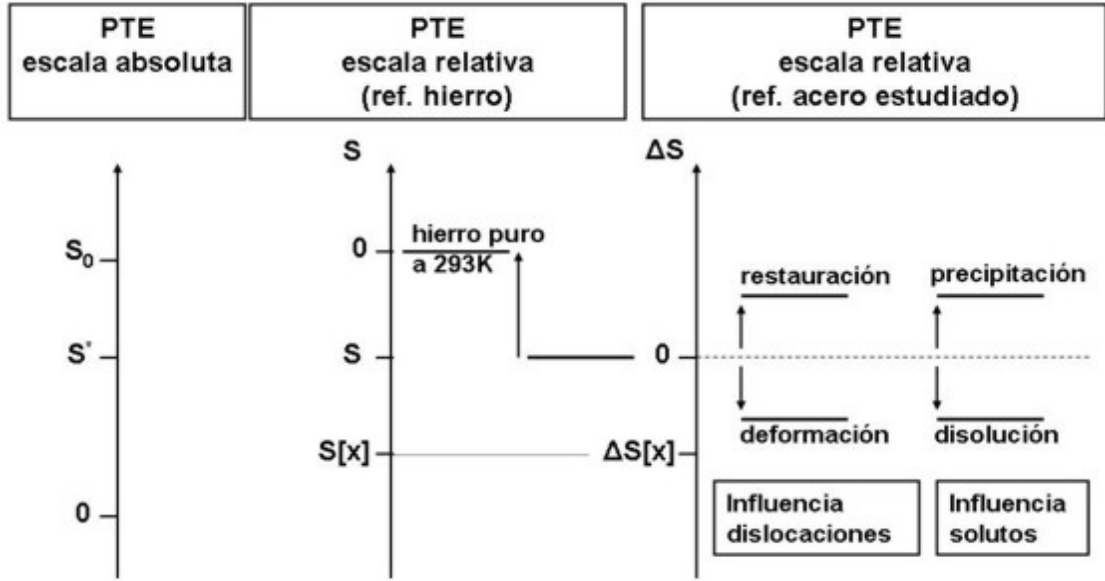


Figura 25: Representación esquemática de las diferentes escalas para las medidas del poder termoeléctrico [81].

válida para aceros de baja aleación, donde la interacción entre los diferentes defectos es despreciable. Así se tiene que el valor absoluto del PTE de un acero, S^* , medido con material de referencia con un PTE absoluto de S_0 es igual a:

$$S^* = S_0 + \Delta S_{SS} + \Delta S_d + \Delta S_{pp} \quad (14)$$

donde ΔS_{SS} , ΔS_d y ΔS_{pp} son las contribuciones a la variación del PTE de los elementos en solución sólida, las dislocaciones y la precipitación, respectivamente. El poder termoeléctrico de los metales es muy sensible a los átomos de soluto que modifican los centros de difusión de los electrones. Para concentraciones pequeñas del elemento e ($< 0,1\%$ – *peso*) se puede aplicar una relación basada en las ecuaciones de Nordheim y Gorter [82]:

$$\Delta S_{SS}(e) = K_e[e]_{SS} \quad (15)$$

y, aplicando la regla de la aditividad,

$$\Delta S_{SS} = \sum K_e[e]_{SS} \quad (16)$$

En estas ecuaciones $\Delta S_{SS}(e)$ es la contribución específica del elemento e a la variación del poder termoeléctrico, K_e es una constante (en el caso del

carbono $K_C = -0,045\mu V/(K10^{-3}\% - peso)$ y $[e]_{SS}$ es su concentración en solución sólida.

El efecto de las dislocaciones sobre el PTE ha sido estudiado en detalle [76, 79, 80] observando que la introducción de dislocaciones durante la laminación comporta una variación negativa del PTE. Igualmente, es una técnica muy sensible a la aniquilación de dislocaciones durante los procesos de restauración y recristalización, de modo que el PTE del material recristalizado es igual al del material antes de la deformación. Lavaire [83] muestra, además, que no solamente el grado de reducción, sino también el número de pasadas influye en el valor del PTE.

Por último se comentará la influencia de los precipitados sobre el PTE. Dicho efecto, como se demostró por primera vez en aleaciones aluminio-cobre [84], está relacionado con la desaparición de elementos desde el estado sólido durante el proceso de precipitación. Además, existe una contribución adicional al PTE en caso de tener precipitados coherentes, que provocan alteraciones elásticas y electrónicas de la red. Las partículas incoherentes por su parte son, a efectos del PTE, similares a las cavidades (*voids*). En resumen, con la técnica del poder termoeléctrico se dispone de un método rápido y fiable para seguir los cambios microestructurales que ocurren en el material durante los procesos de deformación y recocido.

4.4.4. Modo de operación

El dispositivo (Figura 26), cuyos detalles técnicos están recogidos en el trabajo de Borrelly y Benkirat [77], se basa en el método del gradiente lateral y está comercializado por la sociedad *Techlab*.



Figura 26: Equipo de medida del poder termoeléctrico.

La muestra utilizada tiene forma de alambre o plaqueta de pequeña sección y está fijada entre los bloques mecánicamente (ver Figura 24). Las temperaturas de estos bloques, de acero al carbono envejecido en el presente trabajo, está fijadas mediante un microprocesador en 15 y 25°C, de modo que $\Delta T = 10^\circ C$, siendo necesaria la circulación de agua por el primer bloque y una resistencia de calefacción para el segundo. Un termopar cuyas soldaduras están muy próximas a las uniones muestra-bloques y un amplificador suministran una amplificación proporcional a ΔT . Un segundo amplificador suministra una tensión proporcional a ΔV . Las dos tensiones obtenidas son digitalizadas y después enviadas a otro microprocesador que realiza el cálculo del PTE según la relación $\Delta V/\Delta T$. Una pantalla táctil permite el manejo fácil del equipo.

La medida del PTE no requiere una geometría específica, aunque, para obtener resultados fiables, conviene que la muestra utilizada tenga forma de alambre o plaqueta de pequeña sección. La precisión de la medida del PTE depende principalmente de la determinación precisa de un gradiente de temperatura aplicado sobre la probeta. Por lo tanto, se requiere la definición de un parámetro, el factor r , que limite la variación térmica máxima que se puede permitir para conseguir una medida representativa de la zona central de la probeta. Este factor r queda definido como:

$$r = \frac{F}{C} \quad (17)$$

donde C es la conductividad térmica de los bloques de referencia (alrededor de $0,54 J/(s.^{\circ}C.cm)$ para los bloques de acero) y F es el flujo térmico a través de la probeta y que se puede aproximar según:

$$F = \frac{\kappa.\Delta T.\Sigma}{L} \quad (18)$$

donde

- L : longitud de la probeta (cm)
- Σ : sección de la probeta (cm^2)
- κ : conductividad térmica de la probeta ($J/(s.^{\circ}C.cm)$)

El valor máximo aceptable para el coeficiente r , que ha sido determinado experimentalmente, es de $0,05^{\circ}C.cm$. Las probetas utilizadas en el presente trabajo tienen las dimensiones siguientes: $30 mm \times 2 mm \times 0,8 mm$. El cálculo del valor de r según la relación (18) y tomando como valor típico de $\kappa = 0,67 W/^{\circ}C.cm$ da un valor de $0,04$, inferior al valor umbral, lo que garantiza

la ausencia de perturbaciones en la medida del PTE. A fin de establecer un buen contacto térmico entre la probeta y los bloques de referencia, se procedía al pulido sistemático con papel abrasivo de las probetas previamente a la medida de su PTE. Este pulido permite además eliminar los posibles óxidos que se hayan podido formar en la superficie de la probeta y que podrían desvirtuar la medida.

4.5. Medidas de textura

La textura es una propiedad del material de gran importancia para las aplicaciones de embutición. Existen dos técnicas complementarias para medirla: la textura global de la muestra se mide mediante difracción de rayos X, mientras que para medir texturas locales hay que recurrir a técnicas como la difracción de electrones retrodispersados. En este apartado se dará una introducción breve al concepto de textura, seguido por una descripción de las dos técnicas utilizadas para medirla.

4.5.1. Definición de textura

Uno de los temas principales del presente trabajo es la optimización de la textura mediante el control de los procesos físicos que ocurren durante el ciclo de recocido continuo. Se dice que un material posee textura cuando la distribución de las orientaciones cristalográficas de los granos que lo componen no es aleatoria [85]. Es un parámetro importante, ya que la anisotropía de propiedades direccionales, tales como elásticas, plásticas, magnéticas, químicas, ópticas, ductilidad, tenacidad y fatiga de los materiales policristalinos viene determinada por ella [86]. La textura de un material es función del conjunto de procesos a que ha sido sometido hasta llegar a su estado final, que en el caso de las chapas destinadas a embutición van desde la colada hasta el recocido final. Para caracterizar la textura de un material hay que tener en cuenta que la cantidad de granos suele ser muy grande, típicamente 10^9 granos por centímetro cúbico en un acero ferrítico con un tamaño de grano promedio de 10 micras [87]. Por lo tanto, se requiere una caracterización estadística mediante una función de distribución de orientaciones en la muestra adecuadamente definida. Esta función se conoce como ODF [88], y se definirá a continuación.

4.5.2. Formas de expresar la textura

Si se puede caracterizar cada orientación cristalina por una variable o conjunto de variables g , se define la ODF como la función de distribución de g

en el volumen V del material.

$$dV/V = f(g)dg \quad (19)$$

y

$$\int f(g)dg = 1 \quad (20)$$

En el caso de un material sin textura se obtiene que $\forall g : f(g) = 1$, mientras que en un monocristal perfecto $f(g) = \delta_{g_0}(g)$, donde δ_{g_0} es la delta de Dirac centrada en el punto g_0 , que corresponde a la orientación cristalográfica del monocristal.

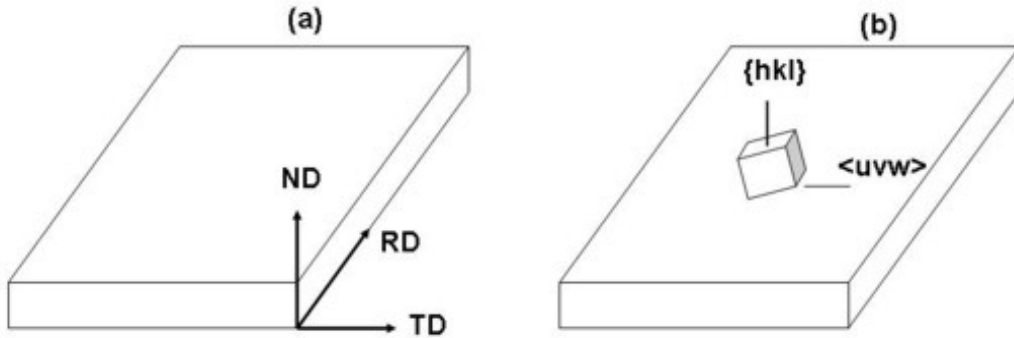


Figura 27: (a) Sistema de referencia de la muestra y (b) cristal dentro de la chapa expresando su orientación en función de los índices de Miller.

La orientación de un cristal viene dada por la relación existente entre su sistema de referencia intrínseco y otro sistema externo, que en el caso de aceros laminados en frío viene determinado por la RD (dirección de laminación), ND (dirección normal) y TD (dirección transversal) (ver Figura 27). Esta relación, que viene dada por el operador rotacional g , se puede representar de diferentes maneras. En el presente trabajo se utilizarán las siguientes:

- *Orientaciones ideales*: mediante los índices de Miller $hkl \langle uvw \rangle$, donde hkl representa el plano del cristal paralelo al plano de la chapa y $\langle uvw \rangle$ la orientación del cristal paralela a la dirección de laminación.
- *Ángulos de Euler*: mediante los ángulos de Euler, φ_1, Φ y φ_2 se puede expresar completamente la orientación de un cristal [88]. En la Figura

28 se muestran los giros que corresponden a cada uno de los tres ángulos. Esta notación se emplea en las ODF, donde cobra especial atención la sección correspondiente a $\varphi_2 = 45^\circ$, ya que en ella se presentan los principales componentes de textura de un material laminado en frío (Figura 29).

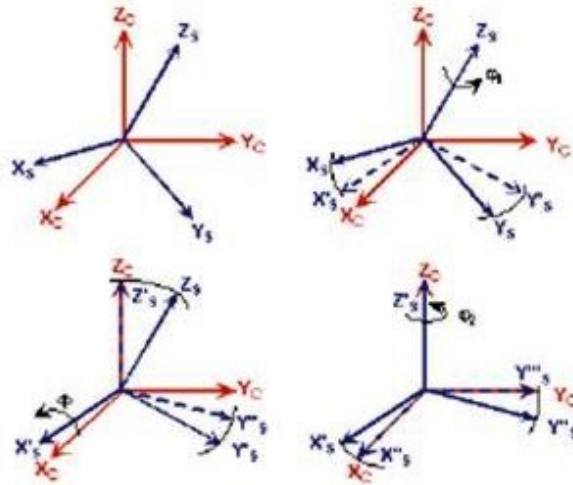


Figura 28: Descripción de las rotaciones a través de los ángulos de Euler.

Entre los ángulos de Euler y los índices de Miller existe una relación, que se muestra en las siguientes expresiones:

$$\varphi_1 = \arcsen \left[\frac{w}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{h^2 + k^2}} \right] \quad (21)$$

$$\Phi = \arccos \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (22)$$

$$\varphi_2 = \arccos \frac{k}{\sqrt{h^2 + k^2}} = \arcsen \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2}} \quad (23)$$

- *Figuras de polos*: otra manera de representar la textura es mediante las figuras de polos [89] (Figura 30). Una figura de polos (hkl) representa sobre una proyección estereográfica (referida al sistema de referencia que forman la dirección de laminación (RD), transversal (TD) y normal

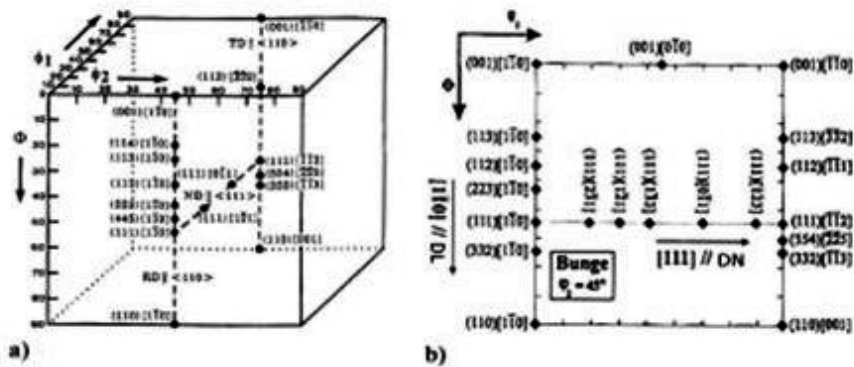


Figura 29: (a) Espacio de Euler y (b) corte de la sección $\varphi_2 = 45^\circ$, mostrando los principales componentes de textura que presenta el material deformado en frío antes y después del recocido.

(ND)) la familia de planos hkl del conjunto de granos que forman la chapa. La figura inversa de polos consiste en la operación inversa, es decir, en representar el sistema de referencia externo de la muestra en el sistema de referencia del cristal. De acuerdo con la simetría cristalina no es necesario representar la figura de polos completa sino únicamente uno de los triángulos unitarios [90]. En el caso de la simetría cúbica, se utiliza el triángulo unitario [100], [110] y [111] (Figura 31).

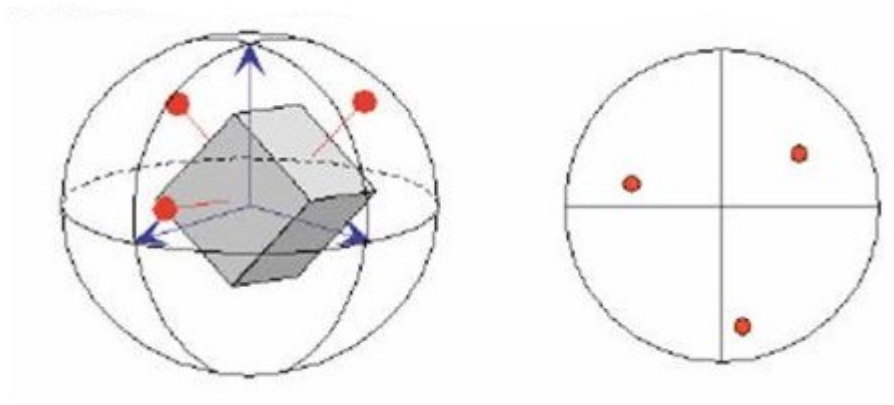


Figura 30: Figura de Polos para cristales con simetría cúbica.

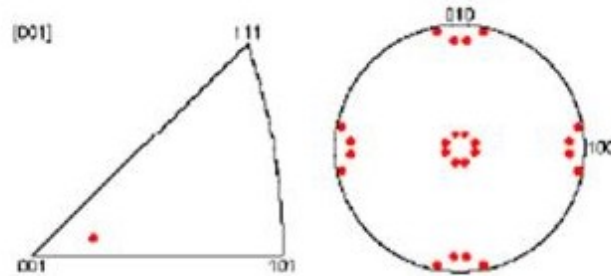


Figura 31: Triángulo unitario $[100]$, $[110]$ y $[111]$.

4.5.3. Textura global: Difracción de Rayos X

Se ha utilizado el difractómetro de rayos X SIEMENS D 5000, mostrado en la Figura 32, con radiación CuK_{α} no filtrada y provisto de un anillo cerrado de Euler. La máquina ha realizado un barrido en la superficie a una velocidad (2θ) inferior a 0,3 grados/min, operando a 40 kV y 30 mA. Para el análisis de las muestras, la cara de observación de las mismas ha sido previamente desbastada y pulida con pasta de diamante de hasta $1\ \mu m$.

Se midieron las figuras de polos (110), (200) y (211) y las ODF fueron obtenidas a través del método matemático desarrollado por Bunge [88] basado en el desarrollo en series de Fourier tomando como base armónicos esféricos generalizados.

4.5.4. Textura local: EBSD

La técnica de difracción de electrones retrodispersados, comúnmente llamada EBSD (electron backscattering diffraction), permite determinar la textura y la microestructura de una zona microscópica de la muestra (microtextura). La obtención de cada grano se obtiene a partir de las *líneas de Kikuchi*, que se producen cuando los electrones, que al incidir en la muestra son dispersados en todas las direcciones, inciden en ángulo de Bragg sobre algunos planos cristalográficos. El resultado son dos conos de difracción por plano cristalográfico, cuyas intersecciones con la pantalla de fósforo da lugar a dos líneas paralelas (en la Figura 33 en azul).

De esta forma el patrón de Kikuchi contiene la información cristalográfica del cristal que se analiza. La probeta se inclina 70° hacia la pantalla, para que se tenga una mayor proporción de electrones retrodispersados que puedan llegar a difractar.

Un sistema de microscopía de imágenes por orientación (OIM) permite des-



Figura 32: Difractómetro de Rayos X SIEMENS D 5000.

pués analizar e indexar en tiempo real dichos patrones (Figura 34), obteniéndose la orientación en cada punto de la zona de la muestra estudiada. Las medidas se llevaron a cabo en la Universidad Politécnica de Valencia (UPV), utilizando el software INCA Instruments de OXFORD. Este programa permite también obtener la ODF de toda la zona estudiada, o de los granos seleccionados por el usuario, así como información acerca del tamaño de grano, la desorientación, etc. El equipo completo para realizar las medidas de EBSD, con todos sus componentes asociados, se muestra en la Figura 35. Para realizar el estudio de EBSD se requieren probetas perfectamente pulidas. Para ello se han electropulido las probetas según el procedimiento descrito en la sección 4.1, siguiendo los pasos de preparación metalográfica descritos en el apartado 4.2.1. Otras muestras se pulieron, al acabar el último paso de pulido con paño de diamante, con un pulido final con sílice coloidal durante 30 minutos. Con la sílice, además de realizarse un pulido muy fino de la superficie de la muestra, se están atacando y revelando ligeramente los límites de grano. Ambos métodos llevan a resultados similares en cuanto a la calidad de los patrones de Kikuchi y su análisis posterior.

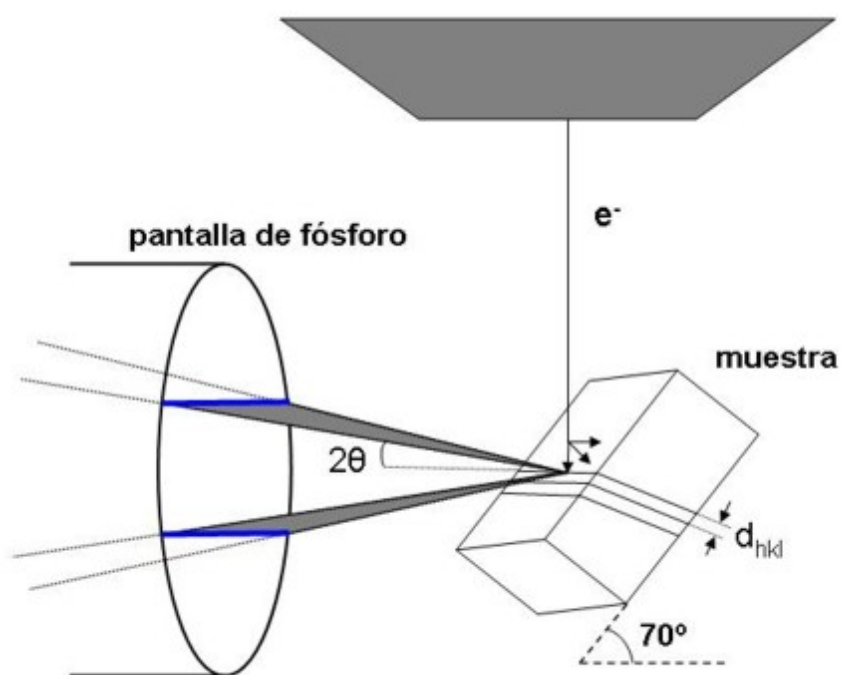


Figura 33: Conos de difracción detectados por una pantalla electrosensible de fósforo.

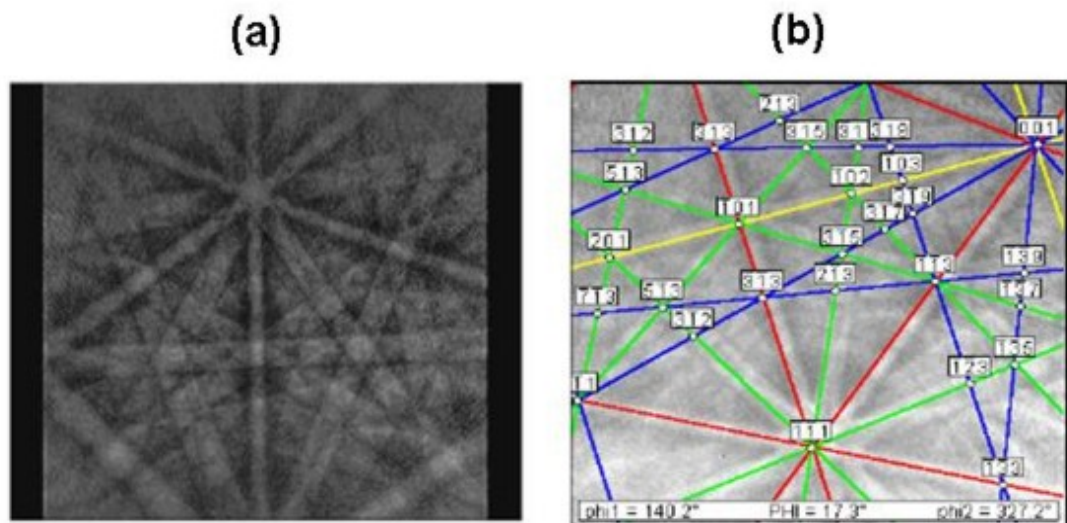


Figura 34: (a) Figura de Kikuchi y (b) detección automática de las bandas más intensas e indexación de las mismas.

4.6. Dilatometría de alta resolución

La dilatometría es una importante técnica en el estudio de las transformaciones de fase en estado sólido de aceros, pues permite el seguimiento en tiempo real de las transformaciones que tienen lugar en un material durante un ciclo térmico. Se basa en el hecho de que un material cambia su estructura cristalina tras sufrir una transformación, lo cual se acompaña de una variación de su volumen específico. Por tanto, con esta técnica se pueden estudiar las transformaciones que tienen lugar en un acero durante un enfriamiento, un calentamiento continuo o en condiciones isotérmicas, así como las temperaturas de transformación.

4.6.1. Descripción del equipo

Los ensayos dilatométricos se realizaron en el dilatómetro Adamel Lhomargy DT1000 (Figura 36), cuyo diseño se representa en la Figura 37. El sistema de calentamiento - enfriamiento consiste en un horno de radiación refrigerado por agua formado por lámparas tubulares de cuarzo con filamento de wolframio. Ambas lámparas, situadas en el interior de un doble reflector elíptico

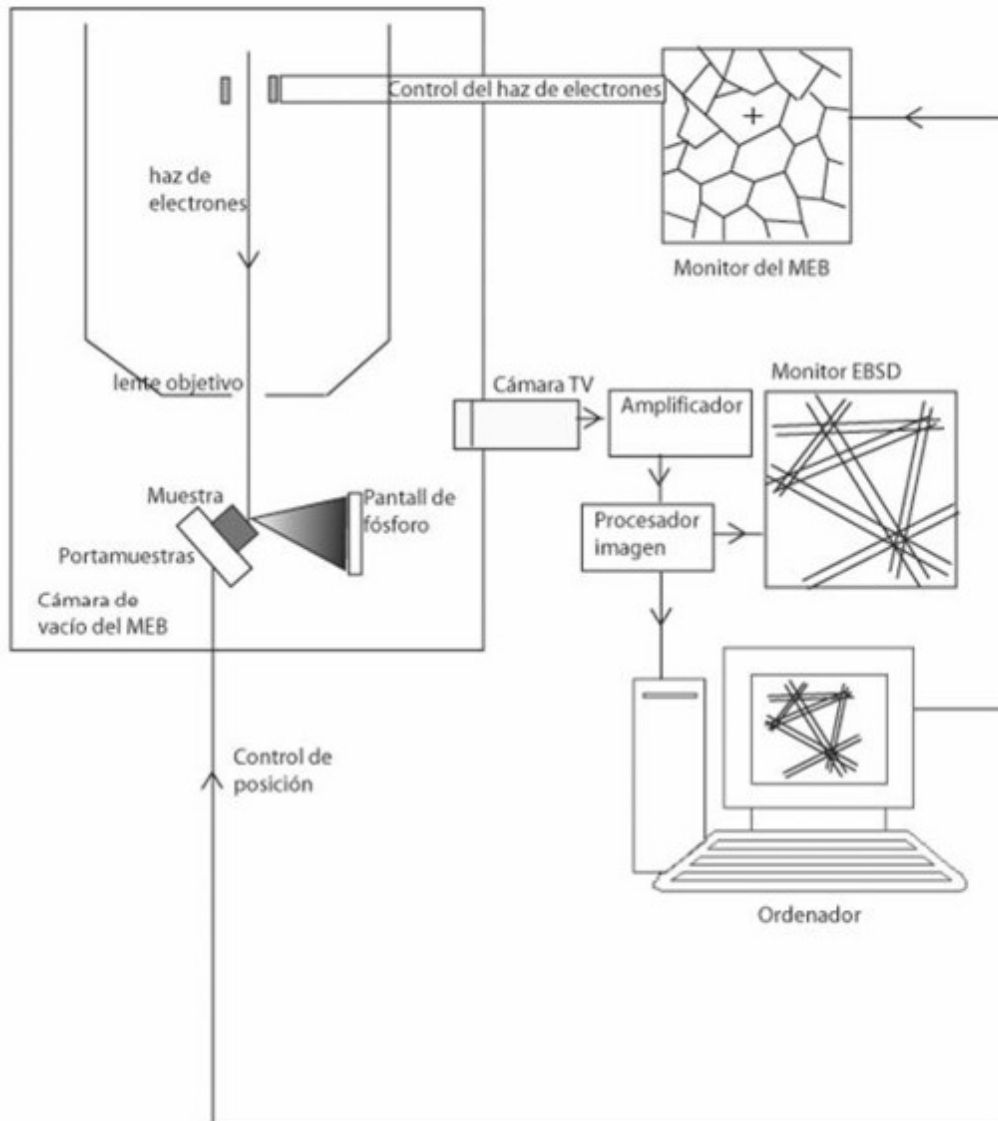


Figura 35: Componentes de un equipo EBSD.

de aluminio pulido, emiten radiación que se focaliza directamente sobre la probeta de ensayo centrada en el eje focal común del doble reflector. Con objeto de minimizar los efectos de oxidación o descarburación de las probetas durante los ensayos realizados a altas temperaturas, los ensayos se realizan en condiciones de vacío de entre 1 y 10 Pa o en atmósferas protectoras. El sistema de enfriamiento combina la acción refrigerante del aire comprimido con la de un chorro de helio de caudal programado. Estos sistemas de calentamiento-enfriamiento permiten ensayar velocidades de enfriamiento y calentamiento de entre 0,01 y 200 K/s. La medida de la temperatura se realiza mediante un termopar Chromel-Alumel soldado directamente a la probeta.



Figura 36: Dilatómetro de alta resolución Adamel Lhomargy DT1000.

La medida de la variación de longitud de la probeta se efectúa por medio de un captador inductivo LVDT, el cual permite traducir los desplazamientos aplicados al núcleo de dicho captador en una tensión eléctrica proporcional a la variación de longitud. La señal amplificada y digitalizada del captador junto con los datos de temperatura captados por el termopar proveen la información necesaria para la representación gráfica de las curvas dilatométricas en un ordenador. Las probetas para ensayo dilatométrico son cilíndricas de 2 mm de diámetro y 12 mm de longitud.

4.6.2. Cálculo de las temperaturas de transformación

En la Figura 38 se muestra una curva típica de dilatación, indicando la temperatura a la cual se inicia (A_{c1}) y se termina (A_{c3}) la transformación austenítica de un acero durante el calentamiento. La temperatura A_{c1} se sitúa

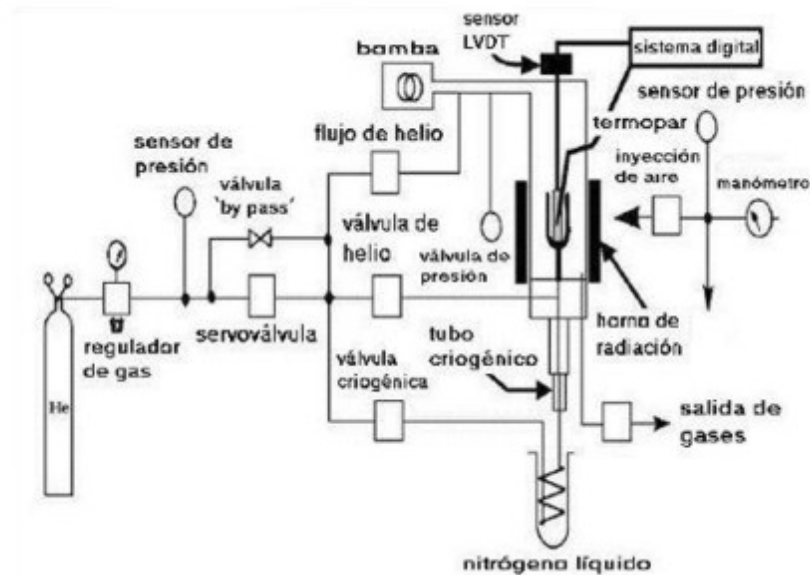


Figura 37: Esquema del dilatómetro de alta resolución Adamel Lhomargy DT1000.

en el punto donde la curva dilatométrica de la ferrita empieza a perder su linealidad. De manera similar se encuentra la temperatura A_{c3} extrapolando la recta que corresponde a la austenita pura. En la zona intermedia se puede encontrar la fracción de cada fase (ferrita y austenita) aplicando una regla de la palanca [91].

En la curva derivada se observan los mismos puntos críticos. De forma análoga se pueden determinar las temperaturas de transformación durante el enfriamiento continuo denominadas respectivamente A_{r3} para el inicio de la descomposición austenítica y A_{r1} para el fin de dicho proceso.

4.7. Dureza

La medida de dureza proporciona información sobre la resistencia que presenta el material al introducirse (deformación) o aniquilarse (recocido) dislocaciones. Para la mayoría de las aplicaciones (p.ej. el ablandamiento del acero durante la recristalización) sólo se necesita un macrodurómetro sencillo, que permite relacionar el tamaño de la huella con la microestructura del material. Sin embargo, si se requiere una medida de alta precisión de una zona específica del material, hay que recurrir a la técnica de nanoindentación. Ambos métodos se describirán a continuación.

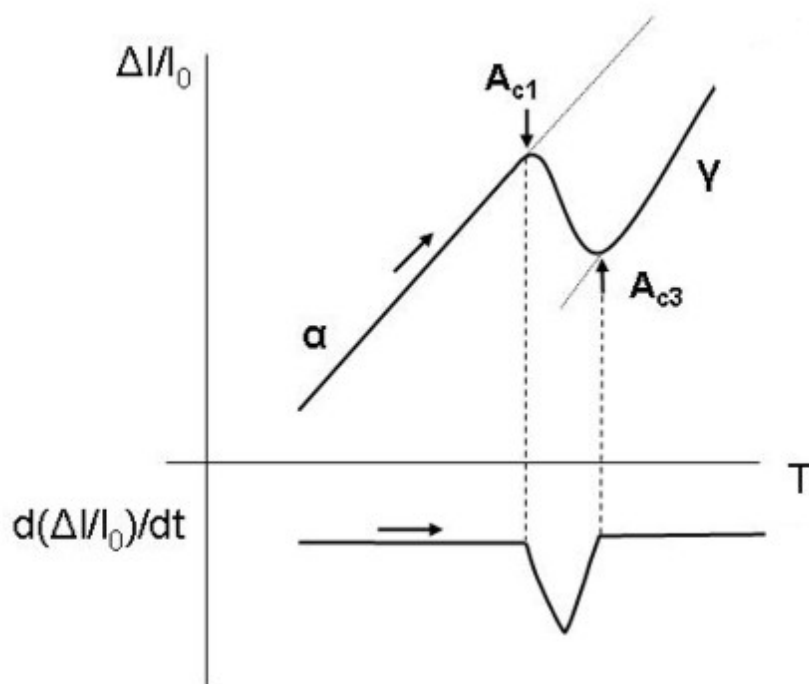


Figura 38: Curva dilatométrica y curva derivada de la misma, representando la transformación de ferrita (α) a austenita (γ).

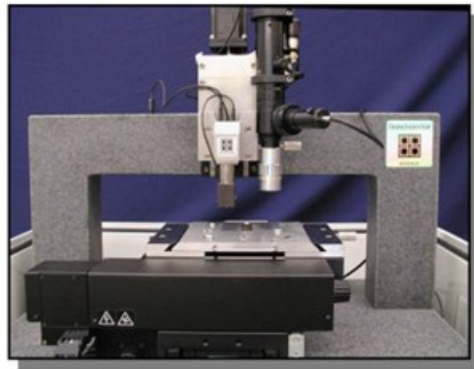
4.7.1. Macro dureza

Los métodos convencionales de obtención del valor de dureza de un material se basan en la medida óptica de la huella residual que queda sobre la muestra después de aplicar sobre ella una carga normal. Dicha carga se aplica por medio de un indentador de diamante con una geometría piramidal (Vickers o Knoop). El valor de dureza para dicho material se calcula dividiendo la carga aplicada por el área de la huella residual. Las medidas con esta técnica han sido efectuadas con un durómetro Vickers Wolpert 401MVA y una carga de 1 kg.

4.7.2. Nanodureza

Una medida de indentación se convierte en nanoindentación cuando el tamaño de la huella residual es demasiado pequeña para ser resuelta con precisión mediante microscopía óptica. Esto sucede habitualmente en medidas de dureza de capas finas donde es necesario usar cargas muy bajas (décimas de mN) para evitar la influencia de substrato [92]. La medida de nanoindentación implica un registro continuo del desplazamiento del indentador (profundidad) y de la carga aplicada.

Las medidas de nanodureza se llevaron a cabo en el Max Planck Institut für Eisenforschung (MPIE) de Dusseldorf (Alemania) en el equipo TriboIndenter de Hysitron [93] (Figura 39). El instrumento consta de una plataforma XYZ y un dispositivo que combina un escáner piezoeléctrico (similar al caso de la microscopía atómica de fuerza) con un transductor y un indentador de diamante (tipo Berkovich). La plataforma XYZ se usa para posicionar la probeta debajo del escáner piezoeléctrico, que realiza un posicionamiento fino y que aproxima el indentador en la dirección normal. Al crear un voltaje en el transductor, el indentador entra en contacto con la superficie de la probeta. Se aplica una carga incremental y se registra la penetración del diamante dentro de la superficie.



(a)



(b)

Figura 39: (a) TriboIndenter de Hysitron y (b) aislamiento térmico y acústico del equipo mediante una cubierta protectora.

CAPÍTULO IV

Estudio y caracterización de los factores que determinan la recristalización en aceros bajos en carbono

En este capítulo se presentarán los resultados más importantes del estudio de la recristalización en los aceros ferríticos. En el primer apartado se estudiará detalladamente la influencia de cada uno de los parámetros fundamentales (la composición química, la deformación en frío, la temperatura de bobinado y las condiciones del recocido) sobre el comportamiento del material al recristalizar. Este estudio se efectuará mediante varias técnicas complementarias, como metalografía, poder termoeléctrico, microscopía electrónica (MEB, MET, ECC y EBSD), macrodureza, nanodureza y difracción de rayos X.

Los conocimientos adquiridos al realizar este estudio se aplicarán en los siguientes apartados para crear un modelo de la cinética de recristalización, que supone una mejora con respecto a los modelos existentes. El desarrollo del modelo tiene lugar en dos etapas diferentes: primero se modeliza la recristalización en un acero plenamente ferrítico. Posteriormente se amplía este modelo con el fin de incluir la influencia de partículas gruesas de cementita.

5. Predicción teórica de la evolución de las fases. MTDATA

Antes de empezar a estudiar en detalle la presencia de las diferentes fases en los aceros objeto de este trabajo es interesante hacer un cálculo previo que prediga las fases que van a aparecer en el material y el intervalo de temperaturas donde existen. Para ello se ha aplicado el paquete termodinámico MTDATA [94]. Como ejemplo de este estudio se muestra la evolución de las fases en los aceros A (Figura 40) y C (Figura 41).

Se observa claramente la disolución de la cementita y posteriormente la transformación de la ferrita en austenita. Asimismo se puede ver la dependencia de estos procesos con el contenido en carbono: dado que la solubilidad del

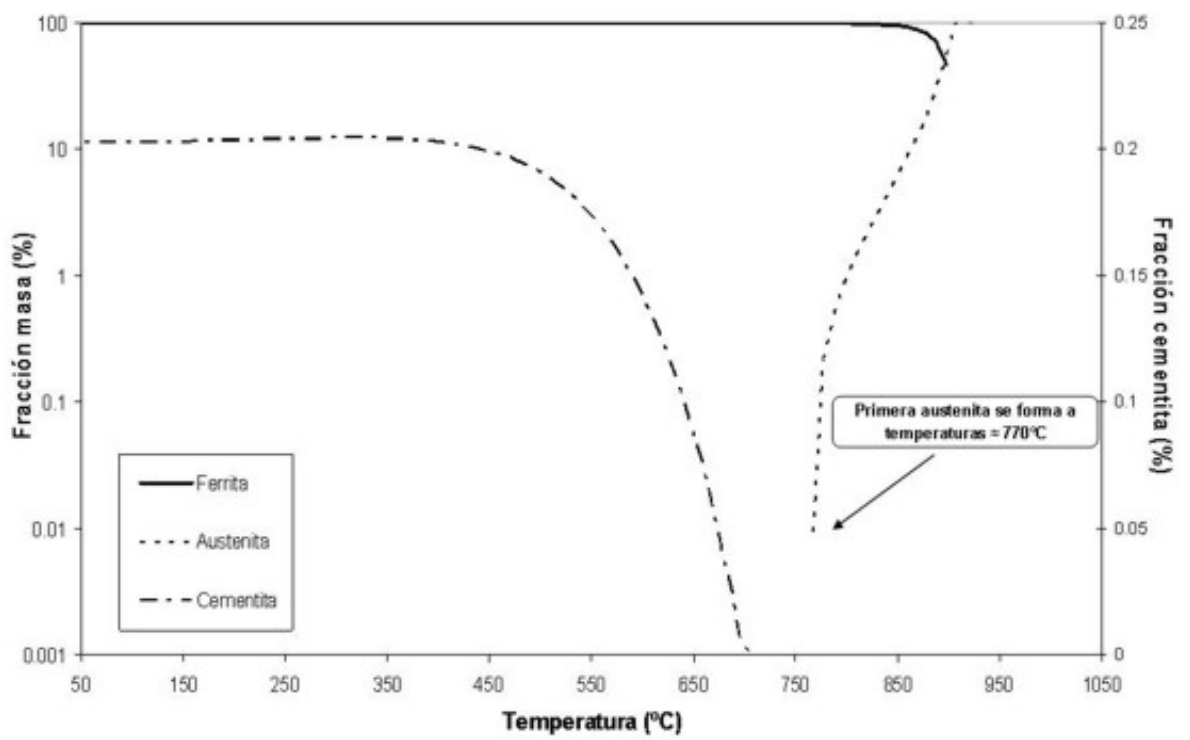


Figura 40: Evolución de las fases en el acero A. Cálculo con MTDATA.

carbono es mayor en la austenita que en la ferrita, la transformación austenítica ocurre a temperaturas más bajas para una concentración mayor del carbono.

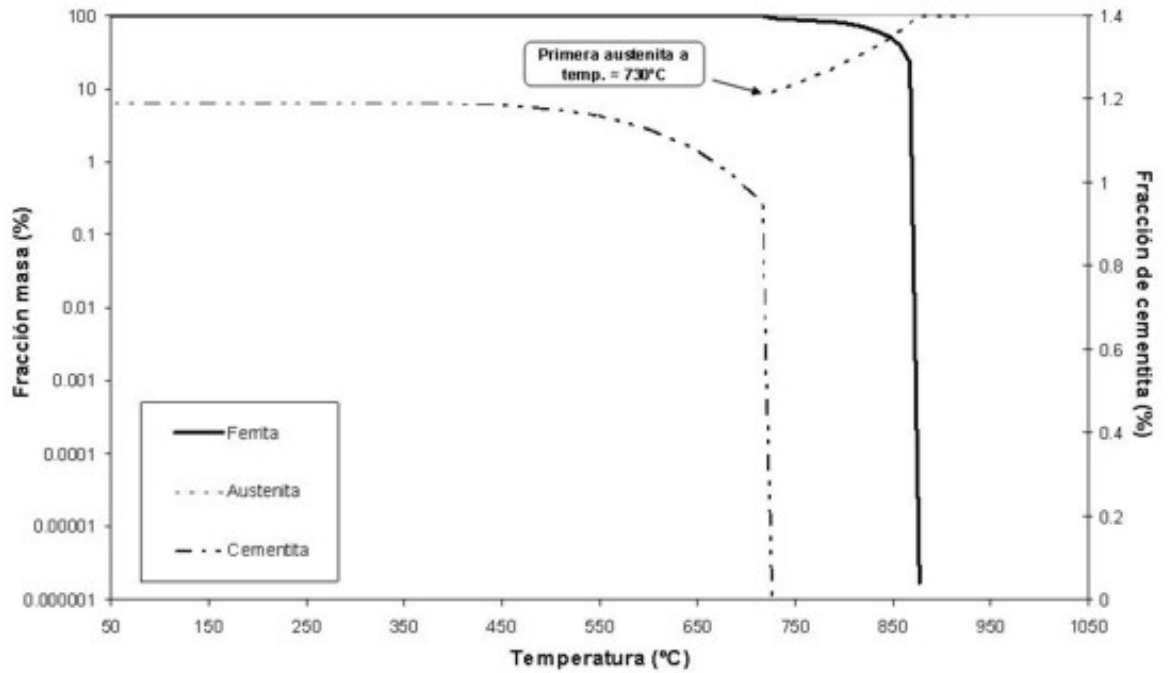


Figura 41: Evolución de las fases en el acero C. Cálculo con MTDATA.

Por último se ha utilizado el mismo paquete termodinámico para calcular la evolución del carbono en ambas fases (ferrita y austenita) durante el calentamiento. Éste se representa, para el caso del acero C, en la Figura 42.

En esta figura se puede seguir perfectamente los diferentes procesos (disolución de la cementita, formación de la austenita,...) mediante la evolución del carbono.

6. Estado deformado, parcialmente recristalizado y recristalizado

El estado del material tras la deformación se caracteriza por unos granos alargados cuyo eje principal es paralelo a la dirección de laminación, como

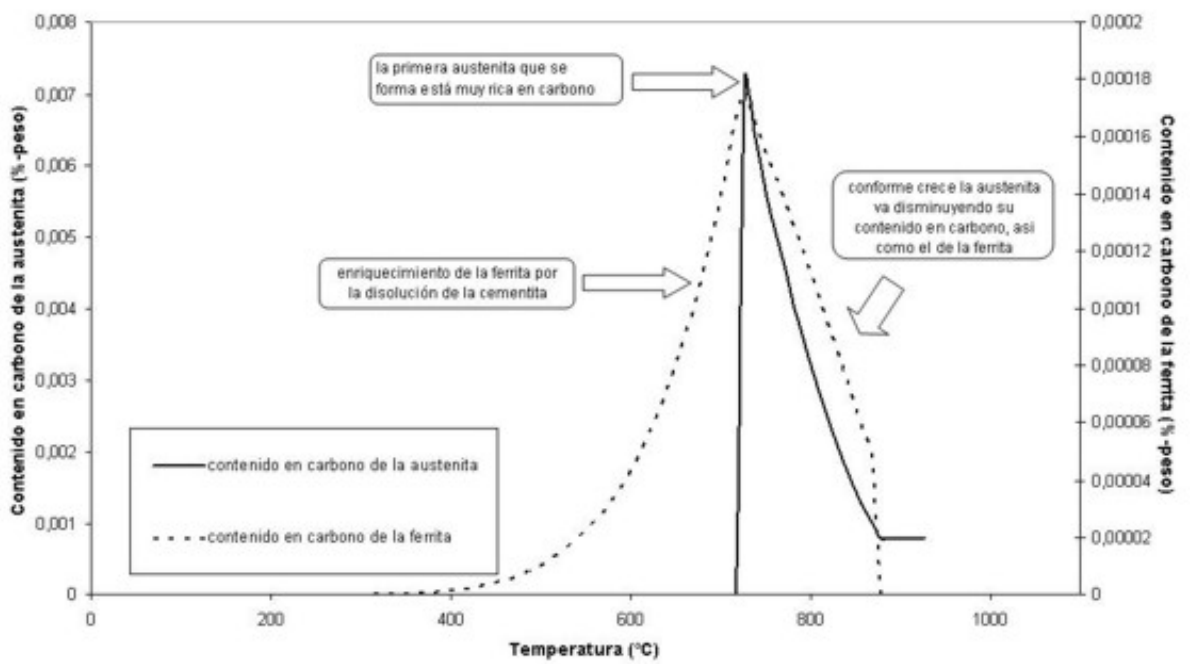


Figura 42: Evolución del carbono en las fases ferríticas y austeníticas en el acero C.

se muestra en la Figura 43. El método de ataque elegido para revelar la microestructura fue, en este caso, el de nital 2 %, ya que permite revelar con nitidez las fronteras de grano.

Se observa claramente que el patrón de deformación es similar en todos los casos, aunque se detectan pequeñas diferencias, p.ej. comparando el acero A (a) con F (f). Estas diferencias, y las consiguientes modificaciones en los procesos de restauración y recristalización, se explicarán en las siguientes secciones.

En la Figura 44 se muestra la evolución temporal del acero A tratado a 620°C . Los granos deformados se diferencian claramente de los granos recristalizados. Mientras que los granos deformados se caracterizan por su forma alargada, los granos recristalizados tienen una morfología equiáxica. Los nuevos granos crecerán a expensas de regiones deformadas hasta ocupar todo el volumen del material. Se considera que a partir de ese momento la recristalización ha finalizado, y únicamente tendrá lugar el crecimiento del grano recristalizado.

7. Influencia de los parámetros fundamentales

7.1. Influencia de la temperatura de recocido

Como cabe esperar el proceso de recristalización se acelera a temperaturas de mantenimiento más altas. La Figura 45 muestra la evolución de la fracción recristalizada en el acero estándar a tres temperaturas diferentes del recocido. Es importante que la temperatura de recocido no alcance la temperatura A_1 (temperatura eutectoide), ya que a partir de esta temperatura se forma austenita en el material, lo que provoca cambios importantes en el desarrollo microestructural y de la textura. En este estudio se pretende analizar exclusivamente el efecto isotérmico del proceso de recocido, lo que significa que se aplica un calentamiento rápido (20°C/s) para llegar al tramo de mantenimiento isotérmico, y que después se temple la probeta hasta temperatura ambiente.

7.2. Influencia del grado de reducción en frío

Como se observa claramente en la Figura 46, una mayor deformación en frío aumenta la introducción de dislocaciones en el material, lo que lleva a una aceleración del proceso de recristalización en el material durante el recocido.

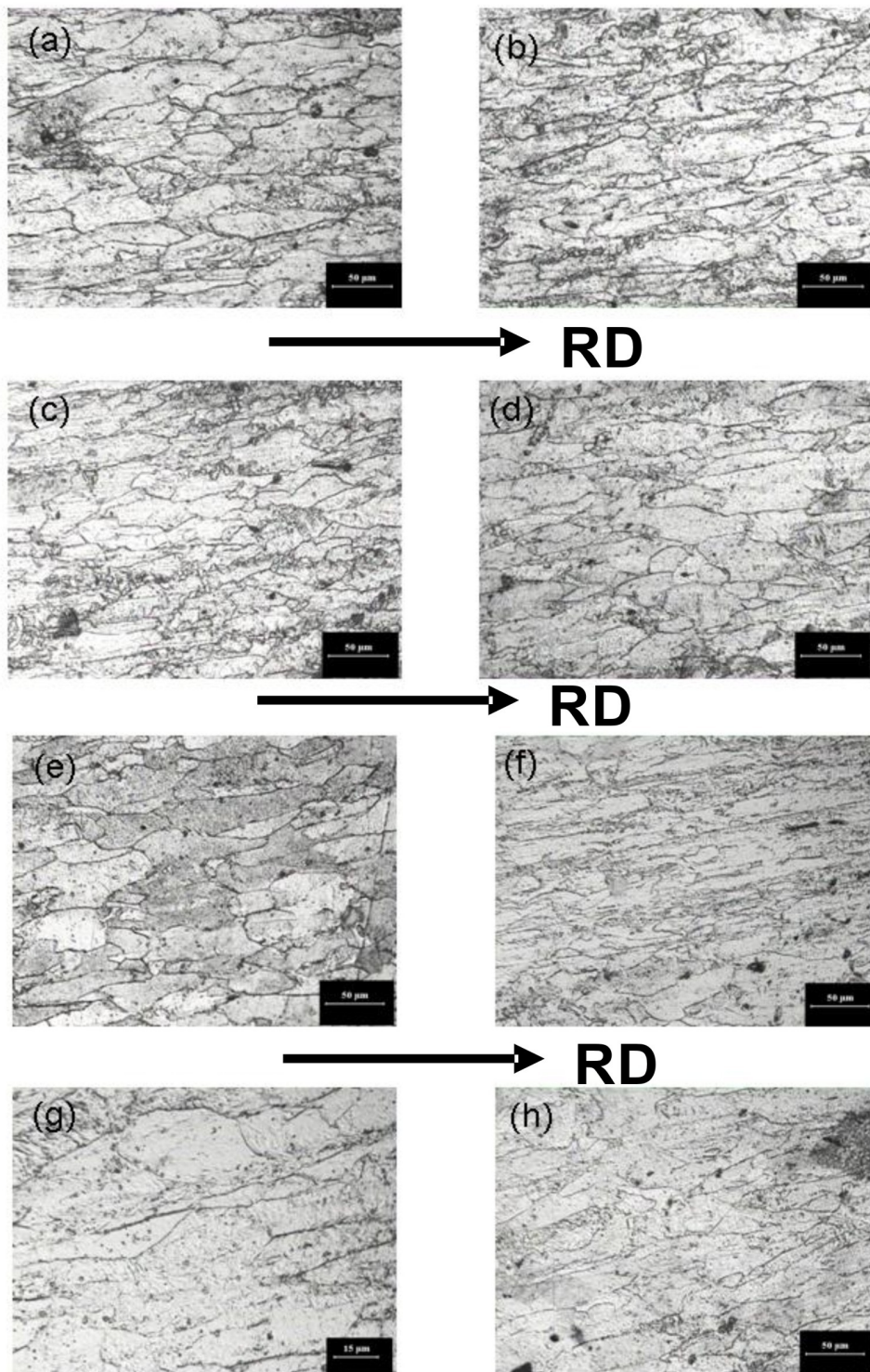


Figura 43: Micrografías del estado de recepción en los aceros (a) A, (b) B, (c) C, (d) D, (e) E, (f) F, (g) G y (h) H. Ataque con nital 2%.

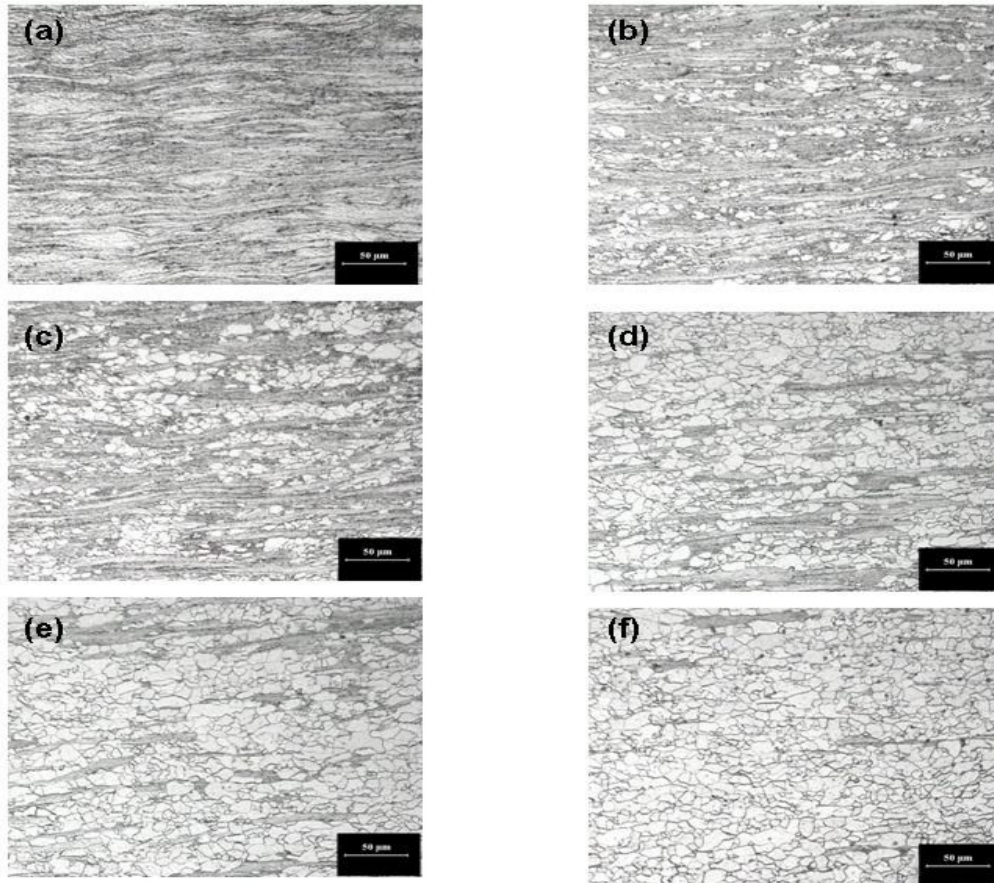


Figura 44: Evolución de la fracción recristalizada durante el recocido en el acero A a 620°C desde 3 s (a) hasta 18 s (f), en pasos de 3 s. Ataque con nital 2%.

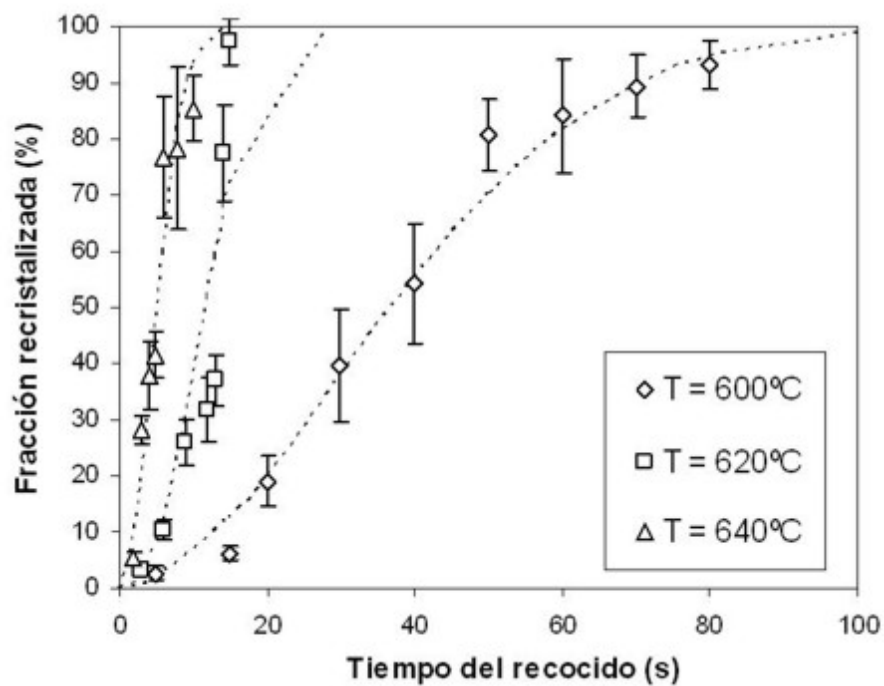


Figura 45: Evolución de la fracción recristalizada durante el recocido en el acero A a diferentes temperaturas de mantenimiento. Las líneas discontinuas representan la evolución teórica mediante una fórmula de tipo Avrami.

En esta figura se muestra el desplazamiento hacia tiempos de recristalización más cortos a medida que el porcentaje de reducción en frío es mayor (acero H en comparación con G).

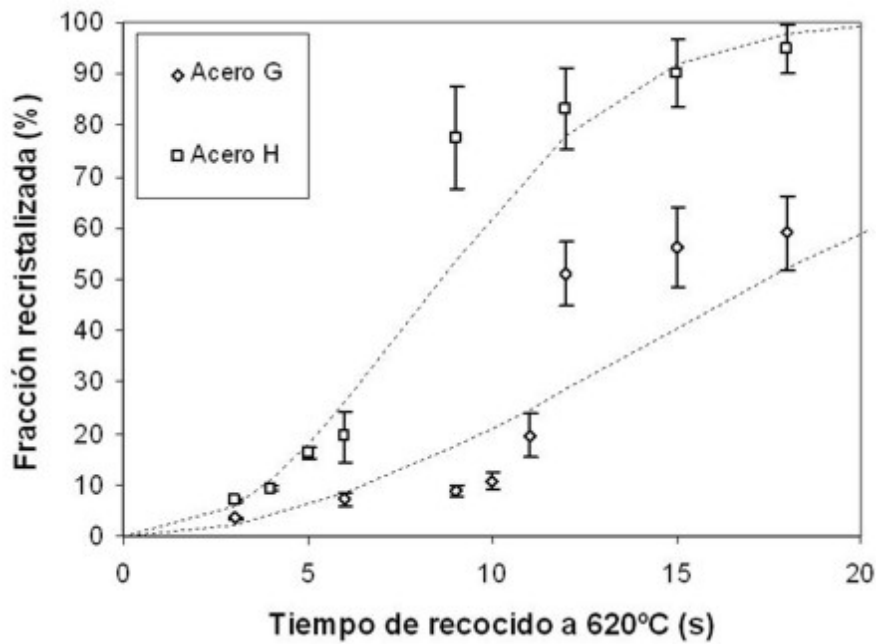


Figura 46: Evolución de la fracción recristalizada durante un recocido a 620°C en los aceros G (CR = 59%) y H (CR = 80%). Las líneas discontinuas representan la evolución teórica mediante una fórmula de tipo Avrami.

Además de la aceleración de la cinética a deformaciones más altas, para que se produzca la recristalización, es necesario que se alcance un porcentaje de reducción en frío mínimo. La temperatura de inicio de la recristalización disminuye a medida que aumenta el grado de deformación, manteniéndose prácticamente constante para los niveles más altos de reducción [7].

Por último se ha observado que una mayor deformación produce una intensificación de los componentes $\{111\}$ de la textura, lo que permite obtener un buen compromiso entre la anisotropía normal y la plana. Este tema se estudiará en la sección 9.

7.3. Influencia del contenido en carbono

Cuando se observa la evolución de la fracción recrystalizada en aceros con condiciones del tratamiento termomecánico similar y composición química idéntica, salvo el contenido en carbono (es decir, comparar los aceros A (con 0,014 %C) y C (con 0,08 %C)), se observa que el aumento del carbono acelera la recrystalización (Figura 47).

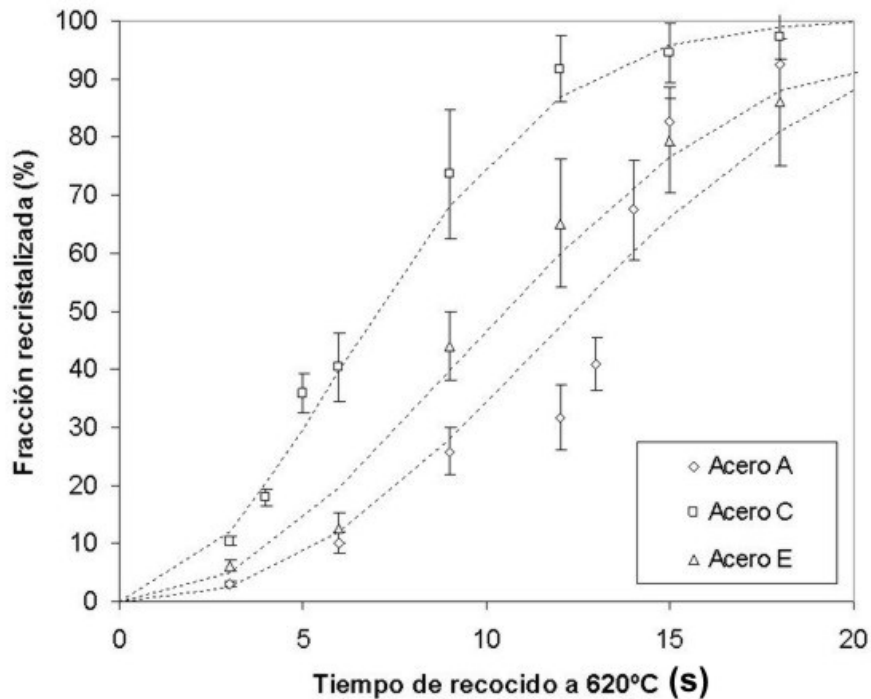


Figura 47: Evolución de la fracción recrystalizada durante un recocido a 620°C en los aceros A, C y E. Las líneas discontinuas representan la evolución teórica mediante una fórmula de tipo Avrami.

Tal y como se muestra en la Figura 48, la presencia de cementita puede ser la responsable de esta aceleración en la recrystalización.

La observación del material en FEG-MEB permite distinguir zonas ricas en cementita en el acero C (Figura 49).

Para entender cómo las partículas de cementita afectan a la recrystalización (Figura 47) se ha aplicado la técnica llamada *contraste por electrones dispersados* (ECC, según las siglas en inglés). Este método permite distinguir entre el grano deformado y el recrystalizado a nivel microscópico, debido a la

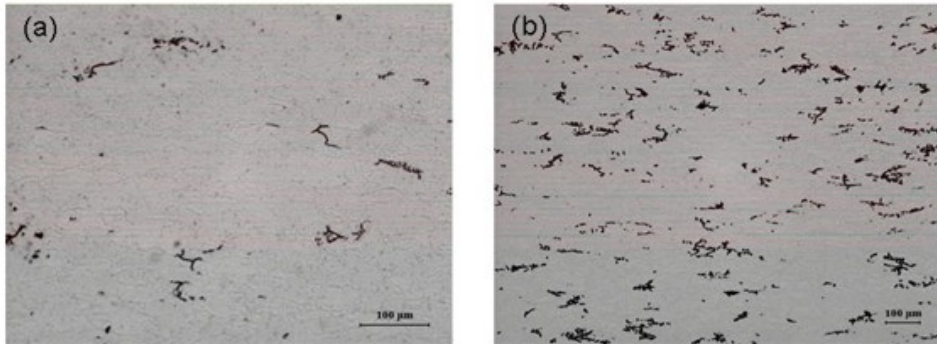


Figura 48: Micrografías de los aceros (a) A y (b) C en estado de recepción. Ataque con picral.

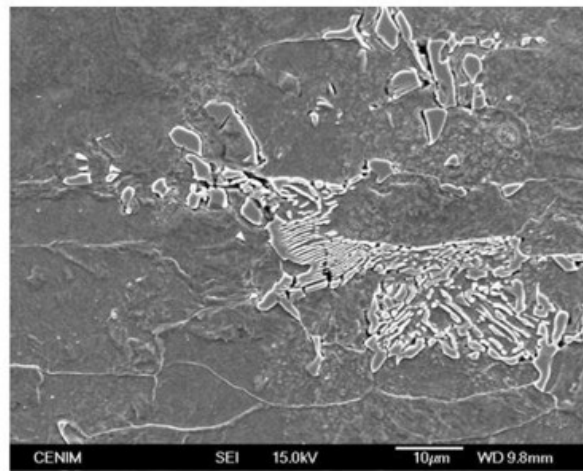


Figura 49: Micrografía mediante FEG-MEB de una zona en el acero C rica en cementita.

variación en la acumulación de subgranos, que produce una variación en la retrodispersión de electrones dentro de los granos deformados, lo que queda reflejado en los diferentes niveles de gris en un mismo grano. Por el contrario, en el caso de los granos recrystalizados la retrodispersión será mucho más uniforme, debido a la ausencia de subgranos en este caso.

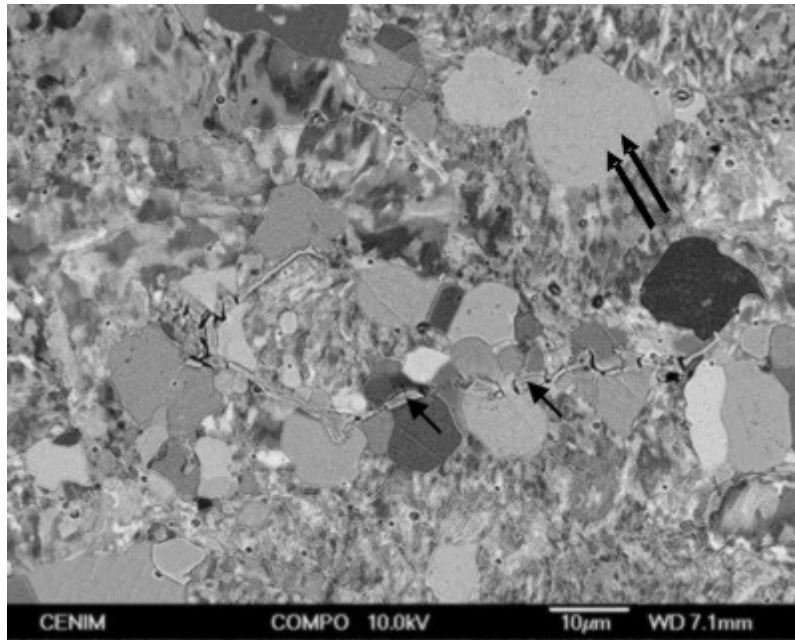


Figura 50: Micrografía de ECC en el FEG-MEB del acero C que muestra como granos nuevos nuclean alrededor de la cementita (indicado con flechas sencillas). En la parte superior de la foto se observan algunos granos nucleados en límites de grano (indicado con dobles flechas).

La micrografía en la Figura 50 muestra perfectamente el proceso de la Nucleación Inducida por Partículas (PSN). Se observa que la cementita es un lugar donde preferencialmente nuclean los nuevos granos, antes que en otros lugares del material (p.ej. fronteras de grano). Como se explicará más adelante este proceso viene provocado por la deformación adicional que caracteriza la zona colindante a las partículas. Este exceso de dislocaciones aumenta la fuerza motriz local para la recrystalización. Por tanto, un acero donde la presencia de cementita es más destacable recrystalizará antes que otro acero con menos cementita en condiciones idénticas.

7.4. Influencia de la temperatura de bobinado

Como se ha demostrado en la sección anterior, la diferencia en el contenido en carbono explica la aceleración de la recrystalización en el acero C en comparación con el acero estándar. Sin embargo, este parámetro no es capaz de explicar por qué la recrystalización ocurre más rápido en el acero E, que tiene una composición química idéntica a la del acero A (ver Figura 47). Los dos aceros se distinguen por la temperatura de bobinado, que en el caso del acero A es más alta que en el E. En la literatura [95] se ha estudiado en detalle este parámetro, y se ha observado que influye principalmente en el tiempo de inicio de la precipitación de cementita, y por tanto en el tamaño final de los precipitados. Para estudiar esta hipótesis se atacaron las probetas correspondientes a los aceros A y E con picral. La morfología de la cementita en el acero E (Figura 51) es completamente diferente a la del acero estándar (Figura 48). Mientras que la diferencia de morfología en los aceros A y C consiste fundamentalmente en la cantidad de las partículas presentes en la matriz, en el acero E se observan partículas finas de cementita precipitadas a lo largo del grano deformado.

La comparación de las micrografías permite dar una explicación para la aceleración de la recrystalización en el acero E: cuando la cementita se encuentra distribuida de manera más uniforme en el material (acero E), su influencia sobre la recrystalización es más destacable que cuando sólo hay unas cuantas partículas gruesas de manera aislada en el material (acero A). Por otra parte, se puede asumir que la deformación adicional inducida por las partículas, origen de la fuerza motriz adicional, es menor cuando la precipitación es más fina, lo que explica por qué la cinética de recrystalización es más rápida en el acero C que en el acero E.

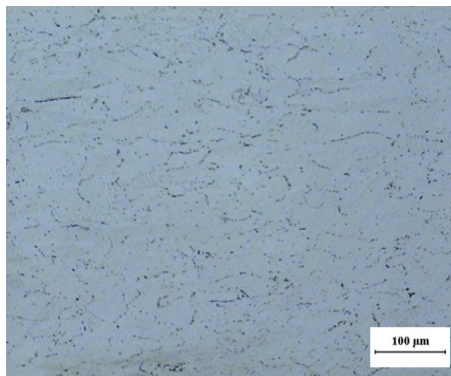


Figura 51: Ataque con picral del acero E en estado de recepción.

Estas hipótesis se verificarán más adelante mediante la técnica de nanodureza, que permite medir la diferencia de la dureza (relacionada con el gradiente de las dislocaciones) en zonas cercanas a las partículas y en la matriz ferrítica. Esta técnica también permitirá explicar por qué la diferencia de la velocidad de recristalización entre los aceros A y E disminuye a fracciones altas del volumen recristalizado. Esta observación está relacionada con el campo de deformación adicional alrededor de la cementita: una vez que el grano nucleado cerca de la cementita tiene un tamaño que supera el diámetro del campo de deformación adicional, el grano crecerá con la misma velocidad que un grano nucleado en una frontera de grano, y se habrá consumido la fuerza motriz adicional.

7.5. Influencia de elementos aleantes

Antes de continuar es útil detenerse brevemente en el efecto de la adición de elementos microaleantes al acero. La composición química es un parámetro fundamental en el diseño de aceros de excelentes propiedades de embutición profunda (DDQ). En los últimos años se han dedicado muchos esfuerzos al diseño composicional del acero, p.ej. para el desarrollo de aceros libres de intersticiales (IF) o aceros microaleados de alta resistencia (HSLA). Aunque en el presente trabajo se estudiarán principalmente aceros con bajo contenido en Mn, P, Nb, Ti y V es interesante comentar concisamente la influencia de estos elementos, con el fin de determinar de forma precisa los parámetros más relevantes para la posterior modelización de la recristalización.

7.5.1. Influencia de Mn, P

Como se observa en la Figura 52, la presencia de elementos como Mn y P en solución sólida retrasa la recristalización, debido al proceso de *arrastré de solutos*: la segregación de estos elementos en las fronteras de grano obstaculiza la migración de las mismas, lo que provoca una disminución de la velocidad de recristalización⁶. Además, estos elementos llevan a un endurecimiento considerable del material.

Los elementos en solución sólida no solamente retardan la migración de fronteras de grano considerablemente debido al arrastre de soluto [17], sino que pueden además retrasar la recristalización mediante la formación de dipolos C-Mn (ver sección 2.3.1) o la precipitación de partículas. Como estos procesos ya han sido estudiados en detalle en la literatura (p.ej. [96–99]), no se profundizará en este tema en el presente trabajo.

⁶El marco matemático más utilizado en la actualidad para incluir este efecto en la modelización de la recristalización es el llamado *modelo CLS*.

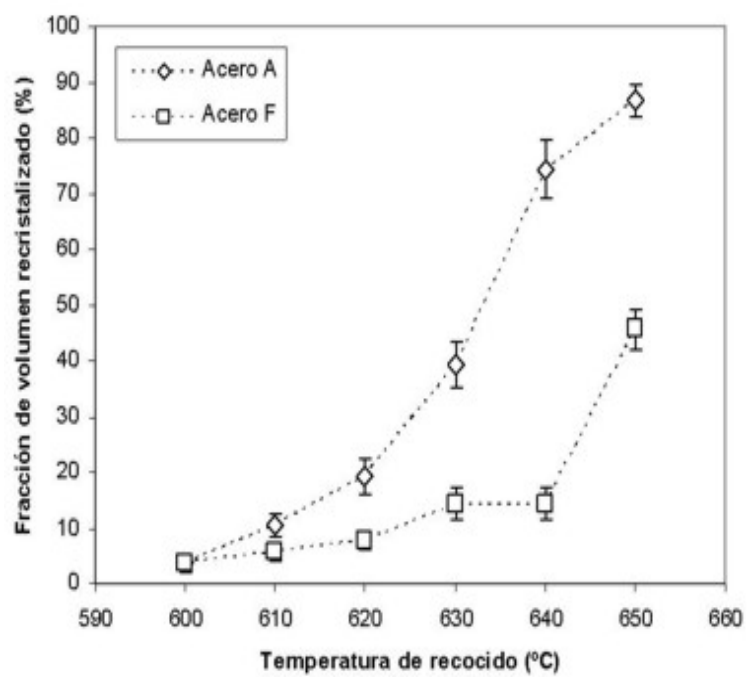


Figura 52: Fracción de volumen recrystalizado en los aceros A (0,19 % Mn y 0,007 % P) y F (0,37 % Mn y 0,043 % P). Tiempo de mantenimiento: 10 s.

7.5.2. Influencia de Ti, Nb, V

En la sección anterior se comentó el efecto de un soluto sobre la migración de las fronteras de grano. Por otra parte, una distribución de partículas incoherentes también ejerce una influencia notable sobre el movimiento de los granos. Las partículas pequeñas precipitadas en los límites de grano se oponen a cualquier movimiento de los mismos, y de esta manera se dificulta, de nuevo, la recristalización. Zener [100] demostró que esta *presión de pinzamiento* es inversamente proporcional al tamaño de la partícula. En la Figura 53 se ve cómo la recristalización es mucho más lenta en aquellos aceros que tienen elementos formadores de partículas finas, como Nb, V y Ti.

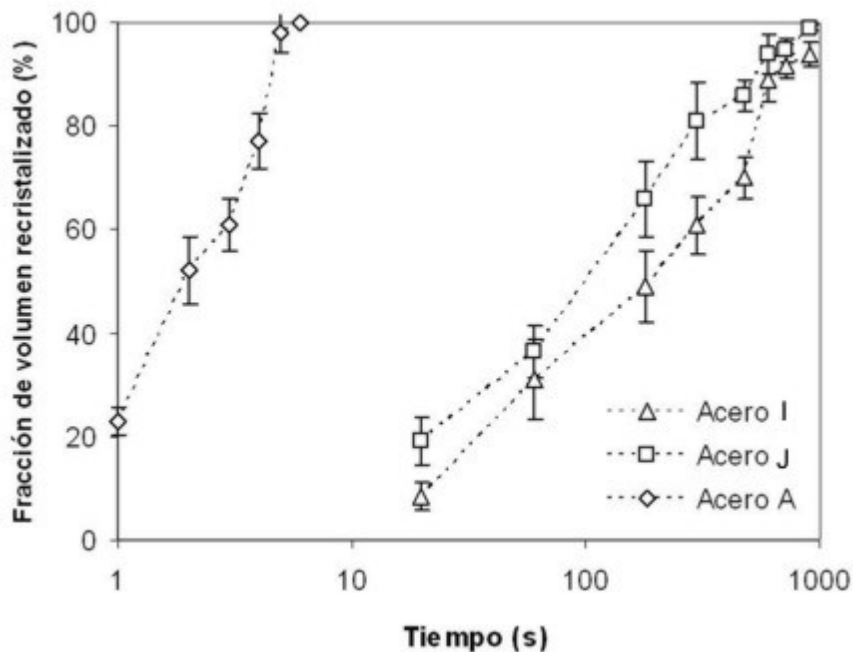


Figura 53: Fracción de volumen recristalizado en los aceros estabilizados con Nb, V, Ti (acero I) y con Nb y V (acero J) comparado con el acero de referencia (acero A). Temperatura de mantenimiento: 700°C. La alta temperatura de recocido da lugar a una recristalización casi instantánea de los aceros sin microaleantes.

En efecto, se trata de elementos que forman carburos y nitruros con muchísima facilidad, incluso a concentraciones bajas. Estas partículas refuerzan el metal pero a su vez provocan un retraso del proceso de recristalización, tanto

estática como dinámica [101–103]. Sin embargo, para aplicaciones de embu-
tición profunda no se suele recurrir a microaleantes de este tipo, por lo que
el estudio más detallado de la influencia e interacción de estos elementos no
formará parte del presente trabajo.

CAPÍTULO V

Evolución de la recristalización durante el recocido

8. Evolución de la microestructura durante el recocido: Técnica de macrodureza

La fracción recristalizada se puede calcular analizando la caída de las medidas relativas de dureza Vickers (HV) de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$X(T) = \frac{HV_0 - HV_T}{HV_0 - HV_{min}}$$

donde HV_0 es la medida de dureza justo antes de que se inicie la recristalización, HV_{min} es el valor mínimo de dureza registrado (100 % recristalización), y HV_T es el valor de dureza obtenido a la temperatura de estudio. En la práctica es difícil establecer la temperatura donde acaba la restauración y empieza la recristalización ya que ambos procesos tienden a solaparse. El valor experimental de HV_0 es, por tanto, una medida imprecisa. Por ello, a partir de las barras de error de las durezas determinadas HV_0 , HV_T y HV_{min} se obtiene, a cada temperatura, un intervalo de valores de la fracción recristalizada, $X(T)$, que se representa en la Figura 54 mediante la franja comprendida entre las líneas discontinuas.

9. Evolución de la macrotextura durante la recristalización: Difracción de Rayos X

La macrotextura del acero deformado es el resultado de las diferentes etapas termomecánicas. En general, en aceros bcc la influencia de parámetros como el tamaño de grano en la banda caliente y el número de pasadas en el laminador caliente es mucho menor que la de la deformación en frío [104].

Para interpretar la evolución de la textura en estos aceros se puede recurrir al esquema de la Figura 55. En esta última se relaciona el tipo de textura con el mecanismo de nucleación: procesos que involucran el crecimiento anormal de subgranos (SIBM) darán lugar a núcleos de baja energía almacenada, mientras que núcleos originados en bandas de deformación tendrán orientaciones

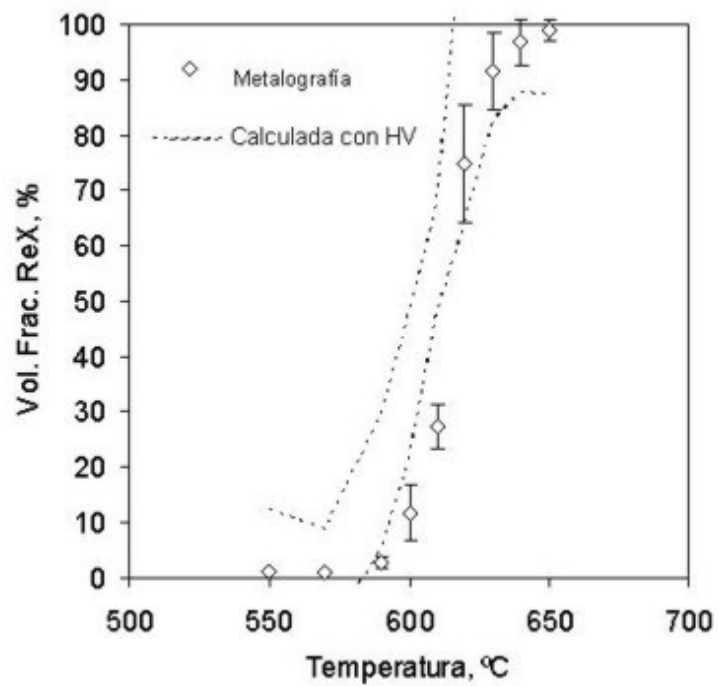


Figura 54: Evolución de la fracción recristalizada del acero F con la temperatura de recocido determinada por medidas de dureza y análisis metalográfico con ataque con nital 2%. Tiempo de mantenimiento: 10 s.

concentradas alrededor del componente Goss [105,106]. Como se ha comentado anteriormente, el mecanismo de nucleación por coalescencia de subgranos producirá granos recristalizados pertenecientes a la fibra γ (nucleación de alta energía), mientras que la nucleación alrededor de la cementita (PSN) dará lugar a granos con orientaciones aleatorias.

En las Figuras 56, 57 y 58 se representan respectivamente las ODF de los aceros A, C, E, G y H en estado de recepción (es decir, deformados en frío). En el presente caso se observa que las texturas deformadas pueden aproximarse como la suma de todas las orientaciones $\langle 111 \rangle \parallel DN$ (fibra γ) y de la fibra parcial caracterizada por $\langle 111 \rangle \parallel DL$, que tiene una dispersión de orientaciones desde $\{001\}$ hasta el componente $\{111\}$ paralelos al plano de laminación (fibra α).

Durante la recristalización desaparece la fibra α y tiene lugar una concentración de las orientaciones alrededor de la fibra γ , por lo que podrán desprejarse los mecanismos de baja energía y bandas de deformación. Esta intensificación de la fibra $\{111\}$ aumenta con el grado de deformación, como se puede apreciar en la Figura 58.

Sin embargo, debido a que la nucleación de granos alrededor de la cementita provoca granos recristalizados con texturas aleatorias, un mayor peso del proceso de PSN provocará una reducción en la intensidad de la fibra γ . En el caso del acero E, es decir, el acero con precipitados finos de cementita debido a la baja temperatura de bobinado, se observa que la textura final es ligeramente más débil que en los aceros A y C. Esto está probablemente causado por la nucleación en dichas partículas, ya que la nucleación de granos con orientaciones aleatorias será mayor en este acero.

Sin embargo, al comparar las Figuras 56 y 57 se observa claramente que la disminución de la intensidad de la fibra γ por la influencia de la cementita es mayor en el acero con precipitación más fina (acero E) que en el acero con precipitados más gruesos (acero C). Este fenómeno está relacionado con el solapamiento de los granos recristalizados: en el acero C la densidad de partículas es pequeña, por lo que muchos granos de orientación aleatoria se concentrarán alrededor de las pocas partículas presentes. Al solaparse estos granos su fracción total en el material recristalizado será más baja que en el caso del acero donde las partículas tienen una densidad mucho mayor (acero E). Esta diferencia se estudiará con más detalle en la siguiente sección.

De estas medidas se puede concluir que en los presentes aceros sólo hay dos tipos de nucleación: la que resulta en granos recristalizados pertenecientes a la fibra γ y los que tienen una orientación aleatorias, debido a la nucleación alrededor de la cementita.

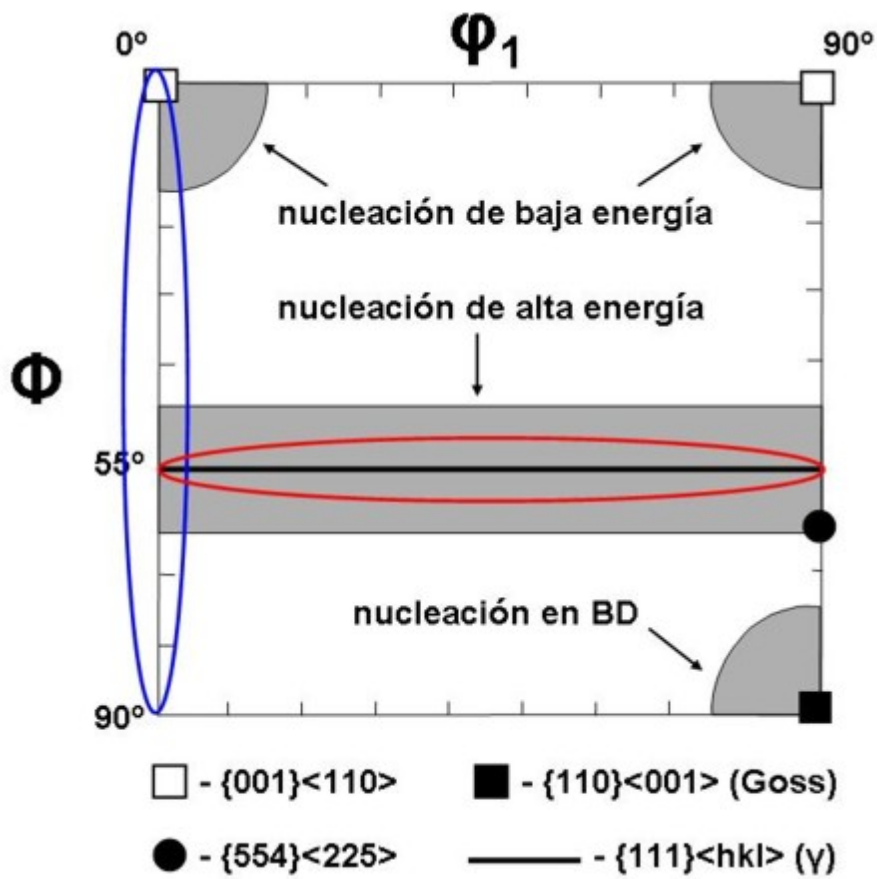


Figura 55: Principales orientaciones y mecanismos de nucleación asociados. BD=Bandas de deformación. Las fibras α y γ se señalan con un círculo azul y rojo, respectivamente. Tradicionalmente se considera que el componente idóneo para la embutición profunda se sitúa 5° por debajo de la fibra γ , en el componente $\{554\}\langle 225 \rangle$.

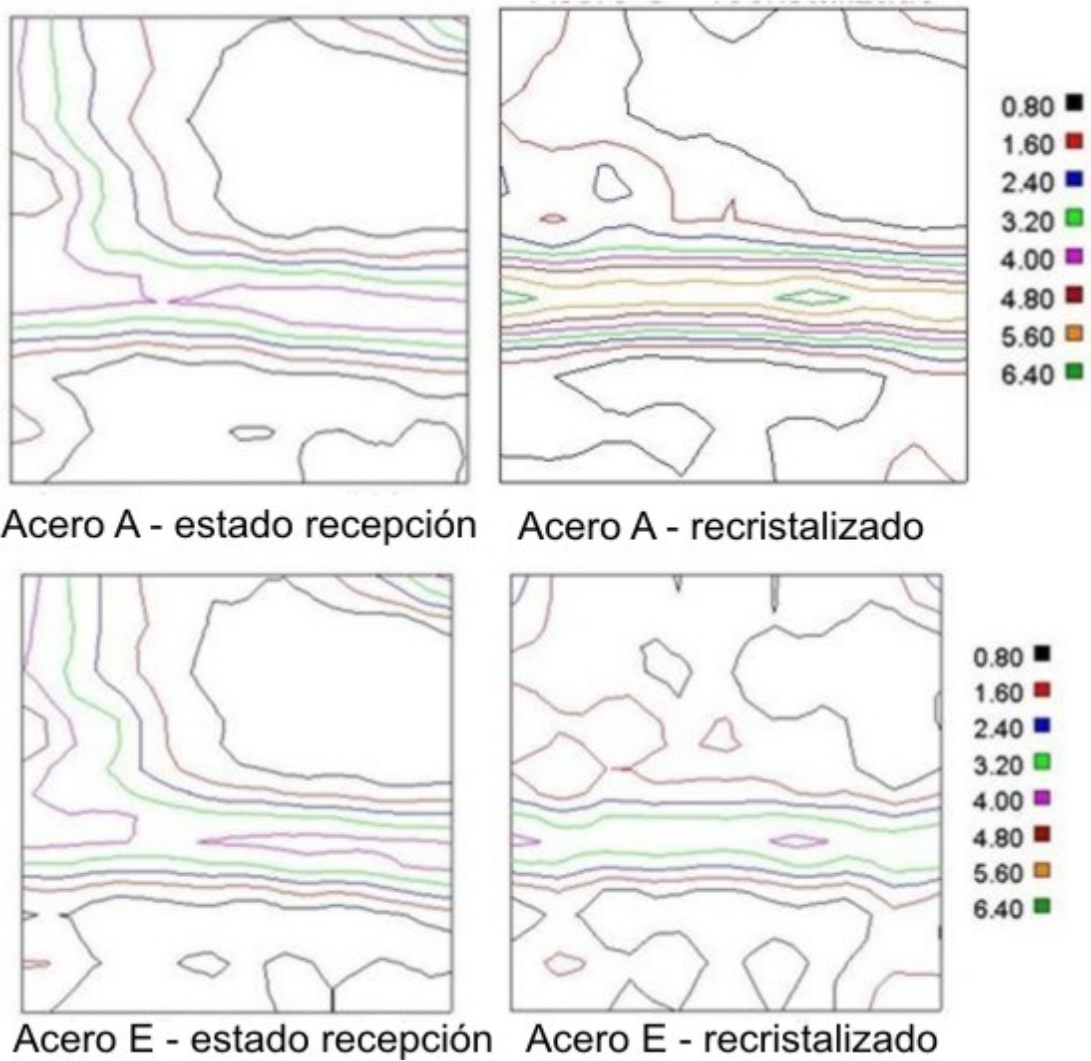


Figura 56: Macrotectura de los aceros A y E en estado deformado y recristalizado, con la escala de intensidades (x aleatorio) según la Figura 55

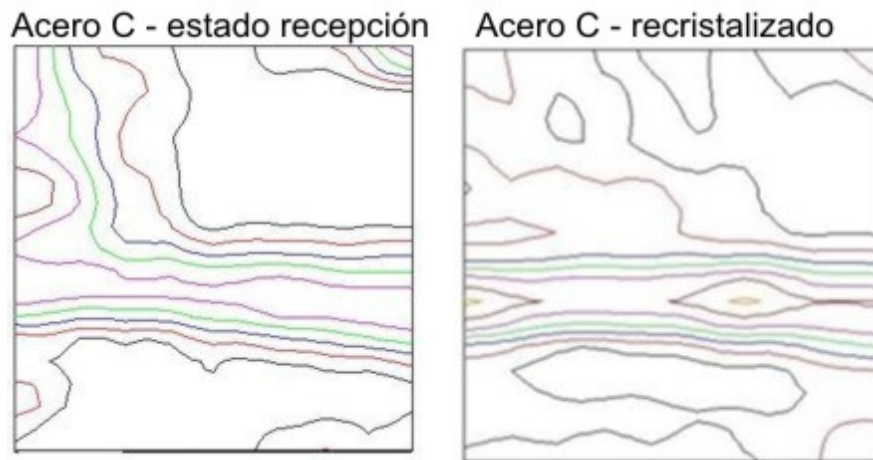


Figura 57: Macrotextura del acero C en estado deformado y recristalizado. La escala es idéntica a la de la Figura 56.

10. Evolución de la microtextura durante la recristalización: EBSD

10.1. Desorientaciones

La técnica de EBSD permite verificar algunas hipótesis fundamentales que se utilizan en cualquier estudio de recristalización. La propia definición del grano recristalizado, por ejemplo, se suele hacer en función de dos parámetros: la ausencia de subgranos en el interior del grano y la gran desorientación con respecto a los granos circundantes. Un grano recristalizado se considera aquél que no tiene una subestructura clara en su interior (es decir, las desorientaciones interiores no ascienden a 5°) y cuyas fronteras de grano tienen una desorientación grande (típicamente 15° , aunque algunos autores trabajan con 20°) con los granos en el alrededor. Estas desorientaciones grandes entre granos adyacentes permiten que las fronteras tengan una gran movilidad de crecimiento [107].

En la Figura 59 se observa claramente que en las zonas deformadas existe un gran número de desorientaciones pequeñas, incluso en el interior del grano deformado, mientras que las zonas recristalizadas contienen fronteras de ángulo alto. Se observa asimismo la subestructura en el interior de los granos deformados (subgranos). A efectos prácticos se suele introducir una condición extra a la hora de definir el grano recristalizado: tiene que tener un

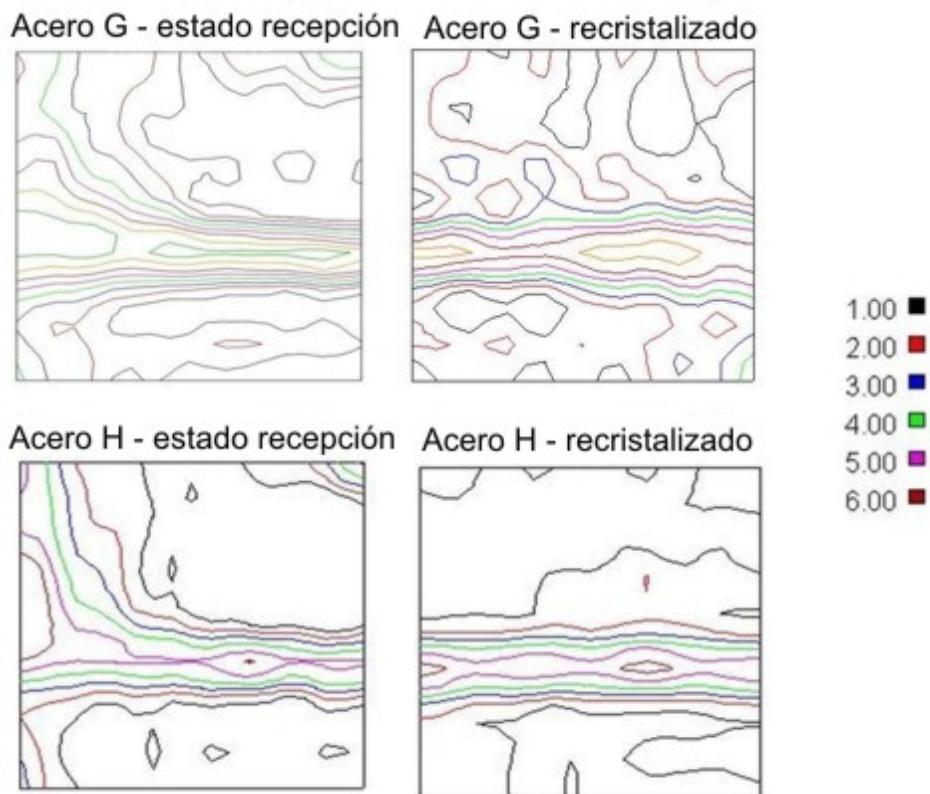


Figura 58: Macrotextura de los aceros G y H en estado deformado y recristalizado, con la escala de intensidades (x aleatorio). La escala es idéntica a la de la Figura 56.

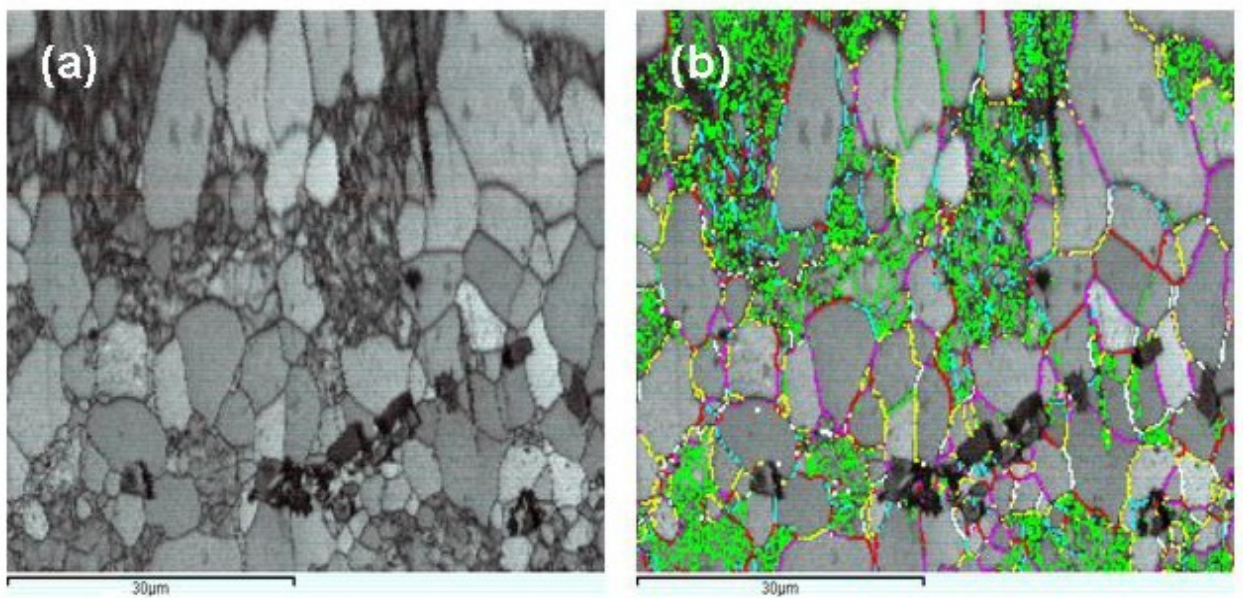


Figura 59: (a) Mapa de Imagen de calidad (IQ) y (b) mapa de las desorientaciones, en las que se observan claramente las desorientaciones pequeñas (verde) y grandes (otros colores). Se observa asimismo la presencia de partículas de cementita.

tamaño mínimo, típicamente $1\ \mu\text{m}$. Como es de esperar se observa también que la diferencia entre granos deformados y recristalizados se refleja en una diferente calidad de imagen: cuanto más deformado está un material más distorsionada la matriz por la gran cantidad de dislocaciones acumuladas, peor es la calidad de los electrones retrodispersados. Las partículas de cementita se distinguen claramente por su color negro.

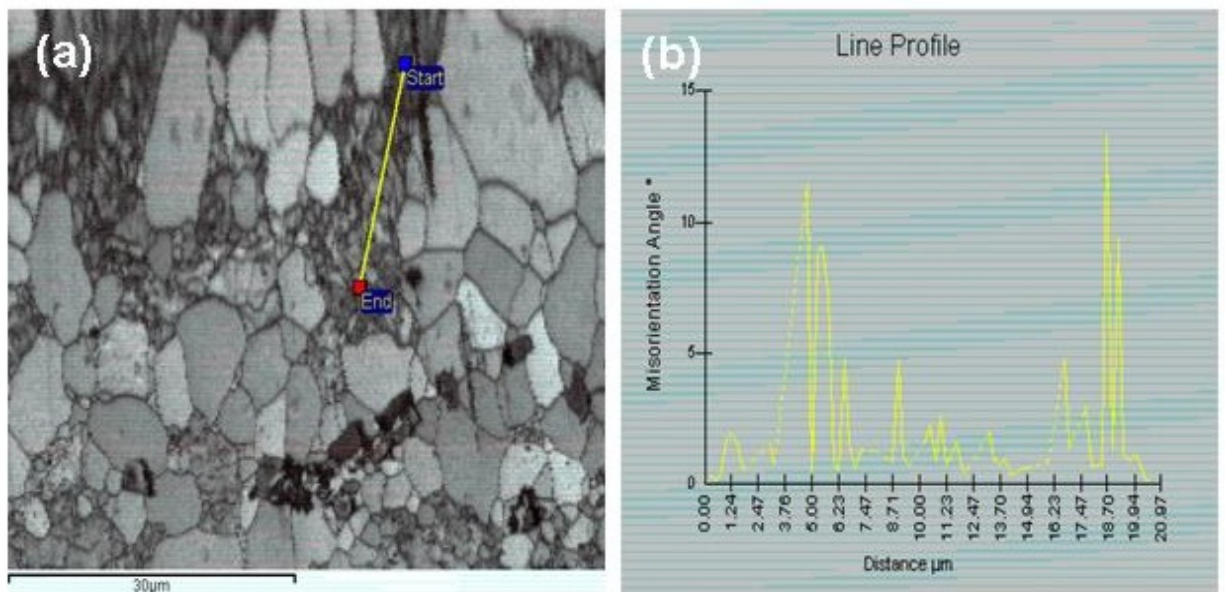


Figura 60: Perfil de desorientaciones en la zona deformada (desorientación relativa al píxel anterior).

En la Figura 60 se observa cómo dentro de un mismo grano deformado existen desorientaciones pequeñas, mientras que en el caso de los granos recristalizados sólo se observan fronteras de ángulo alto, que tienen una movilidad elevada (Figura 61).

10.2. Textura alrededor de la cementita

El estudio de las orientaciones cristalográficas permite simplificar el complejo proceso de las variaciones e interacciones de la textura según el siguiente esquema. En el estado deformado existen dos tipos principales de textura, pertenecientes a las fibras α y γ . Los granos nuclean en las fronteras de grano y tienen una orientación preferente de tipo γ . Estos nuevos granos, que nuclean preferentemente en las zonas deformadas de γ , irán primero

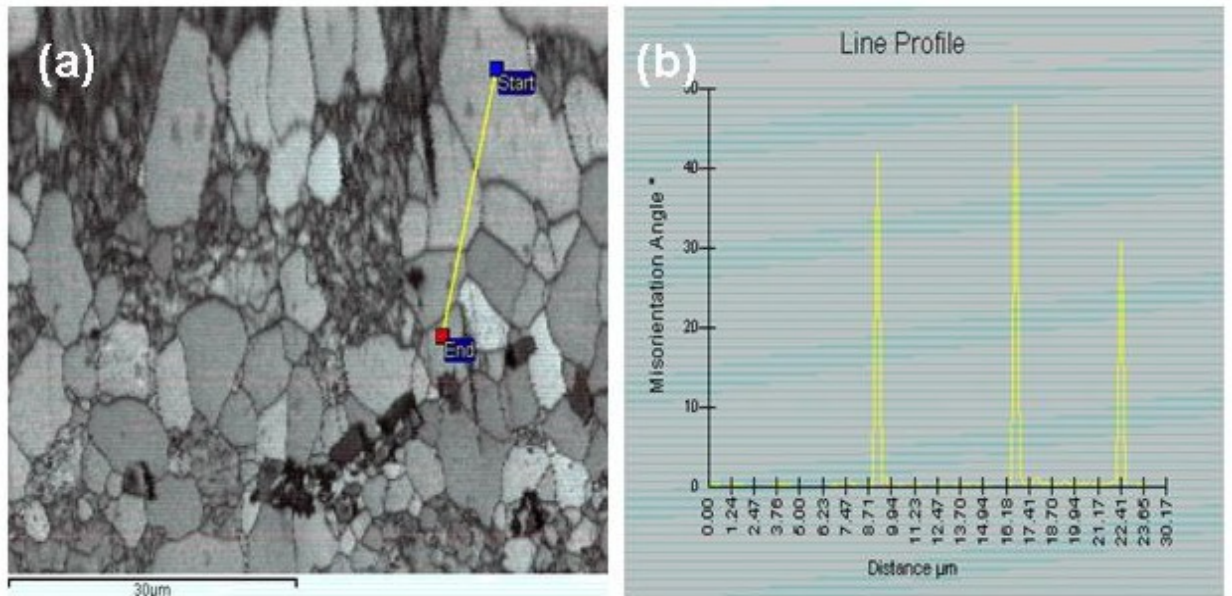


Figura 61: Perfil de desorientaciones en la zona recristalizada (desorientación relativa al píxel anterior).

consumiendo los granos deformados γ y luego los demás granos. Sin embargo, sólo se trata de una aproximación, ya que la cantidad de orientaciones que no pertenecen a ninguna de las dos fibras puede llegar al 30 % en el estado deformado [108].

Como ejemplo se muestra la microtextura del acero C (fracción de volumen recristalizado \approx 35 %) en la Figura 62. Se observa que las zonas deformadas tienen una textura mayoritariamente de tipo γ (en la imagen de color azul). Los granos recristalizados presentan una mayor variedad de orientaciones, desde una textura cercana a $\langle 111 \rangle \{001\}$ (textura cubo) a granos pertenecientes a la fibra γ .

En la Figura 63 se observa de nuevo cómo existen dos grupos de granos recristalizados: los de tipo γ (nucleados en bordes de granos deformados, que a su vez tienen la orientación preferente de γ) y los granos aleatorios que tienen su origen en la zona deformada alrededor de la cementita. En los aceros estudiados con menos cementita (aceros A, G, H) el peso que tienen los granos de la fibra γ es aún mayor y el mapa de orientaciones del material recristalizado es casi completamente azul.

Esto se observa en la Figura 64, donde casi todos los granos recristalizados tienen una orientación cercana a la de $\{111\}$.

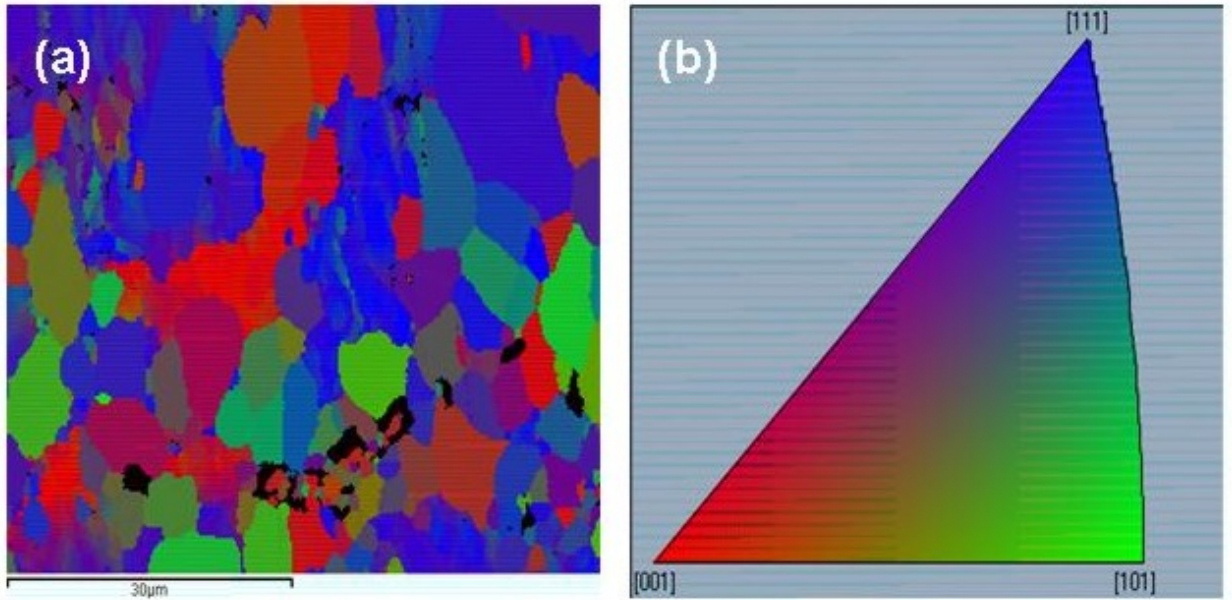


Figura 62: (a) Mapa de orientaciones del acero C y (b) Código de colores.

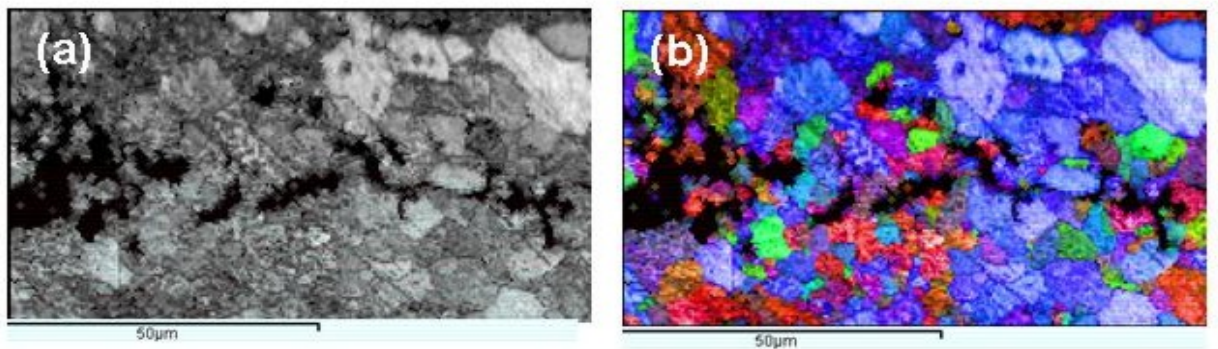


Figura 63: (a) Mapa de calidad de imagen y (b) Micro-textura del acero C (fracción de volumen recristalizado $\approx 74\%$).

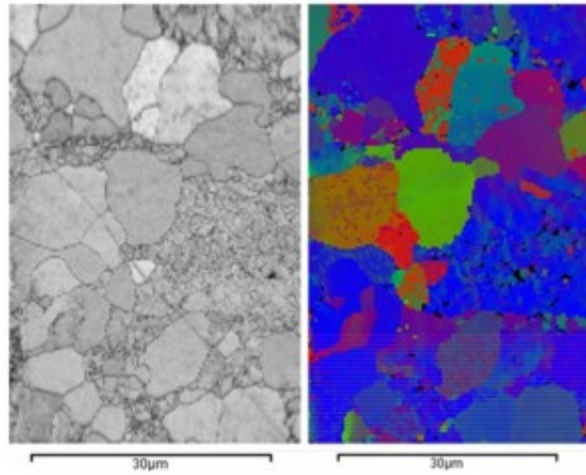


Figura 64: (a) Mapa de calidad de imagen y (b) micro-textura del acero B (fracción de volumen recristalizado $\approx 75\%$).

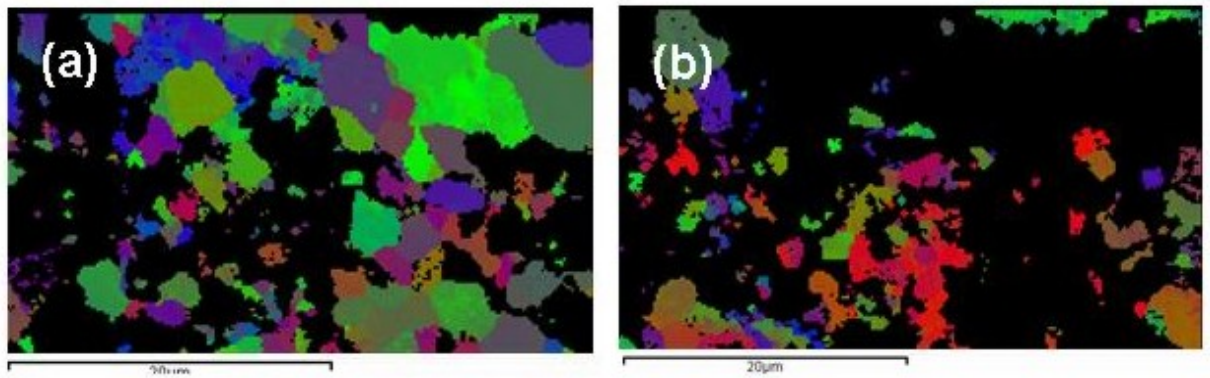


Figura 65: (a) Mapa de orientaciones cercanas a $\{111\}$ y (b) próximas a $\{001\}$ del acero C.

Sería interesante estudiar qué granos nucleados alrededor de la cementita tienen ventaja a la hora de crecer, es decir, qué orientaciones crecen preferencialmente dentro de la matriz deformada de tipo γ . En líneas generales es difícil sacar conclusiones, como demuestra la Figura 65: los granos γ nucleados alrededor de la cementita no parecen tener una clara ventaja de tamaño de grano sobre otros tipos de grano. No obstante, las distintas observaciones en aceros con cementita parecen indicar que hay otro efecto más importante que las interacciones de las texturas: el efecto del solapamiento (*impingement*). El tamaño de los granos nucleados en la parte interior de la cementita es más o menos similar, pero por la gran cantidad de núcleos en esa zona no tienen ocasión de crecer. Sólo los granos en la zona afectada por la presencia de la cementita tienen libertad de crecer. Como la orientación de estos granos es aleatoria, suelen tener una desventaja de crecimiento con respecto a los granos γ nucleados en las fronteras de grano, ya que los granos γ son los que mayor movilidad tienen. Esto explica por qué la textura final suele ser bastante fuerte: incluso en el acero C hay un componente γ con bastante intensidad. La recristalización empieza antes alrededor de la cementita, pero por el solapamiento de los granos alrededor de la misma y la baja movilidad en los extremos, acabará dominando la textura γ de los granos nucleados en borde de grano.

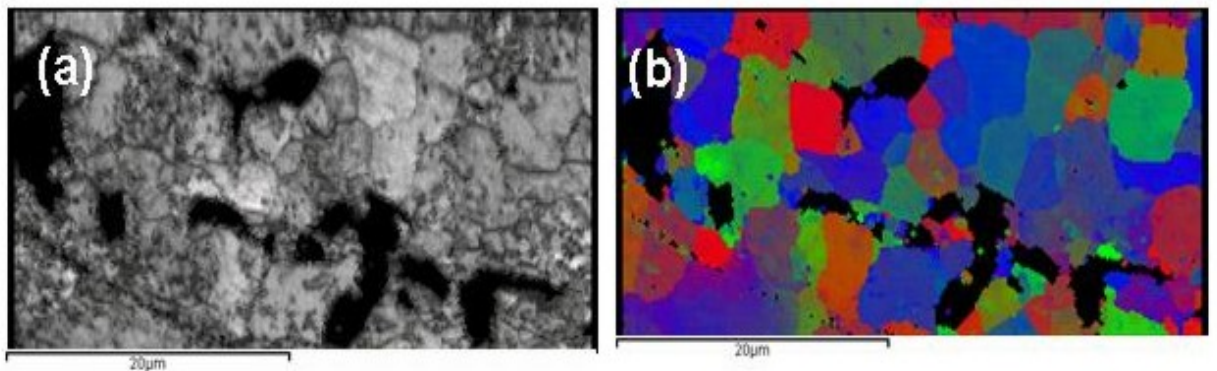


Figura 66: (a) Mapa de calidad (IQ) y (b) de orientaciones cristalográficas del acero C (zona 2).

La misma tendencia se observa en la segunda zona estudiada del acero C (Fig. 66 y 67). No se ve una clara diferencia de tamaño de los granos que han nucleado alrededor de la cementita, y la diferencia que hay parece tener su origen en la ubicación del grano (p.ej. alrededor de una partícula fina o gruesa) y no puramente debido a la orientación privilegiada. Se puede llegar

a la misma conclusión en la Figura 62. El tamaño de grano es relativamente independiente de la orientación: no hay una clara ventaja o desventaja de crecimiento como ocurre en el caso clásico de los granos γ que nuclean en fronteras de grano y van consumiendo granos deformados γ .

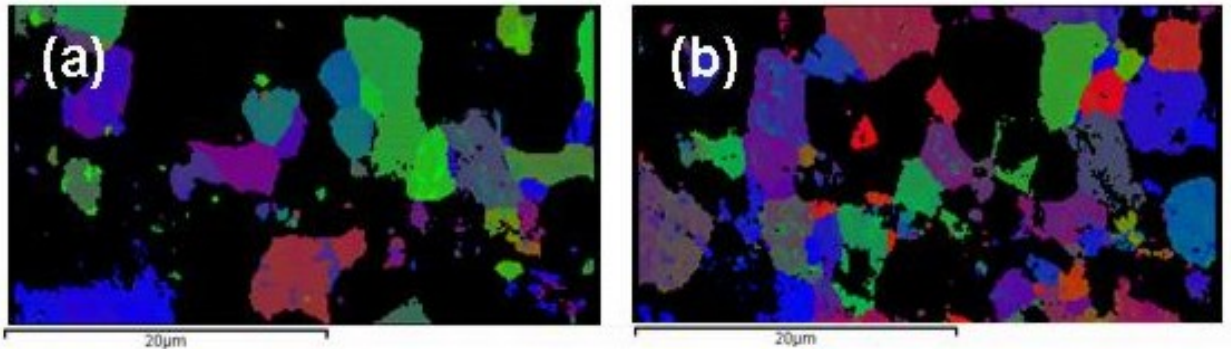


Figura 67: (a) Mapa de orientaciones cercanas a $\{111\}$ y (b) demás orientaciones del acero C.

10.3. Textura de los nuevos granos a baja deformación (caso del acero G)

Se ha estudiado la nucleación de granos recristalizados en un acero con baja deformación, el acero G ($CR = 60\%$). Aunque la nucleación de tipo γ sigue siendo la que domina la textura total del acero, se observan zonas como las de la Figura 68, donde los núcleos tienen una orientación diferente, entre ellos componentes como $\{001\} \langle 110 \rangle$ y $\{110\} \langle 001 \rangle$.

Sin embargo, no cabe duda de que la nucleación de tipo γ sigue siendo el proceso dominante. De hecho, en la macrotextura final del acero G sólo se observa una ligera reducción de la intensidad de la fibra γ , sin que se observen otras orientaciones importantes.

11. Visión global de la evolución microestructural durante el recocido: Dilatometría

En la Figura 69 se observa la dilatación del acero más deformado (H, con $CR=80\%$) al calentar el material a 10°C/s . Antes de la transformación de

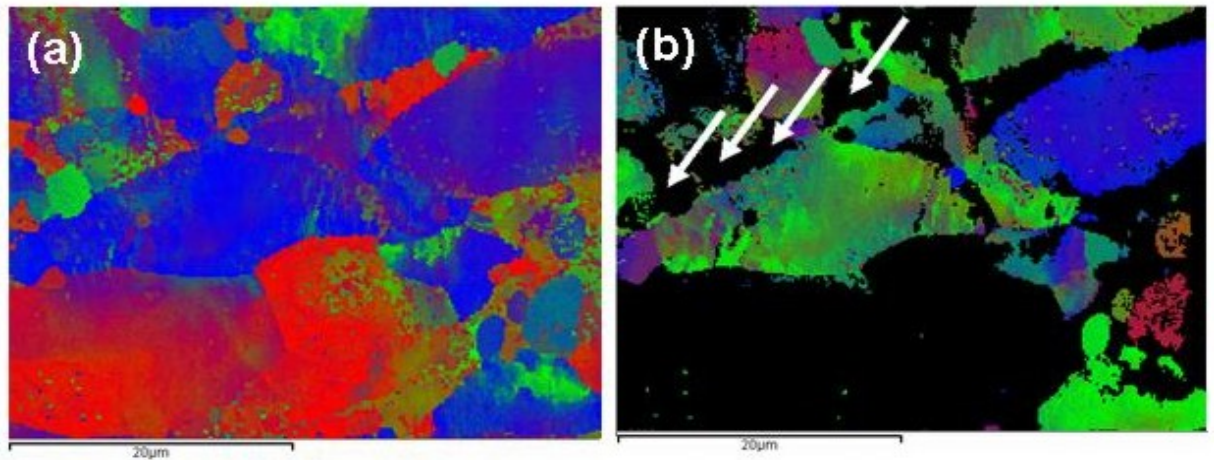


Figura 68: (a) Mapa de orientaciones, donde se observan granos deformados y algunos granos recrystalizados en las fronteras de granos deformados (izquierda) y (b) mapa de orientaciones cercanas a γ . Algunos granos nucleados en fronteras de grano están indicados mediante flechas.

la ferrita a austenita a altas temperaturas ($\approx 880^\circ\text{C}$), acompañada por una contracción típica, se observan dos fenómenos importantes:

1. una anomalía en el intervalo donde tiene lugar la recrystalización ($\approx 620^\circ\text{C}$)
2. una anomalía alrededor de 765°C

Estas dos anomalías se observan en todos los aceros, aunque no en la misma medida: la primera contracción se agudiza a deformaciones más elevadas y la segunda depende del contenido en carbono del material. Para encontrar el origen de ambos fenómenos se ha llevado a cabo un estudio exhaustivo de los mecanismos que tienen lugar en ambos intervalos de temperatura.

En este sentido, es conocido [109] que el coeficiente de expansión térmica $\alpha(T)$ tiene un mínimo local en la temperatura de Curie T_C . En un material ferromagnético, por debajo de esta temperatura, predominan los acoplamientos entre los dominios magnéticos del material, y éste presenta una elevada susceptibilidad magnética. A temperaturas superiores a T_C estos acoplamientos se destruyen y el material se comporta como si fuera paramagnético. Esta

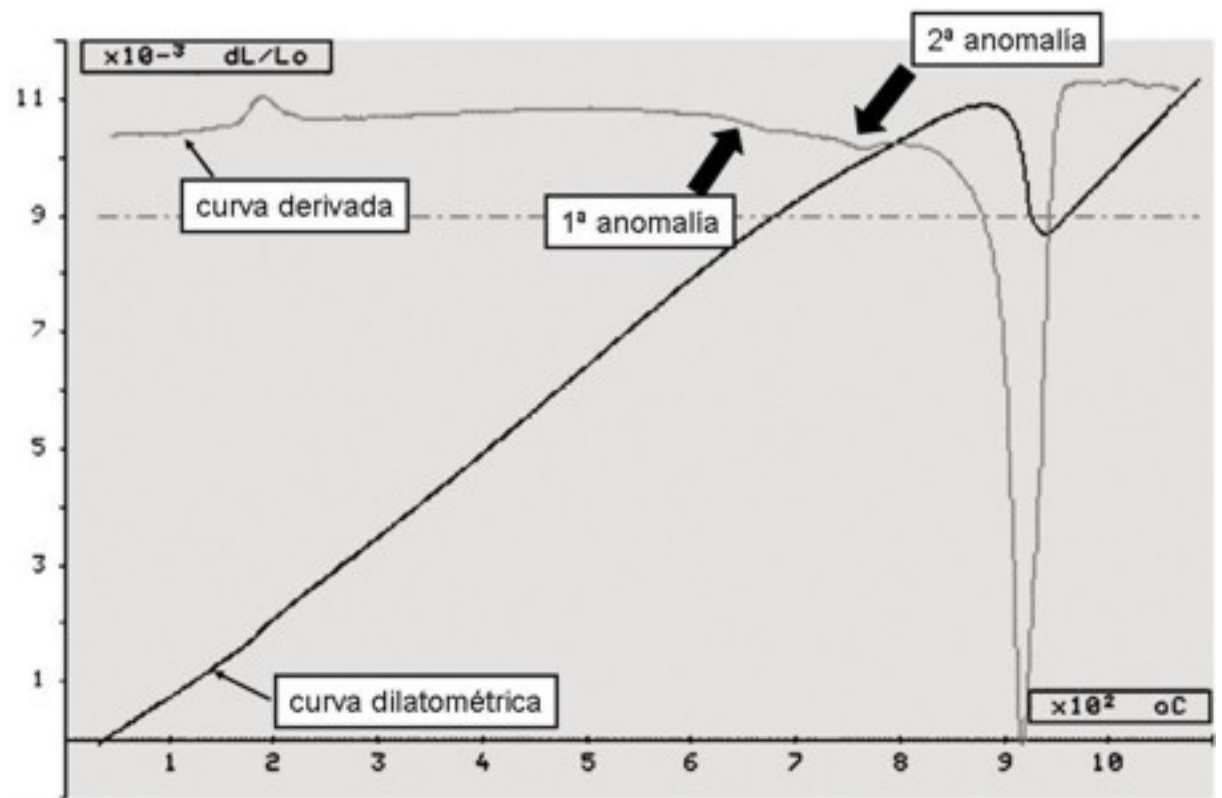


Figura 69: Curva dilatométrica y su derivada del acero H. Velocidad de calentamiento: 10°C/s .

transición viene acompañada de un cambio volumétrico detectable [110] mediante dilatometría, como se observa en la Figura 69. La temperatura a la que se observa dicha anomalía en este material gira alrededor de 760°C, lo que es típico para esta clase de aceros [111].

Dado que la primera anomalía coincide con el intervalo de temperatura donde tiene lugar la recrystalización del acero (lo que se confirma por medio de ensayos interrumpidos), es razonable pensar que ambos procesos estén relacionados. Se barajaron tres posibles orígenes:

1. disolución de la cementita
2. aniquilación de las dislocaciones
3. modificación de la textura

Cada una de estas hipótesis se estudiará más adelante.

11.1. Influencia de la disolución de cementita sobre la expansión térmica

La influencia de la disolución de cementita sobre el coeficiente de expansión térmica es doble: en primer lugar produce un enriquecimiento local en elementos solutos de la ferrita, lo que podría afectar al parámetro de la red ferrítica; en segundo lugar favorece la formación de austenita en estas zonas enriquecidas [112, 113].

Sin embargo, ensayos interrumpidos antes y después de la recrystalización mostraron que el enriquecimiento local, principalmente del carbono, es demasiado limitado para acelerar la austenización en las zonas cercanas a las partículas. Por otra parte, en los ensayos de difracción de rayos X de los aceros deformados y recrystalizados se observó que los picos correspondientes a la ferrita se sitúan exactamente en la misma posición, lo que demuestra que el parámetro de red es independiente de la temperatura de recocido (para el caso presente su valor es 2,8667 Å).

Otro motivo adicional para desechar la hipótesis de que la disolución de partículas provoque la anomalía es que la misma anomalía se observa en aceros ultra-bajos en carbono (ULC), donde no hay cementita.

11.2. Influencia de aniquilación de dislocaciones sobre la expansión térmica

Durante la recrystalización se produce una bajada en la densidad de dislocaciones, típicamente de $10^{16} m^{-2}$ en el material deformado a $10^{10} m^{-2}$ después.

Un cálculo aproximado demuestra que dicha aniquilación puede ser observada mediante una técnica sensible como la dilatometría: asumiendo que cada dislocación produce una dilatación de 2 volúmenes atómicos por plano cristalino [114] y tomando como parámetro de red y distancia interplanar valores de 0,2867 nm y 0,2 nm, respectivamente, se obtiene:

- el número de átomos por metro cúbico $\approx 8.10^{28}$
- el «volumen faltante» $\approx 1.10^{26}$
- el cambio relativo de volumen al recrystalizarse el acero $\approx 1,2.10^{-3}$
- dado que $\Delta l/l_0 \approx 1/3\Delta V/V_0$, donde el subíndice 0 define el valor inicial, se obtiene que el cambio relativo de longitud $\approx 4.10^{-4}$

Este valor teórico es perfectamente observable mediante dilatometría de alta resolución (con resolución de las variaciones de longitud de 0,1 μm , lo que corresponde a variaciones relativas de longitud de 10^{-5}), y es del orden de los valores observados experimentalmente. Por primera vez se ha conseguido ver el efecto de la recrystalización sobre la expansión térmica, lo que demuestra que la dilatometría de alta resolución es una herramienta importante para el estudio del comportamiento térmico de fenómenos de recocido.

Para corroborar esta hipótesis se muestra, en la Figura 70, el comportamiento dilatométrico del acero menos deformado (acero G, con CR = 59 %) y del más deformado (acero H, con CR = 80 %). Se ve claramente que el grado de reducción (y la cantidad de dislocaciones presentes en el estado de recepción) determina la magnitud de la anomalía.

11.3. Influencia de la textura sobre la expansión térmica

Cuando un material tiene una determinada textura, sus propiedades más importantes, como las de embutición profunda [41], resistencia [115] y sus propiedades elásticas [116], se caracterizan por su anisotropía.

De manera similar pueden estar interrelacionadas la textura y la expansión térmica. Durante la recrystalización, se produce un cambio de la textura (una acumulación de las orientaciones cristalográficas alrededor de la fibra γ) y este cambio puede verse reflejado en una ligera modificación del coeficiente de expansión térmica.

En otras palabras, aunque la aniquilación de dislocaciones produce una contracción cuyo valor teórico coincide con el valor experimental, no se puede excluir una influencia menor de la textura. Como ambos fenómenos están

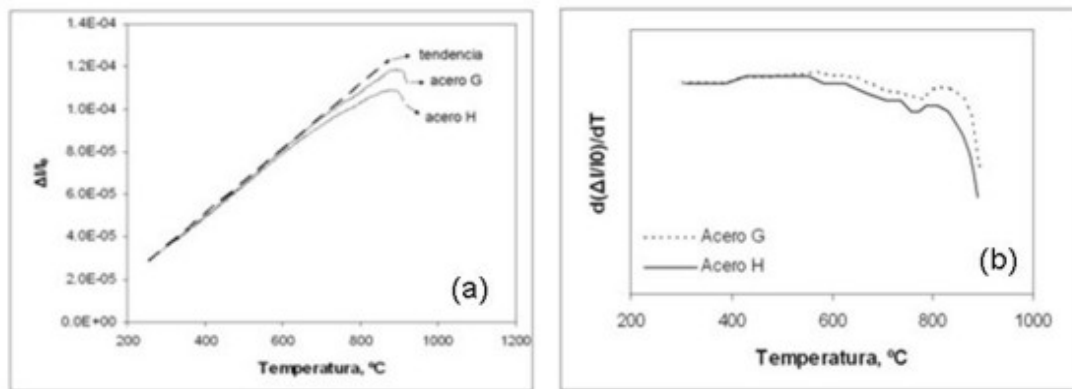


Figura 70: (a) Curvas dilatométricas de los aceros G y H, junto con la curva calculada según [110]. (b) Curvas derivadas (en unidades arbitrarias) de los mismos aceros, cogiendo el origen en el mismo punto para mayor visibilidad.

íntimamente relacionados (un mayor grado de laminación en frío da lugar a un acero más deformado y con una textura más intensa) es difícil evaluar su aportación individual.

Sin embargo, para apreciar la incidencia de ambos fenómenos, se llevó a cabo un estudio de ciclos múltiples de calentamiento: en el primer ciclo se calentó la probeta a 10°C/s hasta 750°C , luego se volvió a enfriar hasta temperatura ambiente. En el segundo ciclo se le aplicó a la misma probeta un tratamiento idéntico, y finalmente se volvió a calentar a 10°C/s hasta 1000°C (ciclo de austenización). El resultado de este estudio se muestra en la Figura 71. Se observa que la anomalía, en este caso estudiada a través de la curva derivada, desaparece tras el primer calentamiento, quedando una pequeña anomalía remanente que puede ser debido al efecto de la textura. La austenización de la probeta, que provoca que la textura final sea totalmente aleatoria [117], elimina completamente todo resto de anomalía.

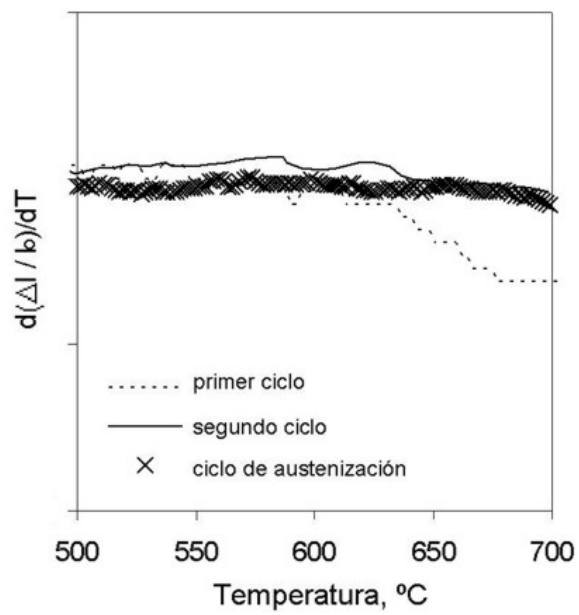


Figura 71: Curva derivada de la expansión en régimen de calentamiento tras el primer ciclo, el segundo ciclo y el ciclo de austenización. Unidades arbitrarias.

12. Visión global de la evolución microestructural durante el recocido: Técnica de PTE

Durante el recocido de un material deformado en frío tiene lugar un cúmulo de procesos que conlleva cambios microestructurales («visibles»⁷ o no mediante microscopía), de la textura, de las propiedades mecánicas, etc. Estos procesos difusionales que provocan el cambio microestructural pueden resumirse mediante el esquema de la Figura 72.

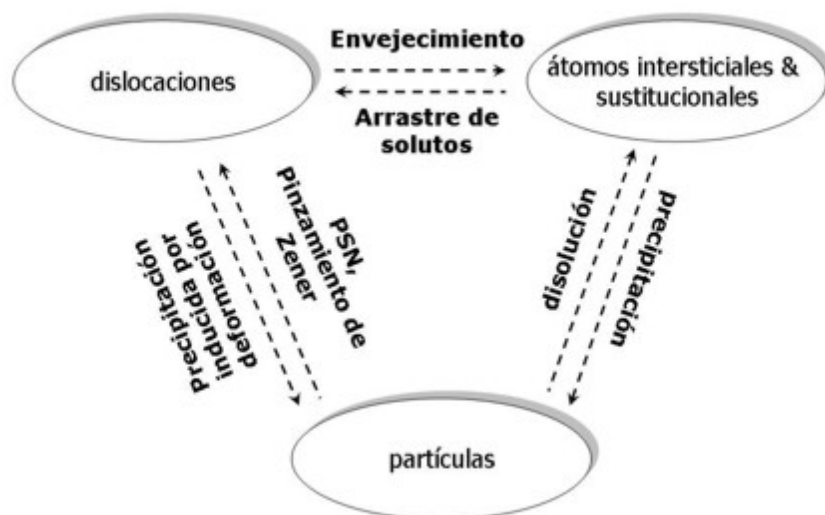


Figura 72: Interacción entre las dislocaciones, las partículas y los átomos durante el recocido. PSN: nucleación inducida por partículas

Cada uno de los procesos mencionados ejercerá una influencia importante sobre el material a lo largo del recocido, lo que se reflejará en la microestructura correspondiente. En esta sección se describirá de manera detallada la evolución de las propiedades del material durante el recocido, mediante la aplicación de varias técnicas complementarias. En efecto, para poder comentar cada uno de los procesos en detalle, hace falta la aplicación de una serie de técnicas complementarias, ya que ningún método permite visualizar todos los procesos a la vez. Una técnica interesante desde este punto de vista es la

⁷Con el término «visible» se denota que es imposible detectar un cambio de la microestructura mediante la observación con técnicas como microscopía óptica.

del Poder Termoeléctrico (PTE). Debido a su gran sensibilidad a cualquier cambio composicional y del estado de deformación es un método idóneo para un primer estudio de los procesos que ocurren durante el recocido. Por eso se ha elegido la técnica del PTE como punto de partida para explicar la transformación del material laminado en frío durante un mantenimiento a una temperatura variable.

En la Figura 73 se muestra la evolución del PTE en los aceros menos y más deformados, G (CR = 59%) y H (CR = 80%) respectivamente. Para este análisis se ha elegido un tiempo de recocido fijo de 10 s, mientras que se varía la temperatura de mantenimiento. Este procedimiento permite separar con más nitidez los diferentes procesos que ocurren en el material, aunque el tratamiento isotérmico llevaría a resultados similares.

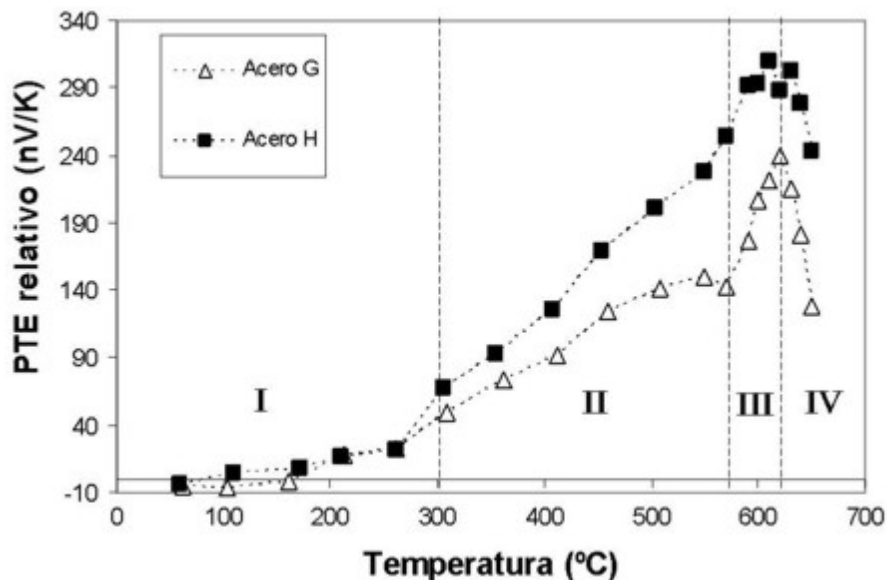


Figura 73: Evolución del poder termoeléctrico en los aceros G y H. Tiempo de mantenimiento: 10 s.

En esta figura se observa que el material ya empieza a cambiar a temperaturas muy bajas, y que la evolución del PTE puede dividirse en cuatro tramos importantes:

1. **Primer tramo:** ligera subida a bajas temperaturas, casi igual para ambos aceros
2. **Segundo tramo:** subida fuerte entre 300 y 580°C, más destacada en el caso del acero con más deformación

3. **Tercer tramo:** subida moderada entre 580 y 625°C, similar en ambos aceros
4. **Cuarto tramo:** bajada fuerte a temperaturas altas, similar para ambos casos

A continuación se explicará cada uno de los procesos mencionados, así como la importancia que tiene para el producto final.

12.1. Primera etapa: procesos a temperaturas bajas

12.1.1. Envejecimiento térmico

Se detecta una subida incluso a temperaturas muy bajas, donde metalográficamente no se observa ningún proceso que altere el estado microestructural. A temperaturas tan bajas no es posible el movimiento de dislocaciones, ni la difusión de elementos sustitucionales. Sólo la difusión de elementos intersticiales como C y N puede tener lugar en esta situación. Según Cottrell [118] los elementos intersticiales difunden hacia las dislocaciones o forman lo que se llaman *atmósferas de Cottrell*. Una vez que dichos elementos forman parte de estas atmósferas se convierten en «invisibles», es decir, no detectables para la medida de PTE (ver Figura 74). Por consecuencia, es la propia difusión de los elementos intersticiales a baja temperatura, saliendo de la solución sólida, la que da lugar a una subida del PTE. Este fenómeno constituye la base de la técnica industrial de Bake-Hardening (BH) y fue estudiado detalladamente por varios autores [81]. La reciente introducción de técnicas avanzadas como la sonda atómica permite visualizar la acumulación de elementos intersticiales alrededor de las dislocaciones tras un mantenimiento a baja temperatura, después de abandonar la solución sólida en la que estaban inmersos [119]. Los resultados de esta técnica novedosa se representan en la Figura 75.

12.1.2. Límite del envejecimiento

Para averiguar el valor máximo del PTE inducido por los elementos intersticiales al difundir desde la solución sólida a la formación de atmósferas de Cottrell, se ha efectuado un ensayo sencillo: se mantiene el material a 270°C durante 3 horas. Este tratamiento permite asumir que todos los intersticiales difunden hacia las dislocaciones y que de esta manera son invisibles a la técnica del poder termoeléctrico [83].

La Figura 76 muestra el ejemplo de este método para el acero C. Se observa que el valor máximo del PTE después de un envejecimiento de larga duración es de 102 nV/K en este caso. Este valor límite corresponde, en el caso de

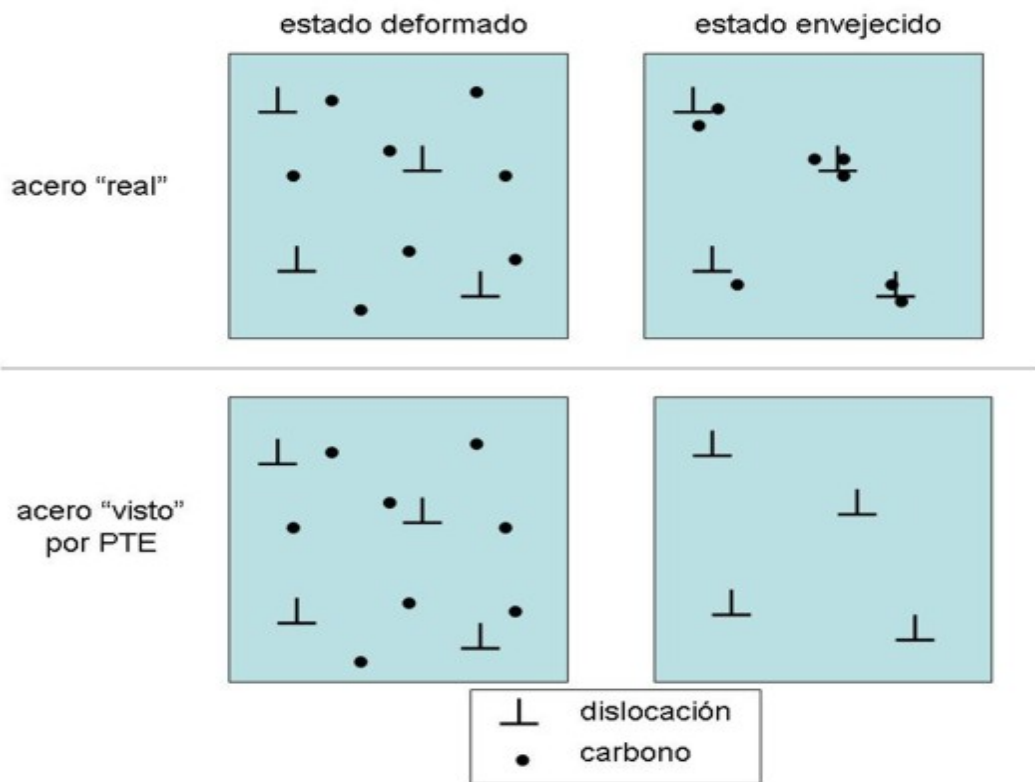


Figura 74: Comparación entre el estado deformado y el estado envejecido, desde la perspectiva «real» y del equipo de poder termoelectrico.

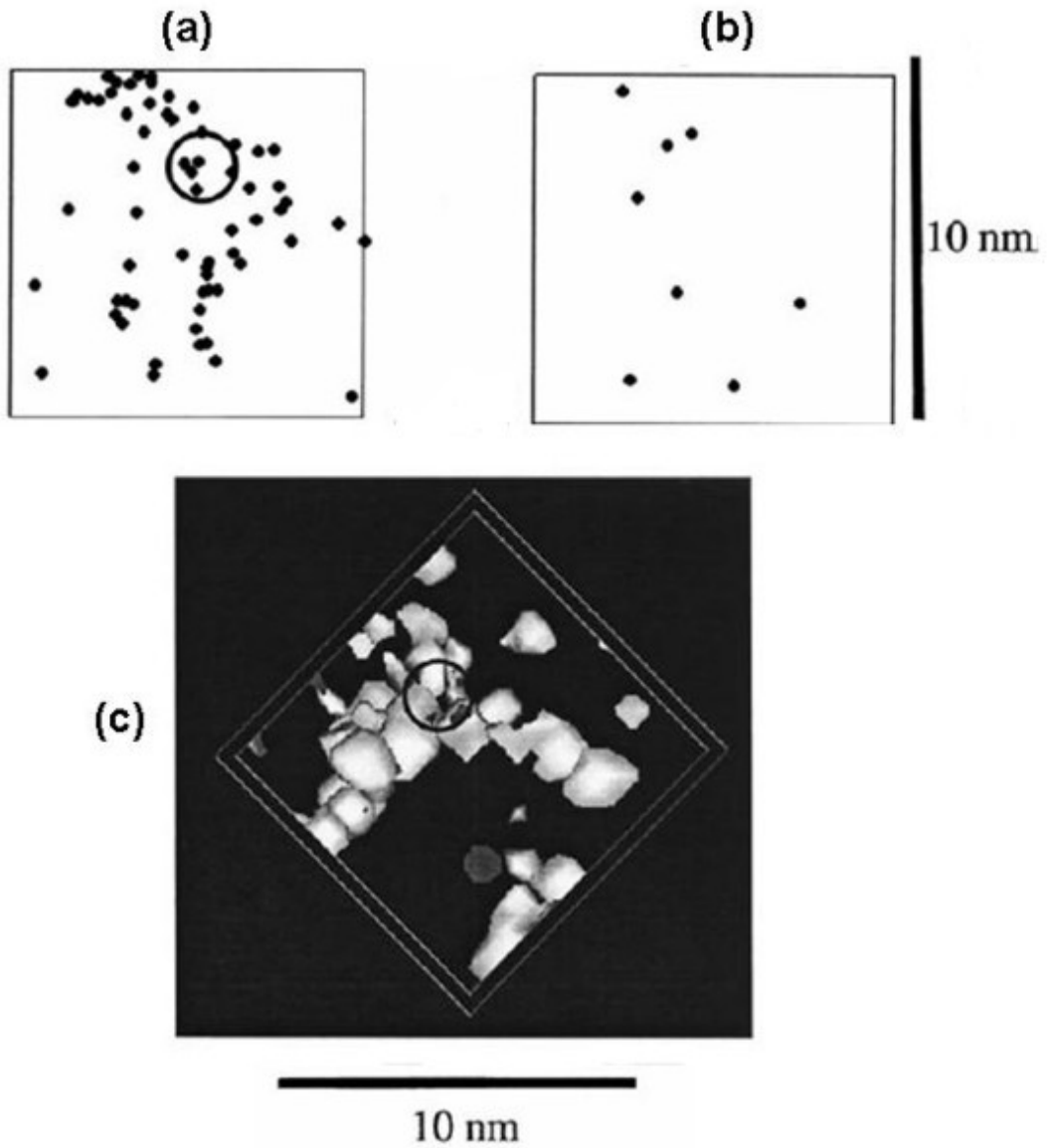


Figura 75: Estudio de un acero con 0,10% C mediante sondeo atómico tridimensional. (a) Mapa de los átomos de carbono (puntos negros) concentrados alrededor de una dislocación (círculo), (b) Mapa de una zona sin dislocaciones, (c) Mapa experimental, mostrando la acumulación del carbono alrededor de la dislocación [119].

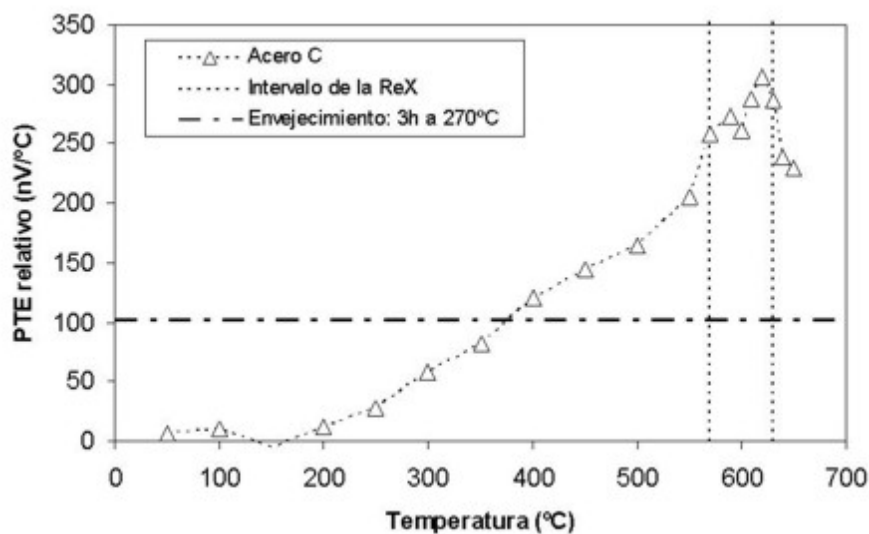


Figura 76: Evolución del poder termoeléctrico con la temperatura en el acero C. Tiempo de mantenimiento: 10 s. Se indica asimismo el intervalo de la recristalización, así como el valor del PTE después de un mantenimiento isotérmico de 3 h a 270°C.

un mantenimiento de 10 s, a una temperatura de alrededor de 375°C. En otras palabras, por encima de esta temperatura umbral la contribución del envejecimiento ya no es única. Se requieren procesos adicionales para explicar la subida del PTE a temperaturas superiores.

12.2. Segunda etapa: restauración

El proceso de la difusión de C y N en solución sólida puede explicar satisfactoriamente el aumento del PTE a bajas temperaturas. Sin embargo, a partir de 300°C aproximadamente se requiere un proceso adicional para poder explicar el comportamiento del PTE: en primer lugar se detecta, a partir de esa temperatura, una subida mayor a la de la primera etapa, y que no viene causada exclusivamente por la difusión de elementos ligeros, ya que el contenido de C y N es, en cualquier caso, demasiado limitado. Un segundo argumento es que a partir de esta temperatura el comportamiento del acero G es diferente al del acero H, aunque el contenido en C y N en solución sólida es prácticamente igual en ambos casos. Por tanto, se requiere la implicación de otro proceso relacionado con el grado de deformación en frío para explicar este tramo de aumento del PTE. Por otra parte, se debe de tratar igualmente de un proceso que no conlleva un cambio microestructural observable, ya que

el estudio de las micrografías correspondientes revela que los granos siguen teniendo la misma morfología que en el estado deformado.

Este proceso, que ocurre simultáneamente con la formación de atmósferas de Cottrell, es el de la *restauración*. Como se comentó en el primer capítulo se trata de un proceso que involucra una eliminación parcial de las dislocaciones, así como una serie de alteraciones en la configuración de las mismas, sin que se detecte un cambio microestructural. Dado que es un proceso que depende directamente del estado de las dislocaciones (cantidad, tipo, ubicación,...) aumenta su importancia en el acero más deformado. Como se verá más adelante, su interacción con los procesos posteriores (y en particular, con la recristalización) es muy importante.

Asimismo, cabe destacar que la restauración (ver Figura 44(a)) no lleva a un cambio microestructural *visible*, ya que en esta micrografía se observa que la microestructura es la misma que la del estado de recepción. En efecto, la restauración se define como cualquier cambio estructural que no involucra cambio macroscópico del material [120]. Por otra parte, como es bien conocido, la recristalización, que se caracteriza por el cambio de la microestructura inducido por el movimiento de fronteras de grano móviles (es decir, de ángulo alto), sí que se observa ópticamente. Aunque la restauración no provoca cambios microestructurales macroscópicos tiene una influencia importante sobre la posterior transformación del material.

12.3. Tercera etapa: recristalización

A partir de 600°C aproximadamente se detecta el primer cambio microestructural visible. Los granos deformados son sustituidos poco a poco por granos pequeños equiaxiales. Esta etapa corresponde a la *recristalización*. A medida que avanza este proceso, los granos recristalizados ocupan cada vez más volumen por la aparición de nuevos granos y por el crecimiento de los granos existentes. La recristalización termina cuando todo el material está compuesto por granos nuevos. A partir de ese momento únicamente se produce un crecimiento de los granos recristalizados existentes.

En la Figura 77 se compara la evolución del poder termoeléctrico con la fracción recristalizada del acero F.

Se observa claramente que la mayor subida del PTE se detecta *antes* de iniciarse la recristalización, durante la restauración (etapa II), aunque este último proceso también conlleva un cambio del PTE. La comparación del efecto de ambos procesos sobre el PTE muestra la importancia que tiene la restauración, aunque es un proceso «invisible» para técnicas de caracterización microestructural por microscopía óptica. Su influencia sobre el posterior pro-

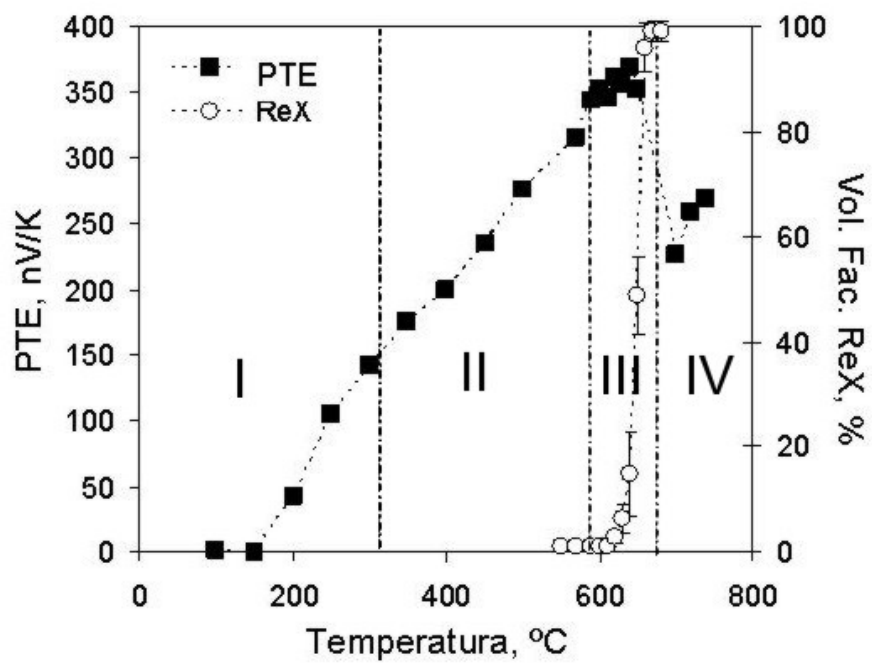


Figura 77: Evolución del poder termoeléctrico (PTE) y de la fracción recristalizada (ReX) en el acero F. Tiempo de mantenimiento: 10 s.

ceso de recristalización es ambigua: por una parte la restauración «consume» energía almacenada y, por ello, retarda la recristalización del material. Por otra parte induce una reorganización de la microestructura deformada. La alineación de dislocaciones en bordes de grano y la eliminación de las dislocaciones intragranulares lleva a una microestructura que facilita el posterior arranque de la recristalización. Por otra parte, al comparar la evolución del PTE en función del grado de deformación (Figura 73), se observa que el aumento del poder termoeléctrico durante la fase de recristalización (etapa III) es mayor en el acero menos deformado (acero G). Este fenómeno se explica por la contribución más baja de la restauración (etapa II) en la subida total del PTE en este acero, mientras que en el acero más deformado (acero H) la microestructura al inicio de la recristalización habrá sufrido más cambios microestructurales durante la etapa anterior y el cambio estructural durante la recristalización será menos pronunciado.

12.4. Cuarta etapa: disolución de la cementita

A temperaturas más altas se detecta una bajada del PTE. Esta tendencia no se puede explicar en términos de las dislocaciones, ya que todos los procesos asociados a las mismas en este contexto (eliminación y reorganización continua de los defectos) conllevan una subida del valor del PTE. Tiene que tener lugar un fenómeno adicional relacionado con el enriquecimiento de la matriz en elementos en solución sólida. Este fenómeno puede ser la disolución de partículas.

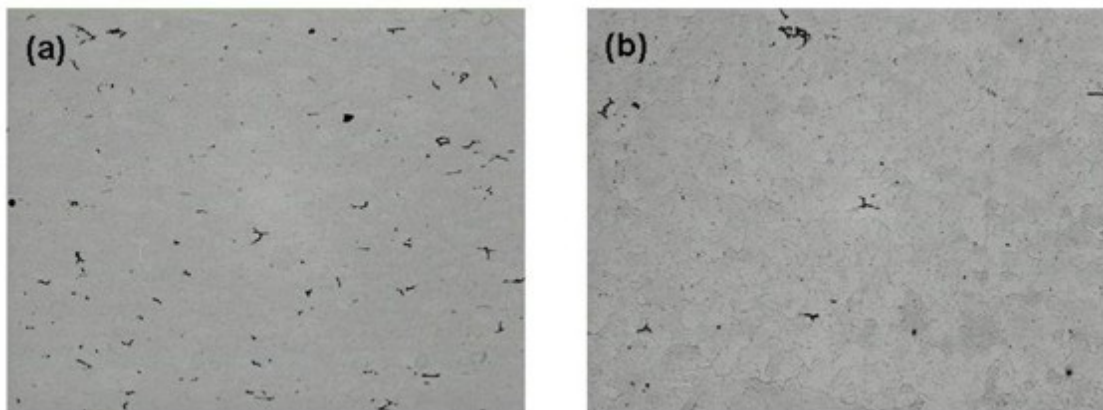


Figura 78: Ataque con picral del acero G recocido a (a) 600°C y (b) 670°C. En la micrografía (b) se observan algunos granos recristalizados.

El ataque químico mediante nital, muy eficaz a la hora de revelar los granos deformados y recristalizados en el material, no es capaz de revelar las partículas presentes. Por tanto, se requiere otro ataque para poder identificar y seguir la evolución de los precipitados. Un ataque idóneo resulta ser el de picral. Como demuestra la Figura 78, mediante este ataque se detecta la presencia de partículas gruesas. Para poder identificarlas se ha aplicado la técnica de dispersión de Rayos X (EDX) en un equipo de microscopía electrónica con emisión de campo (FEG-MEB).

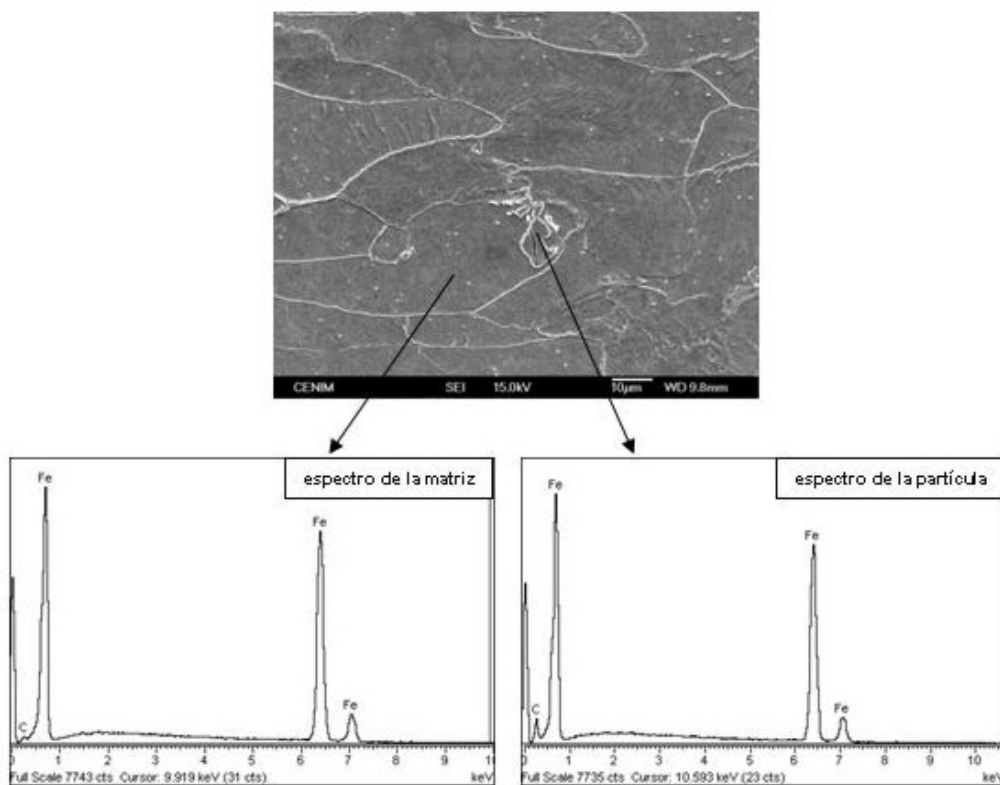


Figura 79: Imagen de FEG-MEB donde se observa la presencia de una partícula de segunda fase. Las flechas indican los espectros de la matriz ferrítica y de la partícula, respectivamente.

Como se observa en la Figura 79 el espectro de las partículas es el de las partículas de cementita (Fe_3C). Este estudio permite explicar su evolución a temperaturas altas. La disolución de la cementita a temperaturas elevadas lleva a un enriquecimiento de la matriz ferrítica en carbono, lo que disminuye el valor del PTE.

El seguimiento de la evolución del PTE ha permitido sacar conclusiones acerca de los cambios que tienen lugar en el material deformado en frío durante el recocido. En este sentido, se puede estimar que durante el mantenimiento isotérmico los procesos se solapan, y el valor del PTE es la suma de las diferentes contribuciones. En el siguiente apartado se discutirá la interacción entre los diferentes procesos, y se dará un enfoque especial al proceso que tiene más relevancia en el contexto actual, el de la recristalización.

12.5. Evolución del poder termoeléctrico a tiempos elevados

Cuando se estudia la evolución del poder termoeléctrico durante un recocido isotérmico largo, se observa que la precipitación de AlN , que a los tiempos cortos de 10 s del estudio anterior es despreciable, ya no se puede evitar (ver Figura 80).

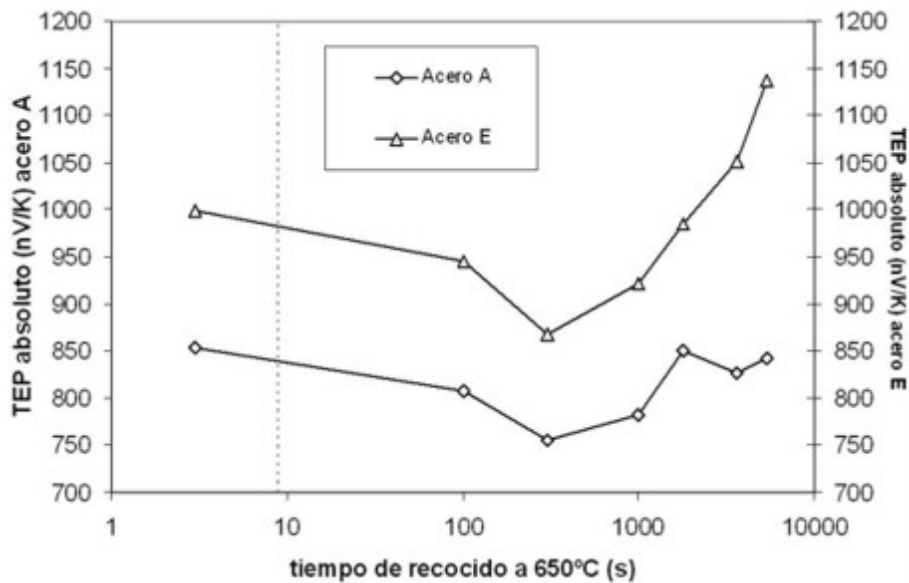


Figura 80: Evolución del poder termoeléctrico durante el recocido a 650°C de los aceros A y E. La línea de puntos indica el tiempo aproximado para alcanzar la recristalización completa de los aceros.

Esta precipitación, que conlleva un retraso de la nucleación (debido al pinzamiento de los subgranos) y de la cinética global de recristalización [62],

produce un aumento del PTE [121] debido a la desaparición del N de la solución sólida. La Figura 81 muestra la micrografía de una réplica del acero A y el espectro correspondiente, tras un mantenimiento a 650°C durante 1000 s, poniendo de manifiesto la presencia de partículas de AlN .

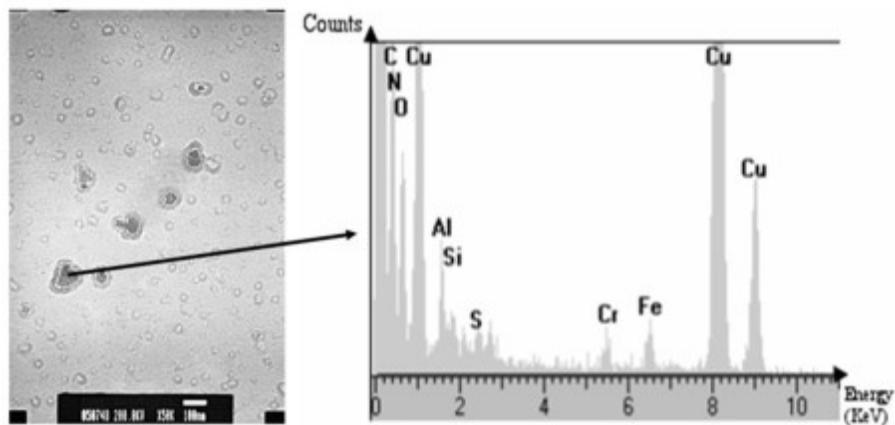


Figura 81: Presencia de partículas de AlN en el acero A recocido a 650°C durante un tiempo elevado. Los picos de Cu observados en el espectro corresponden a la rejilla utilizada.

Por otra parte, se ve que este efecto es más destacado en caso del acero E. Esto se puede explicar por la diferente temperatura de bobinado: cuando ésta es más baja se mantiene una fracción más elevada de intersticiales en solución sólida [47].

CAPÍTULO VI

Modelización del proceso de recristalización en aceros bajos en carbono

13. Aplicabilidad y limitaciones del modelo de Avrami

Como ya se ha comentado en la introducción, el formalismo más utilizado para modelizar la recristalización en aceros deformados es el basado en los trabajos de Kolmogorov (1979), Johnson y Mehl (1939) y Avrami (1939). Este modelo se conoce como *modelo de JMAK* o también *modelo de Avrami*, y describe la evolución de la fracción de volumen X_V con el tiempo por medio de la ecuación (1) (crecimiento isótropo):

$$X_V = 1 - \exp(-\beta t^n) \quad (24)$$

donde β es una constante que engloba los detalles del mecanismo de la nucleación e información sobre la composición química del material y el procesado termomecánico. El exponente n es el llamado coeficiente de Avrami y juega un papel muy importante en la modelización, ya que está determinado por los mecanismos de nucleación y crecimiento. En el caso de que los nuevos granos puedan crecer con total libertad en las 3 direcciones y en el tiempo, n sería igual a 4. Por otra parte, si se asume que todos los granos nuclean en un tiempo muy breve (*saturación de lugares de nucleación*) $n = 3$. Finalmente, cuando los granos recristalizados chocan (*impingement*) su libertad de crecimiento es considerablemente restringida y n se reduce a 1.

Cuando se observan las curvas de Avrami de los aceros de este estudio (Figuras 82, 83, 84) se ve claramente que el ajuste es muy bueno⁸, lo que demuestra que el mecanismo de recristalización como proceso de nucleación y crecimiento, tal y como fue propuesto por Avrami y otros, es correcto. Sin embargo, los valores de los exponentes que se deducen de las curvas no permiten una identificación clara de los mecanismos implicados en el proceso, e indican

⁸El cálculo del error se hace de la siguiente manera: si la fracción de volumen recristalizado se define como z y su error (por el proceso de conteo) dz , entonces $dy = d\ln(\ln(1/(1-z))) = -dz/(\ln(1-z) \cdot (1-z))$ y $dx = d\ln(t) = dt/t$. El error del tiempo se ha aproximado como $dt \approx 0,2$ s.

que el modelo de Avrami podría ser demasiado simple. El formalismo no es capaz, por ejemplo, de explicar la diferencia en el exponente cuando se comparan los aceros A, C y E. Además, los valores de n que se obtienen no se pueden asociar de forma directa a los procesos implicados, y por tanto este parámetro se introduciría en un modelo cinético sin fundamentación física.

14. Motivación del nuevo modelo. Hipótesis fundamentales

En la parte introductoria se comentaron algunas importantes deficiencias del modelo de Avrami. Con vistas al diseño del nuevo modelo se recapitularán los problemas más importantes y se dará una motivación para fundamentar el nuevo modelo. Después de un estudio detallado de los aceros de este trabajo y una comparación con los casos de la literatura se proponen tres importantes limitaciones de este modelo:

1. Distribución de los núcleos
2. Velocidad de crecimiento del grano recrystalizado
3. Concepto de volumen extendido

A continuación se explicará cómo se tendrán en cuenta cada uno de estos problemas para el diseño posterior del nuevo modelo de recrystalización.

14.1. Distribución de los núcleos

El modelo de Avrami asume que los nuevos granos nuclean de manera aleatoria en el material. Sin embargo, como se observa p.ej. en la Figura 44, no es el caso para los aceros de este trabajo: la nucleación es un proceso que está íntimamente ligado a la presencia de bordes de grano, fundamentalmente debido a la alta movilidad de las fronteras de ángulo alto, como se ha demostrado mediante EBSD. En aceros con partículas como cementita de un cierto tamaño, la nucleación es aún más inhomogénea por ser dichas partículas lugares preferentes para la aparición de nuevos granos, como se distingue claramente en la Figura 50. Otro lugar de nucleación preferencial son las bandas de deformación [122].

La distribución no aleatoria de la nucleación es, por otra parte, un fenómeno bien conocido, p.ej. en aceros [123], cobre [124] y aluminio [125]. Este efecto tiene importantes consecuencias para la modelización de la recrystalización. El modelo propuesto por Cahn [35], y posteriormente discutido y revisado

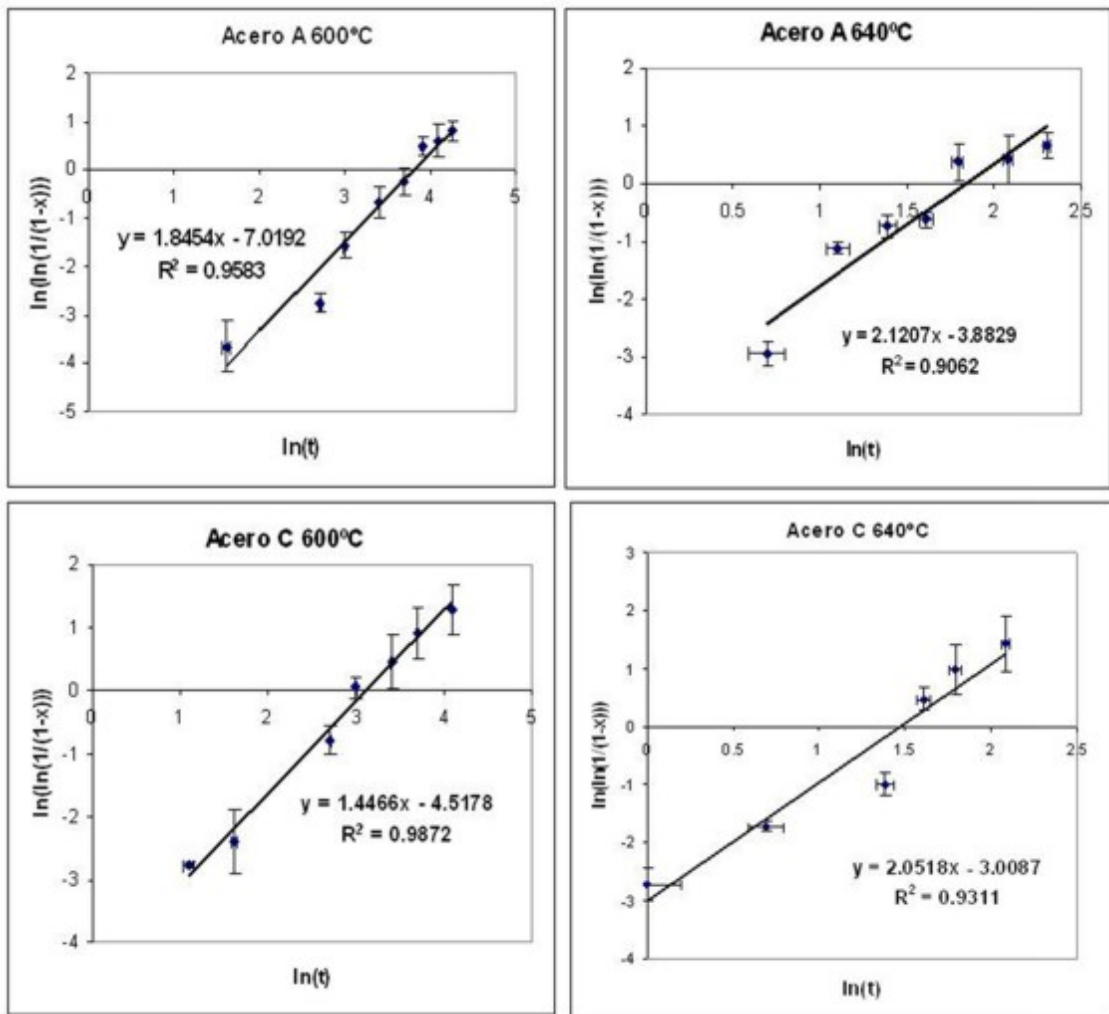


Figura 82: Curva de Avrami de los aceros A y C a dos temperaturas diferentes. El coeficiente de Avrami es igual a la pendiente de la recta. Se indica asimismo la correlación del ajuste.

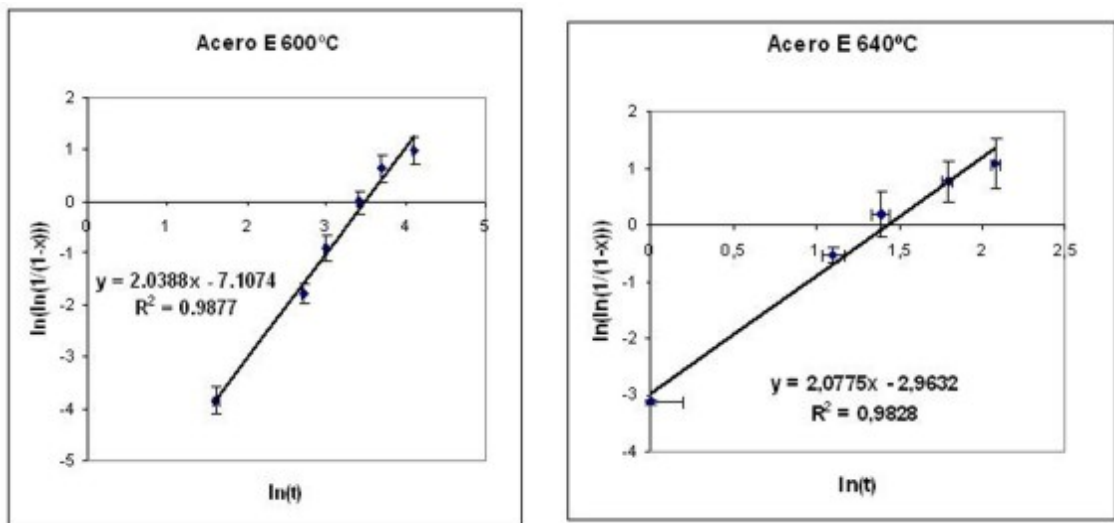


Figura 83: Curva de Avrami del acero E a dos temperaturas diferentes. El coeficiente de Avrami es igual a la pendiente de la recta. Se indica asimismo la correlación del ajuste.

por Hopkin y Bhadeshia [126] y Vandermeer y Rath [127], es capaz de reproducir el comportamiento del material durante el recocido: al principio los granos nuclean en el borde de grano ($n = 4$) hasta que se saturan los límites de grano y posteriormente disminuye el exponente hasta llegar a $n = 1$. En una representación de resultados experimentales no es posible distinguir claramente ambos tramos, por lo que se obtendría un valor promedio de ambos exponentes. En el presente caso se observa que tanto una contribución más elevada de las partículas (acero C en comparación con el acero A, Figura 82) como una mayor deformación (acero H en comparación con el acero G, Figura 84) llevan a una disminución de este exponente, lo que indica que en ambos casos los posibles lugares de nucleación se ven ocupados antes con nuevos granos, dando lugar a una bajada de n .

Además, si se pretendiera derivar una solución analítica desde el modelo de Avrami considerando que la nucleación se produce en dos tipos de lugares preferenciales (es decir, las partículas de segunda fase y las fronteras de grano), la modelización llegaría a unas ecuaciones acopladas de altísima complejidad. Por este motivo, en el presente trabajo se propone una ecuación de la velocidad de nucleación sencilla, pero a la vez flexible. Se introducirá para ello una velocidad, \dot{N} , que dependerá de la superficie de frontera de grano disponible para la nucleación. Para este fin se utilizará el parámetro conocido como

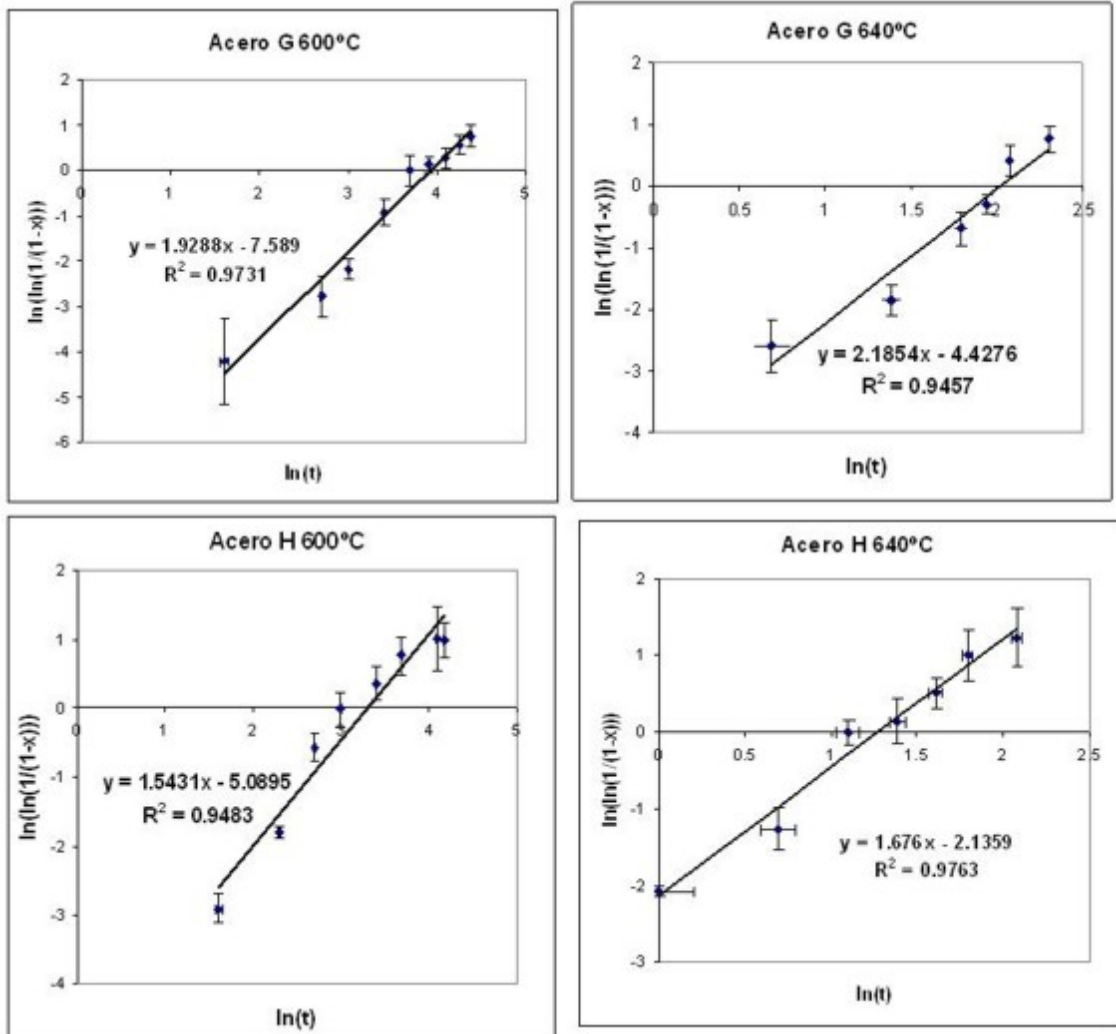


Figura 84: Curva de Avrami de los aceros G y H a dos temperaturas diferentes. El coeficiente de Avrami es igual a la pendiente de la recta. Se indica asimismo la correlación del ajuste.

superficie de frontera de grano por unidad de volumen, S_V , valor que fue medido para cada material estudiado mediante un método de intersecciones (ver sección 4.1). Así se tiene que:

$$\dot{N} \propto S_V \quad (25)$$

A su vez, el modelo que se construirá a partir de esta fórmula se podrá ampliar para los aceros con contenidos importantes en cementita, debido a que las superficies disponibles para la nucleación, tanto en frontera de grano como en las partículas de cementita, son aditivas:

$$S_V = S_V^b + S_V^\theta \quad (26)$$

donde b designa la matriz ferrítica (es decir, aquellos límites donde no está precipitada la cementita) y θ la cementita (es decir, fronteras de grano ocupadas por estas partículas). Esta sencilla consideración formará la base para la modelización del proceso de la recrystalización, tanto para los aceros sin cementita (fase I) como para los aceros con partículas (fase II).

14.2. Velocidad de crecimiento del grano recrystalizado

La velocidad con la que se desplaza la frontera de un grano recrystalizado se puede definir en términos de la movilidad de esta frontera, M , y de la presión motriz P :

$$G = M.P \quad (27)$$

La movilidad M expresa la facilidad con la que los átomos pueden saltar de un grano a otro y depende de la barrera energética que supone la frontera, la distancia y frecuencia del salto y la temperatura. Como se ha observado en una gran cantidad de materiales, como en el aluminio [29, 128], el hierro [32, 33, 129, 130] y el titanio [131], la presión motriz disminuye con el tiempo, principalmente debido a la inhomogeneidad de la deformación⁹ y por el proceso simultáneo de restauración. Una expresión frecuentemente utilizada para incluir este efecto en el valor de G es [9]:

$$G = \frac{A}{1 + Bt^r} \quad (28)$$

que a tiempos largos se reduce a:

⁹Primero se consumen los granos de alta energía, como los de tipo γ , y después los menos energéticos. Esta transición va acompañada de una bajada de la presión motriz.

$$G = Ct^{-r} \quad (29)$$

en muchos casos se encuentra que $r \approx 1$, aunque Vandermeer y Rath [130] encontraron valores de $r = 0,38$. En este trabajo se asume la misma dependencia de G según (29), y se sacará el valor de r de manera experimental.

14.3. Concepto de volumen extendido. Núcleos Fantasma

El modelo de Avrami asume que la nucleación ocurre de manera aleatoria en el material deformado. Durante el desarrollo matemático de este modelo, se asume en primera instancia que cada zona puede recrystalizar más de una vez. Para corregir este error se introduce, a posteriori, el concepto de *volumen extendido de material recrystalizado*, que se describirá a continuación.

Se define dN_{ex} como la cantidad de núcleos que pueden nuclear en un intervalo de tiempo dt , independientemente del número de núcleos previamente formados. El número de núcleos que realmente se formaron en este intervalo, dN , es menor, ya que un nuevo grano no puede originarse en zonas donde ya existen núcleos. La cantidad de granos que hubieran nucleado en el volumen recrystalizado (*núcleos fantasma*) es $\dot{N} \cdot X_V \cdot dt$, así que ambos valores se relacionan de la siguiente manera:

$$dN = dN_{ex} - \dot{N} X_V dt = (1 - X_V) \dot{N} dt \quad (30)$$

Si el volumen de un grano recrystalizado a un tiempo t es V , entonces la fracción del material recrystalizado si los núcleos fantasma fueran reales, X_{Vex} , sería:

$$X_{Vex} = \int_0^t V \cdot d\dot{N} \quad (31)$$

Este valor se conoce como *volumen extendido de material recrystalizado*, y forma la base de la modelización según Avrami. De manera sencilla se puede demostrar que, en este caso, el volumen real y el extendido se relacionan según (ver ecuación (30)):

$$dX_V = (1 - X_V) \cdot dX_{Vex} \quad (32)$$

o, en otras palabras:

$$X_V = 1 - \exp(-X_{Vex}) \quad (33)$$

Sin embargo, esta relación sencilla ya no es válida cuando se produce una nucleación agrupada (*clustered nucleation*). En ese caso, se necesita de una expresión más general. Así, la fracción extendida y real recrystalizada se pueden relacionar por medio de la ecuación [132]:

$$dX_V = (1 - X_V)^i \cdot dX_{Vex} \quad (34)$$

donde i depende de la desviación de la distribución espacial de los núcleos desde el estado aleatorio. Se pueden distinguir 3 casos particulares (Figura 85):

1. $i > 1$: el solapamiento de granos ocurre antes que en el caso de nucleación aleatoria. Esto se ve claramente en los aceros estudiados en este trabajo: un grano nucleado en una frontera de grano tiene mayor probabilidad de «chocar» contra otro comparado con la situación aleatoria. El solapamiento de dos granos recrystalizados no reduce la velocidad con la que crece la fracción recrystalizada en el espacio extendido, dX_{Vex}/dt , pero sí dX_V/dt , ya que disminuye el área superficial total migrante. El parámetro i corrige este desajuste.
2. $i = 1$: el caso de nucleación aleatoria (ecuación (32)).
3. $i < 1$: en este caso los nuevos granos se encuentran más ordenados en el espacio del material deformado (es decir, están equidistantes) que en el caso aleatorio. Los granos solapan con menos frecuencia que si estuvieran ubicados de manera aleatoria.

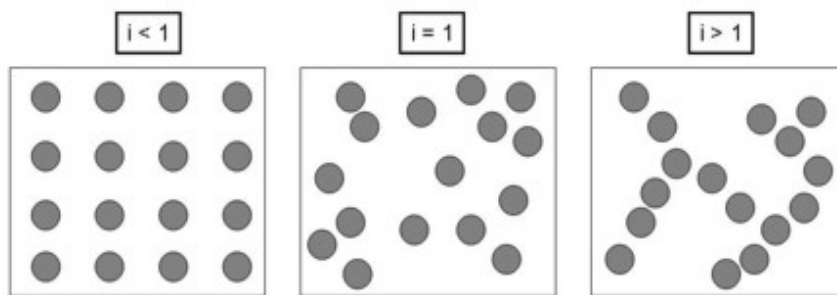


Figura 85: Esquema de los tres tipos de nucleación.

La solución general de la ecuación (34) para el caso de nucleación no aleatoria ($i \neq 1$) es:

$$\frac{(1 - X_V)^{1-i} - 1}{i - 1} = X_{Vex} \quad (35)$$

Gokhale *et al.* [132] encontraron que el caso $i = 2$ presenta los mejores resultados para los aceros bajos en carbono [133]. Por este motivo se utilizará el valor $i = 2$ en el presente estudio, por lo que la expresión (35) se reduce a:

$$\frac{X_V}{1 - X_V} = X_{Vex} \quad (36)$$

15. Nuevo modelo cinético de recristalización para aceros ferríticos sin cementita

En esta sección se presentará un nuevo modelo isotérmico que predice el volumen de fracción recristalizada en función de los principales parámetros del proceso de recocido continuo (temperatura, tiempo y grado de deformación), corrigiendo las tres deficiencias fundamentales del modelo de Avrami. Se considerará la recristalización como un proceso activado térmicamente y caracterizado por un proceso de nucleación y posterior crecimiento del grano recristalizado. En una primera etapa se diseñará el modelo sin tener en cuenta la presencia de partículas de segunda fase, y este modelo se ampliará en el siguiente capítulo para los aceros con cementita.

15.1. Nucleación

En la anterior sección se ha demostrado que las hipótesis básicas de Avrami referentes a la nucleación son demasiado simplistas. En el presente trabajo se introduce una velocidad de nucleación según [134]:

$$\dot{N} = \frac{4}{V_{grano}} f \exp\left(-\frac{Q_n}{RT}\right) \quad (37)$$

donde V_{grano} es el volumen del grano en el estado sin recristalizar (es decir, deformado), f es una frecuencia de intento de recristalización, Q_n es la energía de activación para este proceso, R es la constante de los gases perfectos y T la temperatura absoluta. La frecuencia f con la que los átomos intentan traspasar la frontera durante la recristalización depende de la deformación, y se asume una relación según [135] en el que $f \approx \epsilon^4 \cdot f_0$, donde f_0 es la frecuencia de vibración, que según McLean [136] es $1,3 \cdot 10^9 \text{ s}^{-1}$, mientras que ϵ es un coeficiente vinculado a la deformación, que se definirá a continuación.

El número de nuevos granos por unidad de volumen¹⁰, $\frac{4}{V_{grano}}$, es aproximadamente igual a $N_a \cdot S_V^0$, donde N_a es el número de granos recristalizados por unidad de área de frontera de grano, y S_V^0 es el área de superficie por unidad de volumen del grano deformado. Para las microestructuras de aceros deformados se puede expresar este último de la siguiente manera [137]:

$$S_V^0 = \frac{1}{D_0} \left\{ 0,429 \exp\left(-\frac{\epsilon}{1,15}\right) + 2,571 \exp\left(\frac{\epsilon}{1,15}\right) - 1 \right\} \quad (38)$$

en el que D_0 es el tamaño de grano en la banda caliente (es decir, antes de la deformación en frío) y

$$\epsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{100}{100 - R_t} \right) \quad (39)$$

donde R_t es la reducción del espesor inducida por la laminación en frío. Se ha observado una buena correlación entre los valores calculados de S_V^0 , según la ecuación (38), y los valores medidos con una técnica de intersecciones.

Según Cahn [35] se puede aproximar N_a como K_a/δ^2 , donde K_a es una constante ($K_a = 1,0 \cdot 10^{-9}$) y δ es el espesor de la frontera de grano, que es aproximadamente $2,5 \cdot 10^{-10} m$.

Combinando las ecuaciones se obtiene la siguiente expresión para la velocidad de nucleación:

$$\dot{N} \approx \frac{K_a}{\delta^2} S_V^0 f_0 \epsilon^4 \exp \left(-\frac{Q_n}{RT} \right) \quad (40)$$

15.2. Crecimiento de grano

Partimos de la conocida ecuación de Christian [138] para la velocidad de crecimiento de la frontera de grano G_r :

$$G_r = \delta \nu \exp\left(-\frac{Q_{diff}}{RT}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta G}{RT}\right) \right] \quad (41)$$

En esta expresión ν es la frecuencia característica con la que los átomos saltan a través de la frontera (kT/h en la teoría de Eyring, en la que k y h son las constantes de Boltzmann y Planck, respectivamente), Q_{diff} es la energía de activación para el traspaso de átomos durante el crecimiento (que se asume igual a la energía de autodifusión en hierro α : 286 kJ/mol [139]) y ΔG es la fuerza motriz para el movimiento de la frontera de grano.

¹⁰Aquí se supone una forma tetracaidecaédrica del grano (octaedro truncado), así que hay 8 superficies por grano, que se comparten entre los granos adyacentes.

En este trabajo se asumirá que la fuerza motriz no es constante, sino que disminuye con el tiempo:

$$\Delta G = \Delta G^0 f(t) \quad (42)$$

donde la dependencia temporal $f(t)$ podría ser de tipo exponencial (ecuación (29)) y ΔG^0 dependerá exclusivamente de la temperatura y de la densidad de dislocaciones en el material [140], proporcional a ϵ . El valor de ΔG^0 se puede describir por una relación de tipo Arrhenius:

$$\Delta G^0 = C\epsilon \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (43)$$

donde C es una constante y Q_g la energía de activación para el crecimiento. Teniendo en cuenta que, para fuerzas motrices pequeñas, $1 - \exp\left(-\frac{\Delta G}{RT}\right)$ se reduce a $\frac{\Delta G}{RT}$, se obtiene¹¹:

$$G_r = \frac{C't^{-r}\epsilon\delta\nu}{RT} \exp\left(-\frac{Q_{diff}}{RT}\right) \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) = C^* \epsilon t^{-r} \exp\left(-\frac{Q_{diff} + Q_g}{RT}\right) \quad (44)$$

donde C^* es una constante y r el parámetro que refleja la disminución de la fuerza motriz a medida que avanza el proceso de recristalización.

15.3. Fracción de volumen recristalizado

La fracción de volumen recristalizado, en el espacio extendido, a un tiempo de recocido t se puede expresar de la siguiente manera:

$$X_{ex}(t) = \int_0^t V(t - \tau) \dot{N} d\tau \quad (45)$$

donde $V(t - \tau)$ es el volumen de todos los «granos fantasma» nucleados en el instante τ y \dot{N} es la velocidad de nucleación (ecuación (40)). Para crecimiento isótropo se tiene que:

$$V(t - \tau) = K_v \left(\int_{\tau}^t G_r(t') dt' \right)^3 \quad (46)$$

donde K_v es un factor geométrico que describe la morfología del grano durante el crecimiento (para el caso de esferas se obtiene que $K_v = 4\pi/3$).

Combinando las ecuaciones para la nucleación (40), el crecimiento de grano

¹¹Para las variaciones pequeñas de la temperatura que se estudian en este caso se puede asumir que la dependencia de T sobre G_r viene sobre todo reflejada en el término exponencial y no en el término anterior.

(44) y la fracción recristalizada (ecuaciones (45) y (46)) se obtiene la siguiente expresión para X_{ex} :

$$X_{ex}(t) = C \frac{K_a}{\delta^2} K_v f \epsilon^7 S_V^0 \exp\left(-\frac{3Q_{diff}}{RT}\right) \left(-\frac{Q_n + 3Q_g}{RT}\right) t^{4-3r} \quad (47)$$

La dependencia de la fracción recristalizada con la deformación ϵ coincide con otros modelos de recristalización en aceros bajos en carbono [137].

Las energías de activación se pueden resumir mediante:

$$\exp\left(-\frac{Q_n + 3Q_g}{RT}\right) = \exp\left(-\frac{Q_{ReX}}{RT}\right) \quad (48)$$

La energía de activación para la recristalización, Q_{ReX} , ha sido estudiada detalladamente mediante técnicas calorimétricas, y un valor típico para aceros deformados en frío es 277 kJ/mol [141].

Para obtener la fracción «real» de volumen recristalizado se aplica la fórmula (36). De esta manera, y agrupando las constantes, se obtiene que:

$$\frac{X_V}{1 - X_V} = C \epsilon^7 S_V^0 \exp\left(-\frac{3Q_{diff} + Q_{ReX}}{RT}\right) t^{4-3r} \quad (49)$$

El parámetro r , que refleja la dependencia temporal del crecimiento de los granos recristalizados, se podrá obtener experimentalmente por medio de representaciones gráficas como:

$$\ln\left(\frac{X_V}{1 - X_V}\right) \propto (4 - 3r)\ln(t) \quad (50)$$

15.4. Resultados del modelo cinético sin cementita

En las Figuras 86, 87 y 88 se muestra la tendencia de la ecuación (50) a dos temperaturas del recocido¹². Se ve claramente que la hipótesis de un crecimiento que se ralentiza con el tiempo queda demostrada: en el modelo de Avrami se supone que $r = 0$, lo que no es el caso en ninguno de los aceros estudiados. Se puede observar que r tiene mayor peso a deformaciones más altas (es decir, $4 - 3r$ es más bajo en el acero H). Esto demuestra la utilidad del procedimiento seguido para incluir la variación de la velocidad de crecimiento con el tiempo de recocido en el modelo. Por otra parte, la influencia de la temperatura se puede observar en la Figura 89, para el caso

¹²El error sobre los valores de la ordenada se obtiene de nuevo tras un cálculo sencillo: $dy = d\ln\left(\frac{x}{1-x}\right) = \frac{dx}{x(1-x)}$, donde dx es el error sobre la fracción de volumen recristalizado. Para la abscisa se considera de nuevo que $d\ln(t) = \frac{dt}{t}$, con $dt \approx 0,2$ s.

del acero G. En esta figura se ve que la fuerza motriz para la recristalización disminuye con mayor rapidez a temperatura más baja. Este fenómeno podría estar relacionado con la coincidencia de la recristalización con la restauración, o con un efecto de la textura.

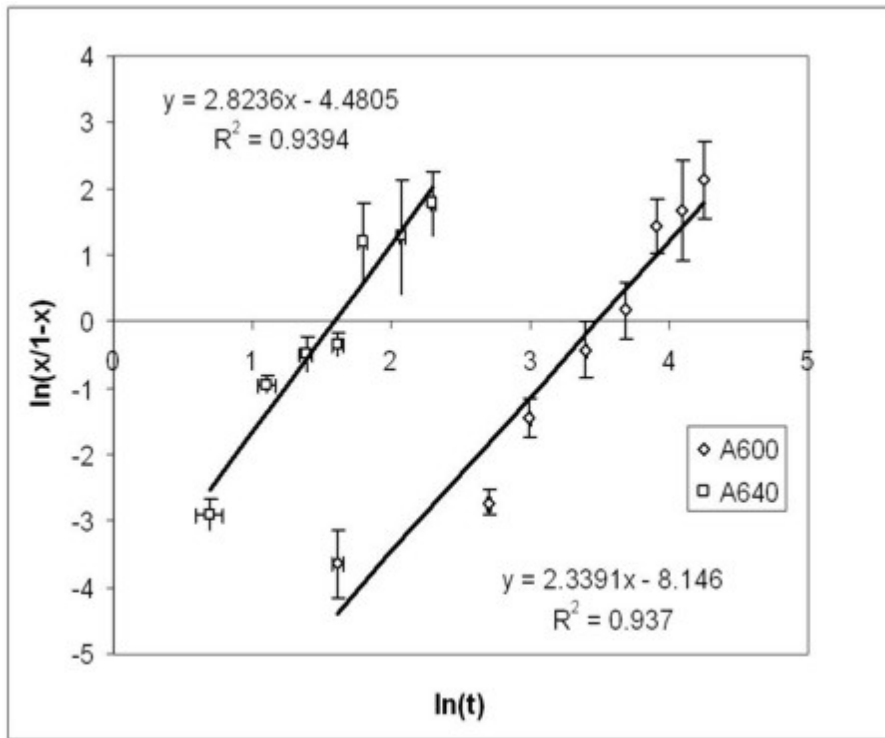


Figura 86: Relación entre $\ln(X_V/1 - X_V)$ y $\ln(t)$ según la ecuación (50) para el acero A a las temperaturas de recocido 600°C y 640°C.

Una manera alternativa de deducir el valor del parámetro r es a través de la ecuación (44):

$$\ln(G_r) \propto -r \cdot \ln(t) \quad (51)$$

Si se tiene en cuenta la ecuación Gokhale [132] que describe G_r :

$$G_r = \frac{1}{S_V^{ReX}} \cdot \frac{\Delta X}{\Delta t} \quad (52)$$

donde S_V^{ReX} es el área por unidad de volumen entre las zonas deformadas y recristalizadas, y que S_V se puede describir por medio de [142]:

$$S_V = K \cdot X_V \cdot (1 - X_V) \quad (53)$$

se puede calcular r para todos los aceros y las temperaturas consideradas, llegando a los mismos resultados que con la ecuación (50).

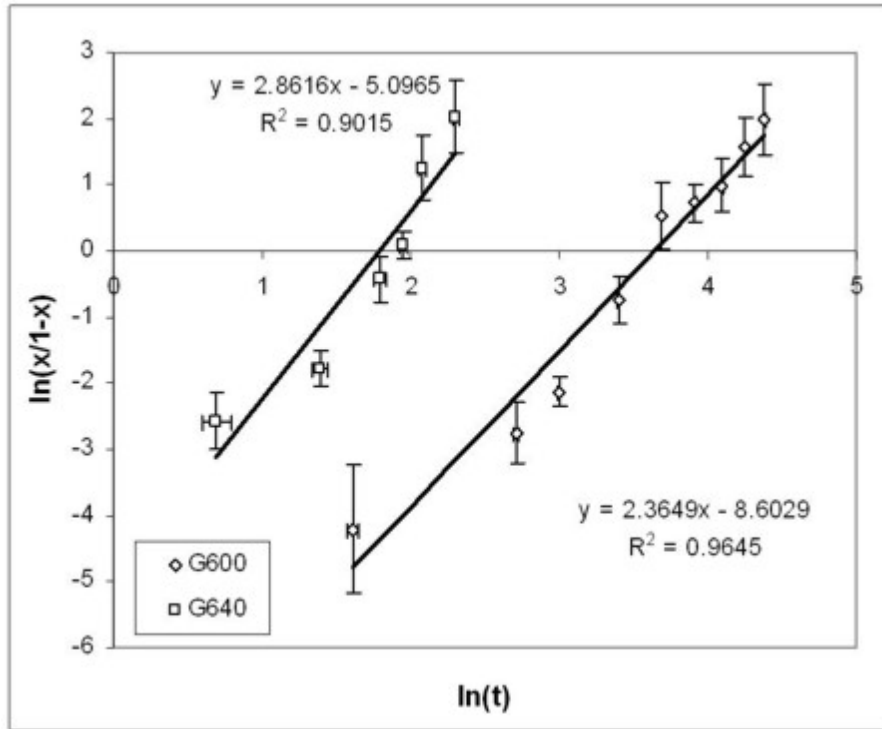


Figura 87: Relación entre $\ln(X_V/1 - X_V)$ y $\ln(t)$ según la ecuación (50) para el acero G a las temperaturas de recocido 600°C y 640°C.

15.5. Evaluación del modelo sin cementita

El resultado de la modelización de la recristalización en aceros sin cementita se muestra en las Figuras 90, 91, 92 y 93. Como ejemplo se han elegido los aceros A, C, G y H durante un mantenimiento isotérmico a 620 °C. En estas figuras se observa claramente que el modelo es capaz de predecir el comportamiento de la recristalización en función de la temperatura y del tiempo del recocido y del grado de deformación. El peor ajuste en el caso del acero G es debido a que la hipótesis de nucleación de una misma clase (la de granos pertenecientes a la fibra γ) pierde su validez a bajas deformaciones, donde

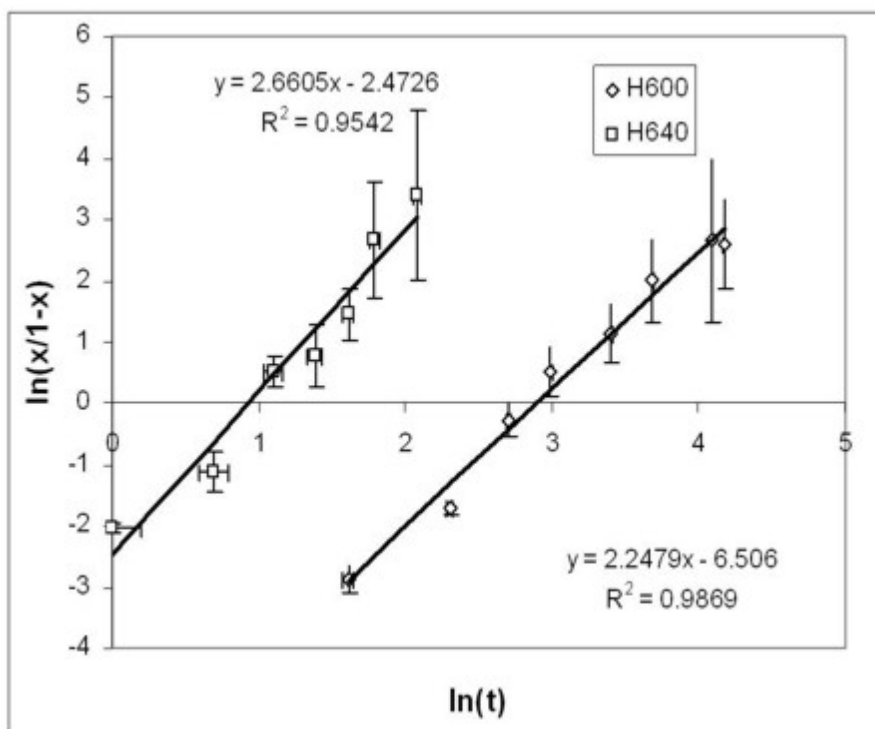


Figura 88: Relación entre $\ln(X_V/1 - X_V)$ y $\ln(t)$ según la ecuación (50) para el acero H a las temperaturas de recocido 600°C y 640°C.

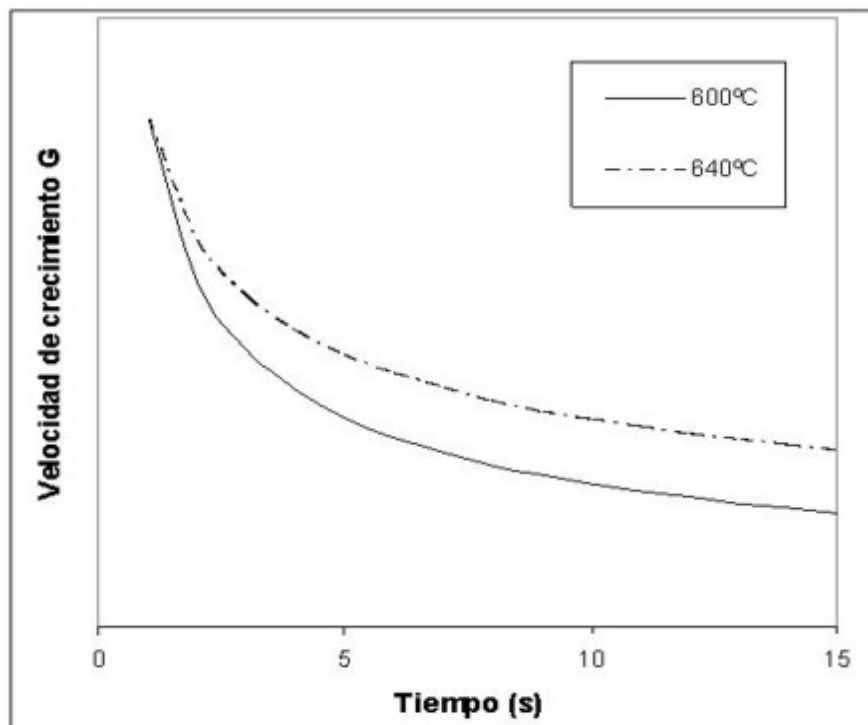


Figura 89: Evolución de la velocidad de crecimiento (en unidades arbitrarias) con el tiempo para el acero G.

ganan peso los procesos de nucleación de otro tipo (p. ej. de baja energía) En el caso de aceros con bajos grados de deformación, ya no se puede asumir un proceso único de nucleación como describe la ecuación 37, y tanto el crecimiento de los granos como el solapamiento dependerán del tipo de nucleación. No obstante, la modificación del modelo para ampliar su campo de validez queda fuera del alcance del presente trabajo.

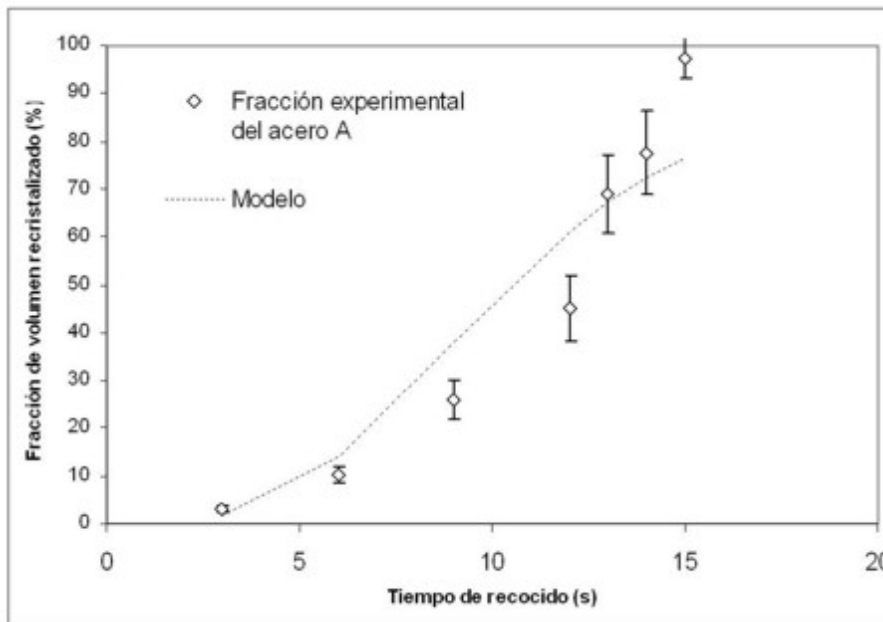


Figura 90: Evolución experimental y modelización del volumen de fracción recristalizada en el acero A para un recocido a 620°C.

En la Figura 91 se observa claramente que, como era de esperar, el modelo diseñado *no* es capaz de predecir correctamente la fracción de volumen recristalizado en aquellos aceros donde la cementita ya no puede despreciarse. El objetivo de la siguiente sección es ampliar el presente modelo, con el fin de incluir el papel de la cementita en los casos en los que dichas partículas se encuentran en cantidades significativas a efectos de su influencia sobre la nucleación de granos recristalizados. Las cantidades de precipitados de cementita podrán ser debidas a una alta cantidad de carbono (aceros B y C) o bien por la fina dispersión de las partículas a bajas temperaturas de bobinado (aceros D y E).

Haciendo un balance del modelo construido para los aceros ferríticos bajos

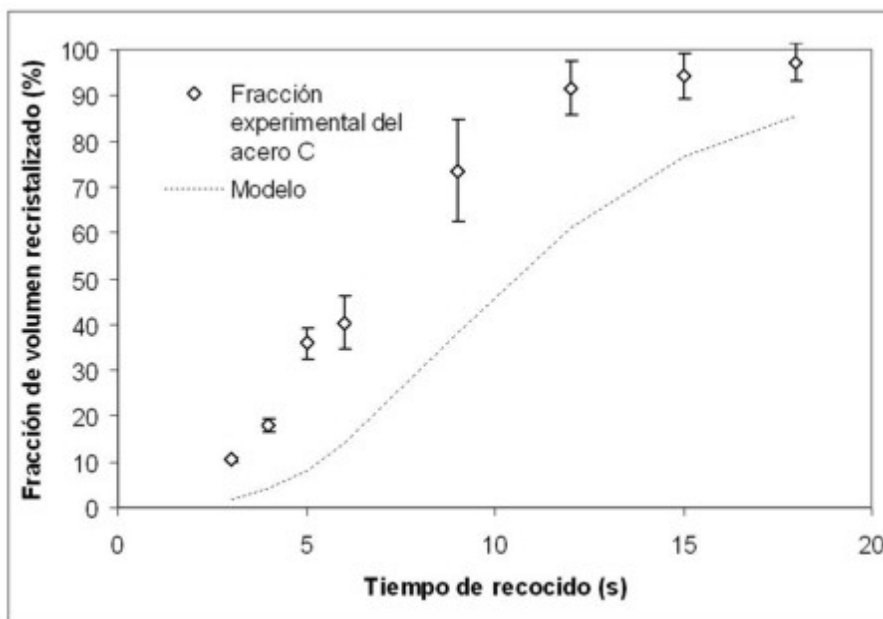


Figura 91: Evolución experimental y modelización de la fracción de volumen recristalizado en el acero C para un recocido a 620°C.

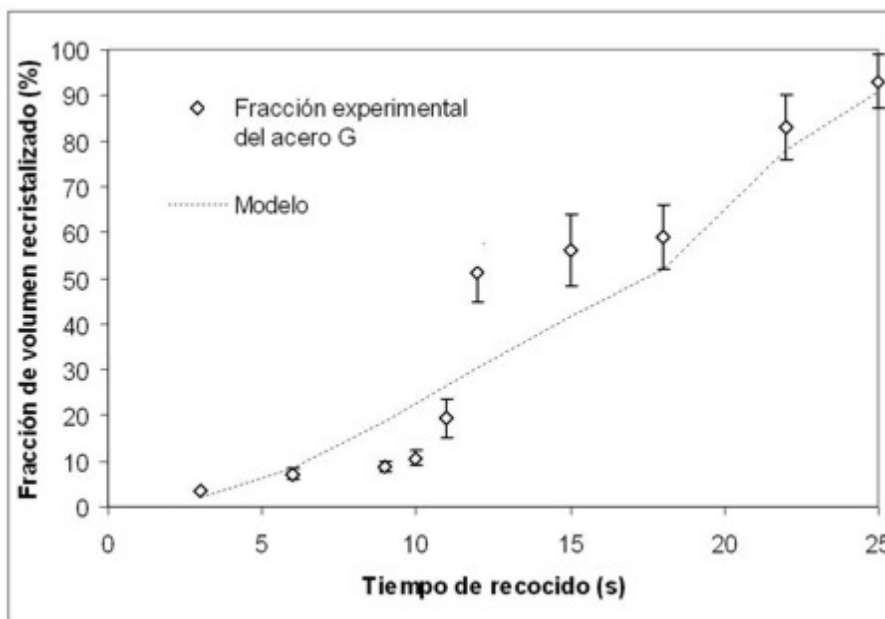


Figura 92: Evolución experimental y modelización de la fracción de volumen recristalizado en el acero G para un recocido a 620°C.

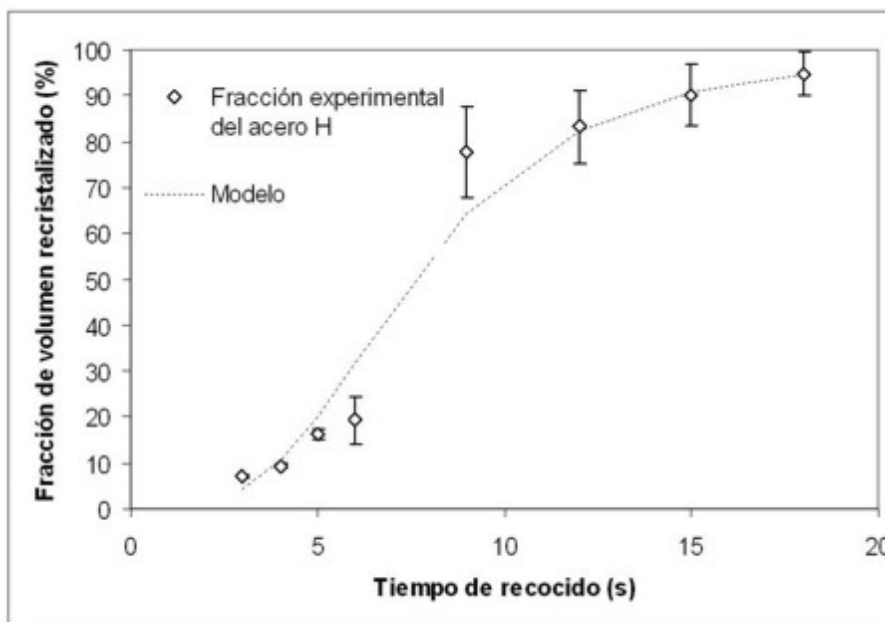


Figura 93: Evolución experimental y modelización de la fracción de volumen recristalizado en el acero H para un recocido a 620°C.

en carbono sin cementita se llega a las siguientes conclusiones:

PUNTOS A FAVOR

- *Nucleación no aleatoria* La nucleación tiene lugar preferentemente en los bordes de grano, como se ha observado experimentalmente (ecuación 37).
- *Crecimiento en función del tiempo* El crecimiento no es constante, sino que disminuye a medida que avanza la recristalización (ecuación).
- *Doble solapamiento* Se trata de un tema importante: la relación entre la fracción de volumen extendido recristalizado, X_{ex} , y el volumen real X_V , ha sido considerada en el modelo propuesto en este trabajo (ecuación 36). Cuando la nucleación no es aleatoria, el solapamiento de los granos ocurrirá antes en los bordes de grano que en el interior de los mismos. Este efecto ha sido incluido en el modelo.

PUNTOS DÉBILES DEL MODELO

- *Simplificaciones* El modelo, a nivel de la textura, sólo tiene en cuenta un tipo de orientación cristalográfica (los granos recristalizados pertenecientes a la fibra γ). Además, no es capaz de predecir el efecto de partículas finas o groseras sobre el progreso de la recristalización. La influencia de la cementita se comentará en la siguiente sección.

En el Anexo se incluye un esquema de flujo que resume los cálculos involucrados en este modelo.

En el siguiente apartado se ampliará este modelo con objeto de que pueda ser aplicado a aquellos aceros que contengan fracciones considerables de cementita, prestando especial atención a la morfología de estas partículas.

16. Modelización de la recristalización en aceros con cementita

A continuación, se comentarán los mecanismos de nucleación y crecimiento en los aceros con cementita, y se presentará la base de un modelo de recristalización para los mismos.

16.1. Consideraciones teóricas del modelo con cementita

16.1.1. Nucleación

Como ya se ha comentado, en los aceros con un grado de reducción en frío elevado (como es el caso general de los aceros ferríticos laminados en frío) el mecanismo de nucleación está relacionado con la rotación y coalescencia de subgranos. Estos subgranos tienen, para el caso de laminación en frío, un tamaño promedio de aproximadamente $0,5 \mu m$ y una desorientación relativa de 3 a 6 grados [15]. La nucleación ocurre cuando un conjunto (*cluster*) de subgranos tiene una desorientación grande ($> 15^\circ$) con respecto a la matriz deformada en su alrededor¹³ (frontera de ángulo alto) y de esta manera puede crecer a costa del material que lo rodea. Como se observa en la Figura 94 este proceso es más fácil en, o cerca del borde de grano, ya que ahí los subgranos son más pequeños y tienen más movilidad. En el modelo de Hayakawa y Szpunar [144] se considera que el número crítico de subgranos para formar un núcleo es $N_c = 5$. El tiempo de coalescencia, $t_{cluster}$ está controlado por el subgrano más grande en el conjunto.

Es importante destacar que el mecanismo de la nucleación alrededor de la cementita es cualitativamente similar al de la nucleación en bordes de grano. En ambos casos se parte de la hipótesis de una zona con una concentración alta de subgranos que viene rodeada de subgranos más grandes y/o con menor grado relativo de desorientación entre las fronteras. En determinadas condiciones energéticas (eventualmente posterior a una primera reorganización mediante la rotación y coalescencia de subgranos) un subgrano, o conjunto de subgranos, se encuentra en la situación óptima para crecer y convertirse en un núcleo (Figura 95).

El papel fundamental que juega la frontera de grano (frontera de alta energía) para que el núcleo supere la barrera energética en el caso de la nucleación en borde de grano viene relevado, en el caso de la nucleación alrededor de la cementita, por la alta desorientación local alrededor de la cementita, ya que la variación de la orientación de los subgranos alrededor de las partículas es muy grande. Esto también implica que la ecuación (40) sigue válida, incluyendo dos modificaciones importantes:

1. Deformación local alrededor de la cementita: $\epsilon \rightarrow \epsilon_{local}$
2. La proporcionalidad $\dot{N} \propto S_v$ no se puede aplicar (ver siguiente sección)

¹³Las leyes que gobiernan la movilidad de las fronteras de ángulo bajo son las de Read-Shockley [143].

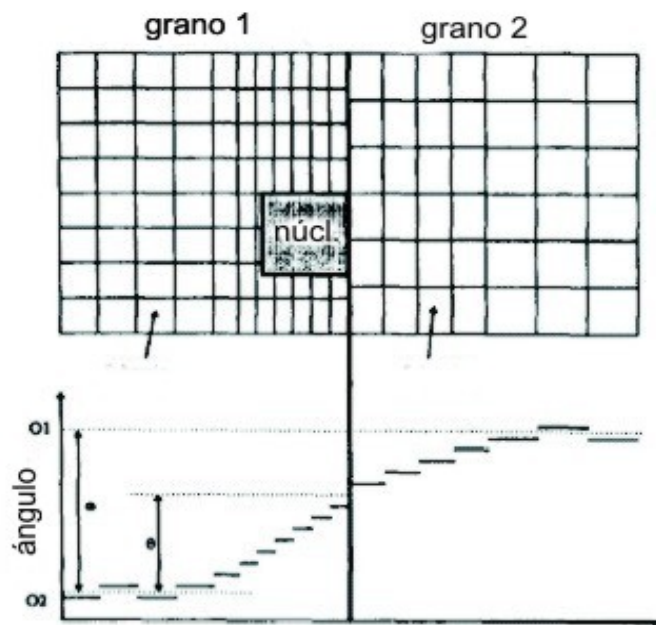


Figura 94: Mecanismo de nucleación en borde de grano según Hayakawa y Szpunar [144]. La energía almacenada del grano 1 es mayor a la del grano 2. O1 representa la orientación del grano 1, O2 la del grano 2.

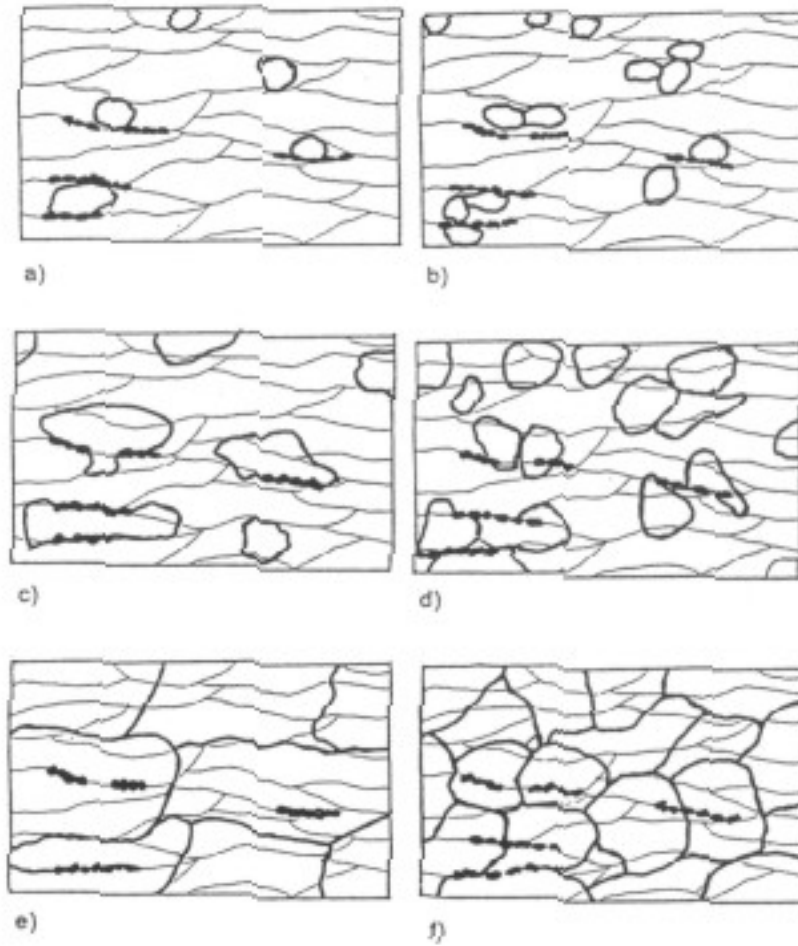


Figura 95: Evolución de la recrystalización en los aceros ferríticos objeto de este trabajo. Se ve como los primeros núcleos crecen en la proximidad de la cementita (a), mientras que los nuevos granos en la matriz nuclean más tarde (c). El material recrystaliza completamente sin que la disolución de la cementita sea considerable (e). A temperatura más alta este proceso se acelera y el tamaño de grano recrystalizado final será más pequeño (b-d-f) [145].

16.1.2. Crecimiento

Ørsund y Nes introdujeron en su modelo [146] la influencia que tiene la deformación alrededor de las partículas groseras sobre el crecimiento G . En el contexto de la cementita se podría escribir la relación entre la velocidad de los granos nucleados en estas partículas, G_θ y la velocidad de los granos nucleados en las fronteras de grano, G_b de la siguiente manera:

$$G_\theta = G_r [1 + \varphi(\rho)] \quad (54)$$

donde G_r está definido por la ecuación (44) y ρ es el tamaño de la partícula. Ésta última es una modificación importante que hay que hacer al modelo de Ørsund y Nes, ya que la velocidad de crecimiento de los granos alrededor de la cementita depende mucho del tamaño que tengan estas partículas. Para encontrar una expresión válida para $\varphi(r')$ se combinarán las fórmulas existentes con las observaciones experimentales en los aceros B, C, D y E.

16.1.3. Modelo de recristalización con cementita

Para este modelo se considera que se puede escribir la superficie de frontera de grano por unidad de volumen de la siguiente manera:

$$S_v^0 = f_v^\theta \cdot S_v^0 + (1 - f_v^\theta) \cdot S_v^0 \quad (55)$$

donde f_v^θ es la fracción de borde de grano que está *ocupado* por la cementita (se asume que toda la precipitación de cementita tiene lugar en las fronteras de grano), que también se puede escribir como:

$$f_v^\theta = \frac{S_v^\theta}{S_v^{tot}} \quad (56)$$

esto es, como la relación entre la superficie donde se encuentra Fe_3C por unidad de volumen y la superficie por unidad de volumen total (siempre en estado de recepción). El esquema de esta hipótesis está representado en la Figura 96.

Por tanto, en este modelo se trabaja con 2 tipos de recristalización:

1. alrededor de la cementita: $f_v^\theta, \dot{N}_\theta, G_\theta$
2. en las fronteras de grano libres de carburos («bulk»): $1 - f_v^\theta, \dot{N}_b, G_b$

Para el volumen extendido X_{ex} , es decir, no teniendo en cuenta el solapamiento de granos, es válida la siguiente expresión:

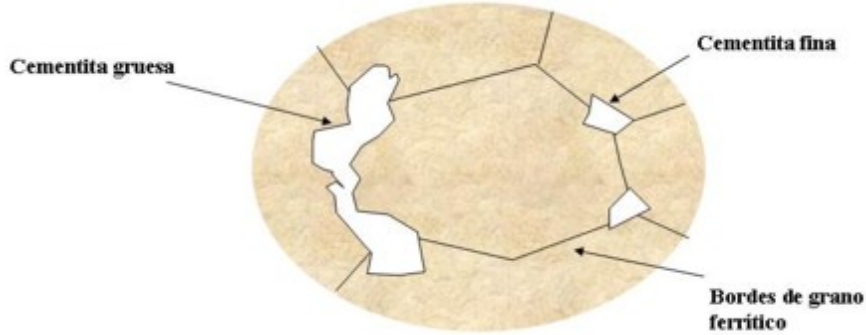


Figura 96: Representación esquemática de la microestructura con fronteras de grano libres, ocupadas con cementita gruesa (izquierda) y con cementita fina (derecha).

$$X_{ex} = X_{ex}^{\theta}(t) + X_{ex}^b(t) \quad (57)$$

La expresión para $X_{ex}^b(t)$ es la que se ha desarrollado en el modelo sin cementita, en la ecuación (47), cambiando S_v^0 por $(1 - f_v^{\theta}) \cdot S_v^0$, ya que sólo una fracción de las fronteras de grano total participa ahora en la recrystalización. Para el valor del parámetro r (crecimiento no constante) se ha tomado el del acero de referencia A.

La expresión del volumen extendido de los granos nucleados alrededor de la cementita será entonces:

$$X_{ex}^{\theta}(t) = f_v^{\theta} \cdot K \cdot \dot{N}_{\theta} \cdot G_{\theta}^3 \quad (58)$$

donde K es una constante, \dot{N}_{θ} es la expresión de la nucleación donde, según se ha comentado en la sección 16.1.1, se cambia la deformación global por la local, y G_{θ} está explicitado en la ecuación (54). Este modelo tiene la ventaja de incluir tanto la influencia de la cantidad de cementita como su morfología, como se explicará más en detalle en la siguiente sección. Asimismo, este modelo se podría incluso ampliar para predecir la textura de la microestructura recrystalizada, ya que el balance entre X^{θ} y X^b es comparable a la relación entre granos con orientación aleatoria y granos de la fibra γ . Sin embargo, este tema no será abordado en el ámbito de este trabajo de tesis.

16.2. Expresión para el grado de ocupación de la frontera de grano

Buscar una expresión para f_v^θ es muy importante, ya que define la relevancia de la cementita sobre el proceso total de recristalización. Sin embargo, es casi imposible encontrar una expresión teórica para esta variable en función del contenido en carbono y de la temperatura de bobinado. Además, dicha predicción teórica podría llevar a grandes errores y así sobreestimar o infravalorar considerablemente el papel de la cementita. En el presente modelo se opta por un método semi-empírico. Para incluir la influencia de la temperatura de bobinado se define un parámetro α sin dimensiones igual a

$$\alpha(CT) = \frac{CT_{max} - CT}{CT_{max} - CT_{min}} \quad (59)$$

Donde CT es la temperatura de bobinado. De esta manera, si la temperatura de bobinado es máxima $\alpha = 0$, mientras que a temperatura mínima $\alpha = 1$. Teniendo en cuenta que el bobinado a temperatura más baja conlleva una distribución más fina de la cementita se puede suponer que:

$$f_v^\theta \propto e^{m \cdot \alpha} \quad (60)$$

donde m es un factor de proporcionalidad que se puede deducir mediante una comparación de los aceros A, D y E.

La dependencia de f_v^θ con el contenido en carbono se puede formular como:

$$f_v^\theta \propto [\%C]^a \quad (61)$$

donde $[\%C]$ es la concentración en carbono en % en masa. En este caso a es un parámetro que se puede obtener mediante un estudio en los aceros A, B y C. De esta manera se llega a la siguiente expresión de f_v^θ :

$$f_v^\theta = A \cdot [\%C]^a \cdot e^{m \cdot \alpha} \quad (62)$$

donde A es un constante que asimismo se deduce del estudio de la precipitación de la cementita en los aceros A hasta E. Para este estudio, se puede considerar que la precipitación más gruesa se consigue a $CT_{max} = 750^\circ C$, y que la más fina se consigue a $CT_{min} = 550^\circ C$.

16.3. Estudio de la precipitación de cementita en las fronteras de grano

Para determinar el parámetro f_v , que es la fracción de frontera de grano por volumen que está ocupada por cementita (ver ecuación (56)), se necesitaba

medir tanto la fracción de frontera de grano total como la fracción de frontera de grano que está ocupada por precipitados de Fe_3C .

Para ello se han atacado los aceros A, B, C, D y E en estado de recepción con picral primero y después con nital. Esta combinación de ataques permite ver tanto las fronteras de grano como las partículas en los bordes de grano¹⁴. Un ejemplo de una micrografía de un acero donde se aplicó el ataque consecutivo de picral y nital se muestra en la Figura 97.

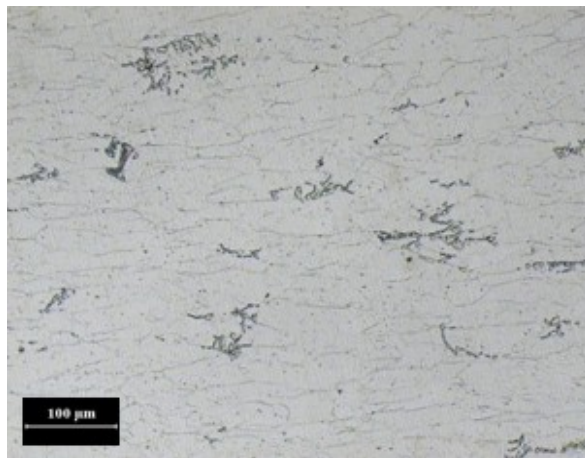


Figura 97: Micrografía del acero B (estado de recepción) atacado con picral+nital. Se observan tanto las fronteras de grano como las partículas de cementita.

El conocimiento de este parámetro permite evaluar los parámetros del modelo a y m , según la ecuación (62). Este cálculo se presenta en la Figura 98. Se observa que el ajuste es muy bueno, llevando a una ecuación del siguiente tipo:

$$f_v^\theta = A.[\%C]^{0,61} \cdot e^{0,28 \cdot \alpha} \quad (63)$$

Sin embargo, es oportuno hacer algunos comentarios:

- Como es sabido el ataque con picral tiende a sobrevalorar el contenido de partículas en el material, ya que tiende a revelar zonas que no son partículas (manchas, otras inclusiones, zonas con muchas dislocaciones,...). Si se considerase que esta *sobrevaloración* ocurre aproximadamente de manera similar en todos los aceros, el valor de A en

¹⁴Se sacaron 3 micrografías y se aplicó una técnica de intersecciones, con un mínimo de 500 intersecciones por acero.

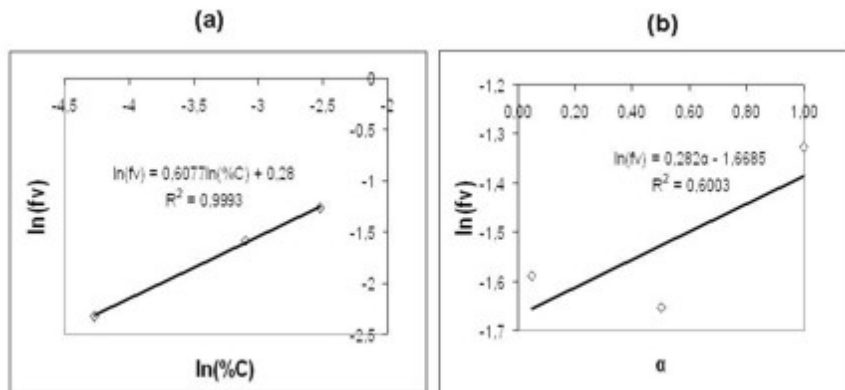


Figura 98: Cálculo de la influencia del contenido en carbono (izquierda) y de la temperatura de bobinado (derecha) sobre el parámetro f_v^θ . Se observa claramente que la influencia del contenido en carbono sobre dicho parámetro es más importante que la influencia de la temperatura de bobinado.

la ecuación (63) sería un *valor máximo*. Sin embargo, por experiencia en los métodos de microscopía y metalografía, y teniendo en cuenta la técnica utilizada para medir f_v (intersecciones), se puede asumir que esta sobrevaloración es mayor cuanto más fina es la cementita, o sea, más importante en el caso de los aceros D y E.

- Además de la influencia del ataque sobre la medida de f_v^θ hay otro factor importante: cuando la cementita está en bloque se *infravalora* su efecto sobre este parámetro A , debido a la técnica de intersecciones. Esto se muestra en la Fig. 99. Se demuestra así que el parámetro experimental A , sacado de los aceros B y C, se está *infravalorando* por los motivos señalados.
- Estas consideraciones no afectan al cálculo de los parámetros a y m ; sin embargo, sí influyen en el parámetro A . De hecho, como era de esperar se obtuvo un valor alto de A para los aceros con cementita fina (el ataque con picral sobrevalora la presencia de la cementita fina) y un valor bajo para aquéllos que tienen cementita gruesa. Por este motivo se ha dejado a A como valor de ajuste del modelo, siendo los valores obtenidos en caso de los aceros C y E su límite inferior y superior, respectivamente.

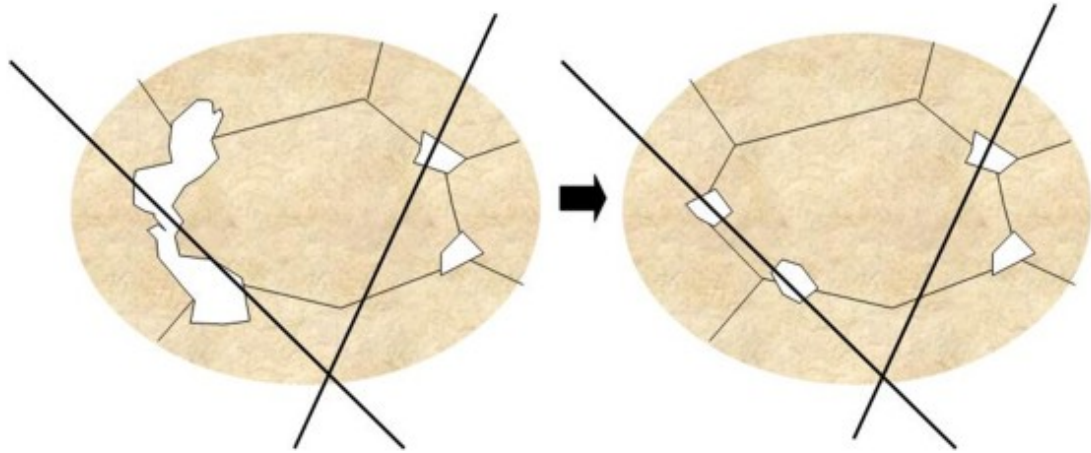


Figura 99: Demostración de que con la técnica utilizada, la precipitación de la izquierda (cementita gruesa en el borde entre 2 granos deformados) sería equivalente a la de la derecha (2 partículas finas de cementita).

16.4. Deformación alrededor de la cementita

Un parámetro importante en el modelo es el de la deformación alrededor de las partículas, ya que el exceso de dislocaciones en las zonas cerca de la cementita (algunos autores [147] hablan de la PDZ, *particle deformation zone*) acelera tanto la nucleación como el crecimiento de nuevos granos. Este aspecto fundamental se muestra de nuevo en la Figura 100.

Generalmente se considera que la zona de influencia de la cementita (el radio de la zona deformada por su presencia) se extiende a una distancia igual al diámetro de la partícula, sin embargo no existen trabajos donde se cuantifique esa deformación. Además, los modelos que incluyen la influencia de partículas de segunda fase sobre la recrystalización (PSN) no tienen en cuenta el tamaño de esas partículas, aunque es claramente un factor relevante.

Para calcular un valor aproximado de la deformación local generada por la partícula de cementita (es decir, del valor de ϵ_{local}) se pueden efectuar medidas de microdureza que, no obstante, sólo darán valores aproximados del exceso de deformación en la ferrita colindante a la cementita. Para obtener medidas más precisas se ha recurrido en este trabajo a la técnica de nanoindentación.

Para ello se han comparado los valores de la nanoindentación (carga máxima: $800 \mu N$) tanto en la zona colindante a la cementita como en la matriz ferrítica

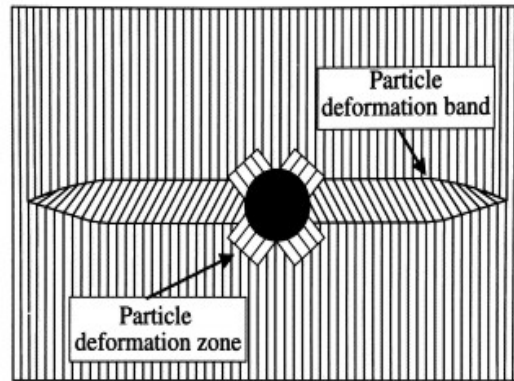


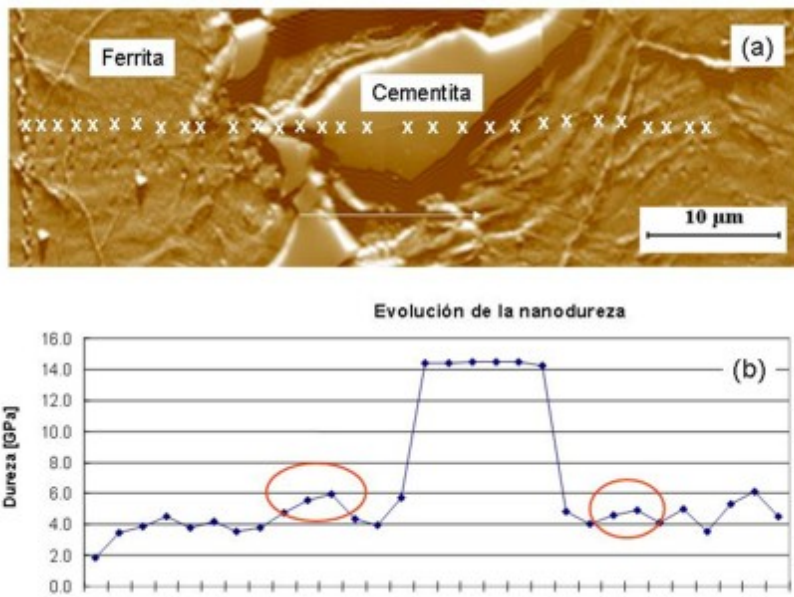
Figura 100: Esquema de las deformaciones alrededor de una partícula de segunda fase grande ($> 1 \mu m$). Aparte de la zona deformada (PDZ) pueden aparecer también bandas de deformación adicionales (PDB), que en este trabajo no se tienen en cuenta debido a su menor influencia sobre la recristalización [147].

sin precipitación. La Figura 101(a) muestra las tres series de nanoindentaciones a lo largo de la microestructura, atravesando la partícula de cementita. El nanoindentador empleado permite asociar la huella de cada indentación con un valor de la dureza. La Figura 101(b) muestra la relación de la dureza a lo largo de la serie superior de indentaciones, que ha sido resaltada mediante cruces blancas.

Se observa claramente que la cementita es la fase más dura, con valores de dureza alrededor de 14 GPa. En un mapa tridimensional (Figura 102), realizado mediante la microscopía confocal, se refleja este valor alto de la dureza en que esta fase sobresala de la ferrita, debido a que durante el proceso de preparación (desbaste y pulido) las fases duras se desgastan menos que las blandas.

La fase ferrítica lejos de la cementita tiene una dureza típica de 4 GPa. Sin embargo, se observan algunas huellas cerca de la cementita donde la dureza sube, alcanzando valores superiores a 6 GPa. Esta observación demuestra la hipótesis formulada de que la dureza (y, por lo tanto, la deformación), es superior en las zonas con deformación por la influencia de partículas gruesas¹⁵. Cuando la morfología de la cementita es fina (acero E) el efecto de la

¹⁵La bajada de la dureza que se observa en algunos casos justo antes de entrar en la cementita está probablemente relacionada con la formación de huecos (*voids*), como sostienen algunos autores [148]. Sin embargo, la nucleación no empieza en esas zonas, sino



deformación local será menor.

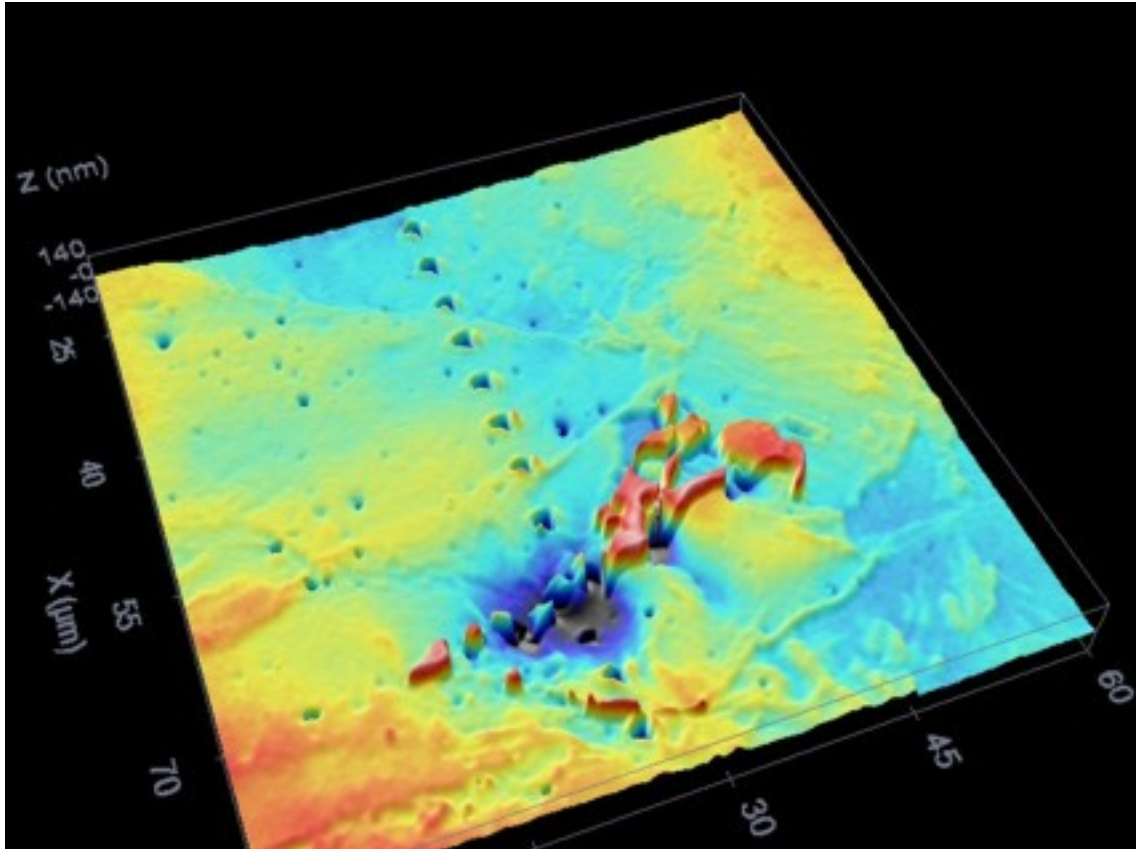


Figura 102: Imagen topográfica de una línea de nanoindentaciones atravesando la zona con cementita. Realizada mediante microscopía confocal en la Universidad Técnica de Eindhoven (Holanda).

Estas medidas de nanoindentación han demostrado la existencia de un exceso de dislocaciones cerca de la cementita, que forma la base de la nucleación inducida por partículas (PSN), y permitirán introducir este parámetro, a través de la variable ϵ_{local} en el modelo global de la recristalización.

en la ferrita rica en dislocaciones colindante a la cementita.

16.5. Expresión para el exceso de velocidad de crecimiento alrededor de la cementita

Una última incognita para el modelo de recristalización en presencia de cementita concierne a la variación del crecimiento del grano alrededor de la cementita. Como ya se explicó, se asume que G_θ (la velocidad de crecimiento alrededor de las partículas) está relacionada con G_b (la velocidad en la matriz, tal y como se ha deducido en el modelo sin cementita) según la ecuación (54).

La determinación del valor de G se puede conseguir de la siguiente manera: por definición de la velocidad de crecimiento general $\langle G \rangle$ se puede escribir que:

$$\langle G \rangle = \frac{dR_{ex}}{dt} \quad (64)$$

donde R_{ex} es el tamaño de grano recristalizado en el espacio extendido, es decir, sin tener en cuenta el solapamiento (*impingement*). Un método fácil y clásico para sacar un valor aproximado de $\langle G(t) \rangle$ sería entonces representar el tamaño de los granos recristalizados más grandes (aquéllos que no han sufrido solapamiento) para distintos tiempos. Sin embargo, dado que este método es impreciso sería conveniente encontrar una expresión para la R real, no extendida. Partiendo de la ecuación (54) se encuentra que:

$$\frac{dR_{ex}^\theta}{dt} = (1 + \varphi) \cdot \frac{dR_{ex}^b}{dt} \quad (65)$$

donde R_{ex}^θ es el tamaño extendido de los granos nucleados alrededor de la cementita y R_{ex}^b el de los demás granos recristalizados. Además, sabemos que para nucleación no aleatoria (*clustered nucleation*) la relación entre la fracción de volumen recristalizado real y la extendida viene dada mediante la ecuación (36), o, que es lo mismo,

$$\frac{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R^3 \cdot N_v}{1 - \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R^3 \cdot N_v} = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R_{ex}^3 \cdot N_v^{ex} \quad (66)$$

y donde N_v es el número de núcleos. Rios y Padilha [149] relacionaron este número con el número de núcleos en el espacio extendido de la siguiente manera:

$$\frac{N_v}{N_v^{ex}} \approx \left(\frac{X_V}{-\ln(1 - X_V)} \right)^{2/3} \quad (67)$$

Esta dependencia entre la nucleación real y extendida y la fracción de volumen recristalizado extendido se muestra en la Figura 103.

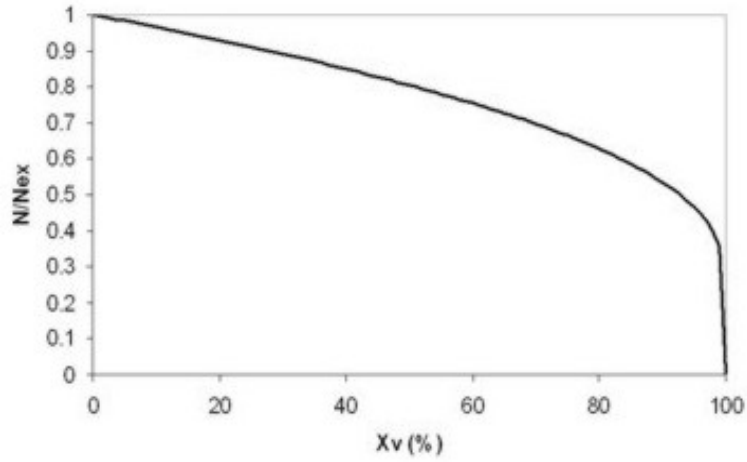


Figura 103: Evolución de la relación entre la nucleación extendida y la nucleación real y la fracción de volumen recrystalizada.

Teniendo en cuenta que inicialmente ($X_V = 0$) $N_v/N_v^{ex} = 1$ y que esta relación disminuye lentamente, se obtiene un valor final ($X_V = 0,99$) de $N_v/N_v^{ex} \approx 0,36$. Así, para los primeros pasos de la recrystalización (la velocidad de crecimiento inicial) podemos asumir que

$$\frac{N_v}{N_v^{ex}} \approx 1 \quad (68)$$

lo que lleva a la siguiente expresión final de la ecuación (66) para la relación de los tamaños de grano reales:

$$\frac{R_\theta^{ex}}{R_b^{ex}} = 1 + \varphi = \frac{R_\theta}{R_b} \cdot \sqrt[3]{\frac{3 - 4\pi R_b^3 \cdot N_v^b}{3 - 4\pi R_\theta^3 \cdot N_v^\theta}} \quad (69)$$

Esta ecuación permite sacar un valor de φ en función de variables fácilmente medibles: los tamaños de grano recrystalizados reales alrededor de la cementita R_θ y en la ferrita R_b y el número de nuevos granos (otra vez reales) en ambos casos (N_v^θ y N_v^b respectivamente).

El resultado de esta fórmula se muestra en la Figura 104 para los dos casos extremos de partículas más gruesas (C) y más finas (E).

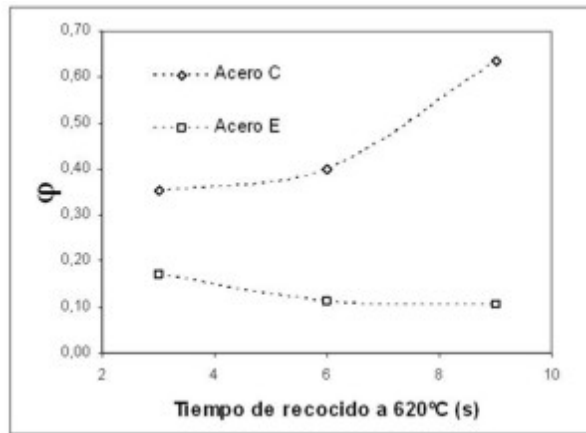


Figura 104: Evolución de φ durante el recocido en los aceros C y E. Se observa claramente que esta variable se mantiene prácticamente constante durante la recristalización. En el caso del acero C se observa que a fracciones muy altas del volumen recristalizado el cálculo propuesto según la ecuación (69) ya no es válida.

16.6. Resultado calculado del nuevo modelo

La predicción teórica de la fracción de volumen recristalizado según el nuevo modelo se muestra en la Figura 105. Se observa que el nuevo modelo es capaz de distinguir entre los diferentes procesos de recristalización, incluido el efecto de una distribución más o menos fina de los carburos.

En el Anexo se incluye un esquema de flujo que resume los cálculos involucrados en el modelo global.

Para validar este modelo se han llevado a cabo varios procesados distintos (aceros procesados en laboratorio), según la Tabla 5, variando los diferentes parámetros del modelo (temperatura de recocido y del bobinado, contenido en carbono, reducción en frío,...). El resultado de estos ensayos finales se presentará en la siguiente sección.

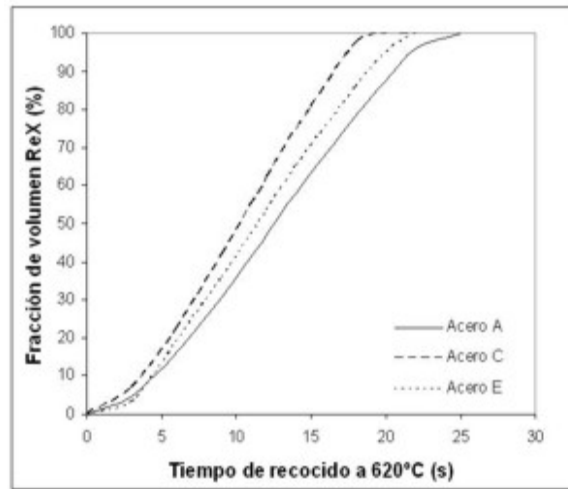


Figura 105: Evolución de la fracción de volumen recristalizado en los aceros A, C y E durante el recocido a 620°C predicha según el nuevo modelo.

17. Validación del modelo global de recristalización

17.1. Validación del modelo sin cementita y selección de ensayos para la validación del modelo con cementita

En primer lugar conviene resumir los principales objetivos de la modelización, con el fin de poder hacer una selección precisa de los ensayos para validar cada modelo.

En la primera parte de la modelización se ha diseñado un modelo que es capaz de predecir la fracción de volumen recristalizado para distintas condiciones de recocido y de deformación. Como se puede observar en la Figura 106 este modelo predice con alta precisión los valores experimentales para la fracción de volumen recristalizado. En esta figura se observa también que, cuando la cementita no juega un papel determinante, el modelo clásico de Avrami también es capaz de modelizar la recristalización con bastante éxito.

La diferencia entre ambos modelos radica por una parte en que el modelo de Avrami utiliza parámetros como n y k cuyo significado físico es difícil de interpretar, mientras que el nuevo modelo está plenamente construido en base a variables físicas. Otra ventaja del presente modelo es su versatilidad,

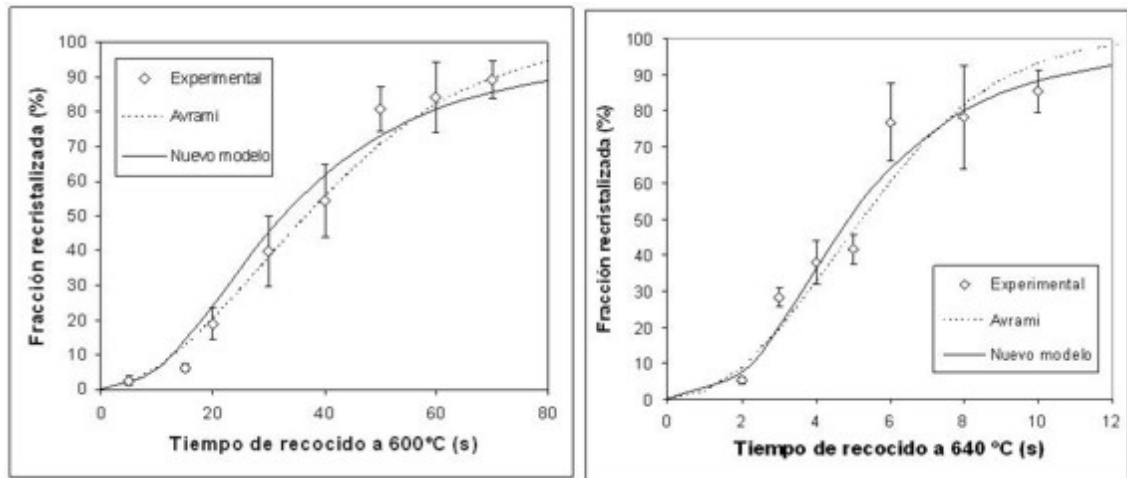


Figura 106: Evolución de la fracción de volumen recristalizado en el acero A a 600 y 640°C y predicción de los valores experimentales según el modelo de Avrami y el nuevo modelo.

ya que permite ampliar el rango de aplicabilidad a aquellos aceros donde la presencia de cementita ya no es despreciable.

Para validar el modelo global de recristalización, que incluye no solamente el efecto acelerador de las partículas sobre el proceso de nucleación y crecimiento, sino también la influencia de su morfología y distribución, se ha llevado a cabo una serie de procesados en laboratorio, de manera que los ensayos de validación *cubran todo el campo de aplicabilidad del modelo*:

- Temperatura de recocido baja, intermedia y alta
- Contenido en carbono bajo, intermedio y alto
- Precipitación de la cementita en partículas finas, intermedias y gruesas

Las condiciones para obtener los aceros procesados en laboratorio se muestran en la Tabla 5.

17.2. Grado de ocupación de las fronteras de grano por partículas de cementita

Con el fin de validar el modelo global diseñado en el presente trabajo, se ha estudiado la evolución de la fracción recristalizada en los aceros procesados en laboratorio detallados en la citada Tabla 5 de la sección 3.2.

En primer lugar se estudió la precipitación de la cementita a través del grado de ocupación de borde de grano por cementita f_v^θ en estos aceros. Los resultados de este estudio, que se ha desarrollado de igual modo que en la sección 16.3, se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6: Grado de precipitación de cementita en los aceros procesados en laboratorio.

Acero	[%C]	CT [°C]	CR %	α	f_v^θ
WR1	0,045	500	59,6	1	0,23
WR2	0,045	650	52,0	0,5	0,22
WR3	0,045	800	84,5	0	0,20
WR4	0,080	500	50,5	1	0,27
WR5	0,080	650	80,1	0,5	0,26
WR6	0,080	800	65,7	0	0,24

Como ejemplo se muestran en la Figura 107 las micrografías de los aceros con la ocupación de cementita más baja (acero WR3) y más alta (WR4).

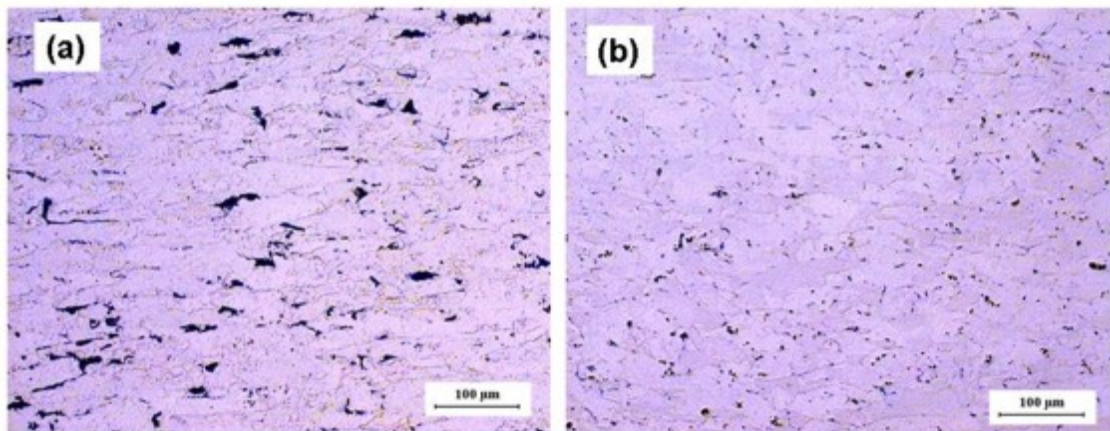


Figura 107: Micrografías de los aceros (a) WR3 y (b) WR4 en estado laminado en frío.

Se observa que los valores f_v^θ obtenidos experimentalmente se ajustan adecuadamente a los valores de la figura 98, lo que demuestra la validez de la fórmula (63).

17.3. Evolución de la fracción recristalizada en los aceros procesados en laboratorio

A continuación se estudiará la evolución de la fracción recristalizada de los aceros procesados en laboratorio en función de la composición, el tiempo y la temperatura de recocido. En la Figura 108 se comparan los resultados experimentales obtenidos para los aceros WR1 y WR5, con un recocido a 620°C, con los resultados calculados con el modelo global diseñado. Se observa claramente que el modelo se ajusta bien a los datos experimentales y que el acero WR1 tiene un comportamiento de recristalización más lento que el acero WR5. Esta comparación pone de manifiesto que el efecto de la dispersión más fina de la cementita en el acero WR1 viene superado por el del mayor contenido en carbono y mayor grado de deformación del acero WR5. Sólo a altas temperaturas se observa un deterioro del ajuste del modelo, probablemente debido a un exceso de simplificación del complejo proceso de solapamiento (*impingement*).

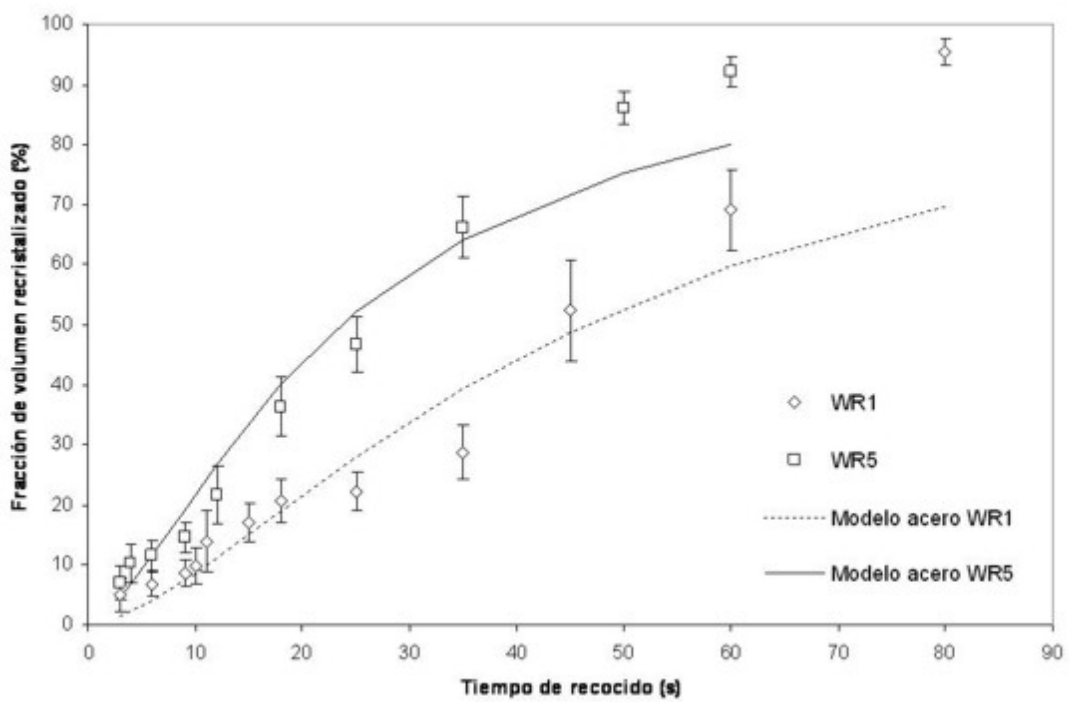


Figura 108: Evolución de los resultados experimentales y calculados mediante el modelo de cinética global, de la fracción recristalizada en los aceros WR1 y WR5 durante el recocido a 620°C.

En la Figura 109 se comparan los resultados experimentales y calculados de la cinética de recrystalización de los aceros WR2 y WR4 durante un mantenimiento isotérmico a 640°C. Una vez más se observa una correlación entre los datos experimentales y calculados. En estas gráficas se evidencia que el acero con mayor contenido en carbono y con partículas de cementita más finas es el que recrystaliza con mayor velocidad a igual grado de deformación.

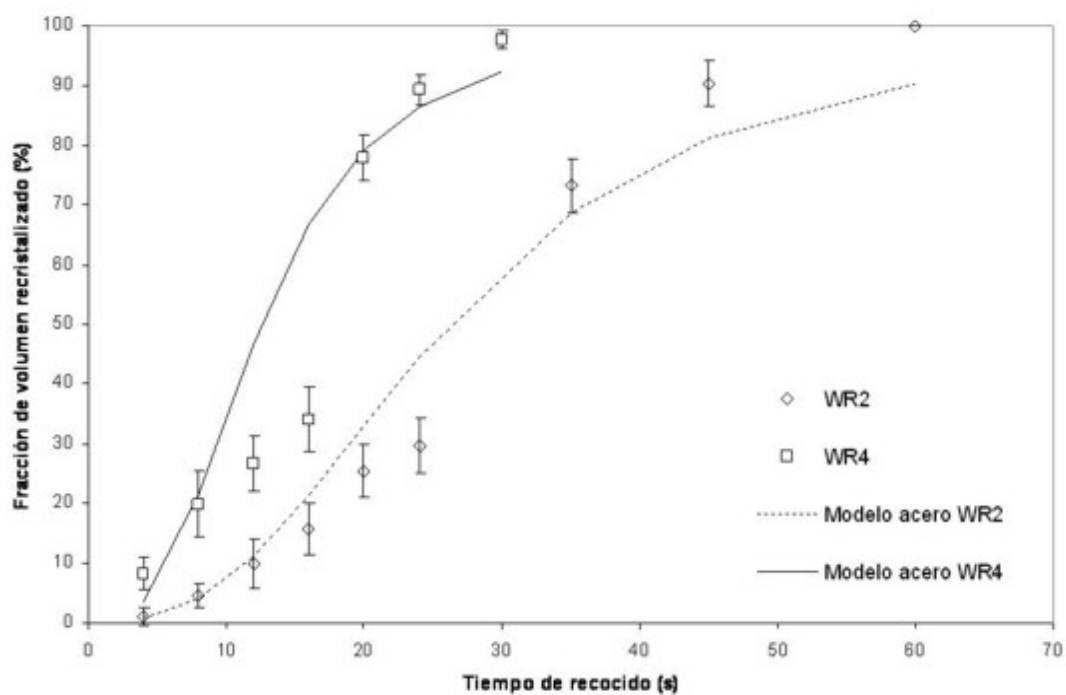


Figura 109: Evolución de los resultados experimentales y calculados mediante el modelo de cinética global, de la fracción recrystalizada en los aceros WR2 y WR4 durante el recocido a 640°C.

Por último se han comparado, en la Figura 110, los aceros WR3 y WR6, para un recocido a 600 °C. En este caso se observa que el acero con menor contenido en carbono (WR3) recristaliza antes, debido al efecto del mayor grado de deformación.

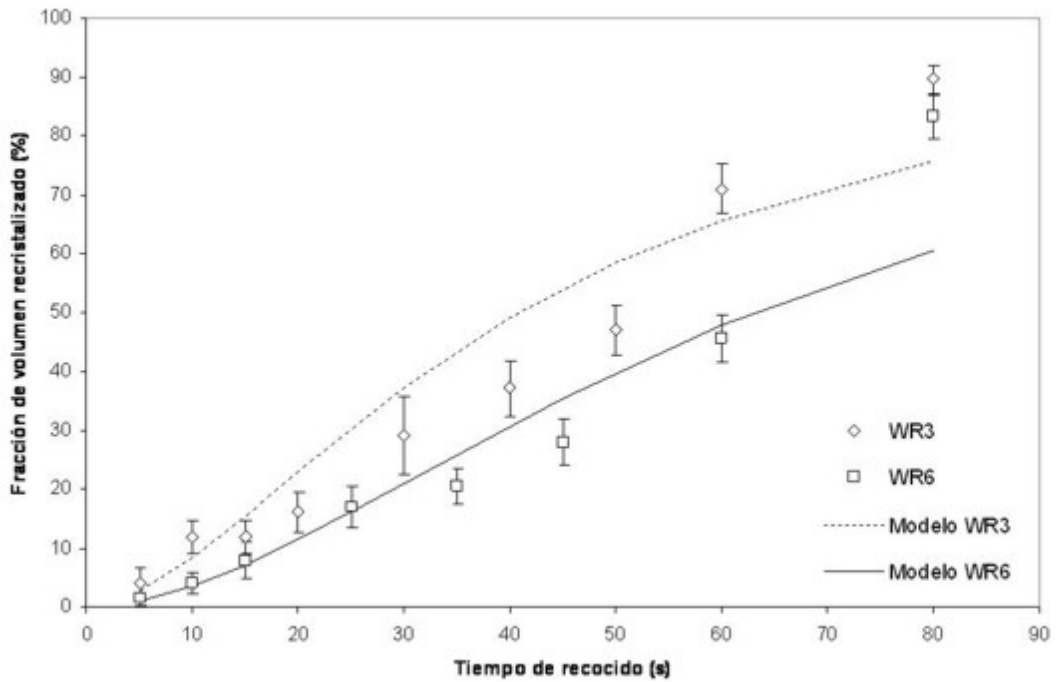


Figura 110: Evolución de los resultados experimentales y calculados mediante el modelo de cinética global, de la fracción recristalizada en los aceros WR3 y WR6 durante el recocido a 600°C.

CAPÍTULO VII

Conclusiones y futuras líneas de trabajo

18. Principales conclusiones del presente trabajo

A continuación se enumeran las conclusiones más relevantes obtenidas en el presente estudio:

1. El recocido de un acero ferrítico con un contenido en carbono entre 0,014 y 0,08 % en peso y laminado en frío pasa por diferentes etapas, caracterizadas por la difusión de carbono hacia las dislocaciones, la restauración, la recrystalización, la disolución de carburos y, a tiempos y/o temperaturas elevados, la precipitación de nitruros de aluminio. Todos estos procesos han sido estudiados mediante el poder termoeléctrico.
2. El proceso de recrystalización, que constituye el principal enfoque del presente trabajo, se ve influido por la cantidad de carbono y de elementos microaleantes, por el grado de reducción en frío, la temperatura de bobinado y las condiciones del recocido.
3. La presencia de partículas de cementita provoca una aceleración del proceso de recrystalización, debido al exceso de dislocaciones colindantes a las mismas producido durante la deformación. La mayor densidad de dislocaciones aumenta la fuerza impulsora para la recrystalización. Este efecto es mayor cuanto más grueso es el carburo.
4. El desarrollo de la macrotextura durante el recocido se produce sobre todo durante la recrystalización y se manifiesta mediante una intensificación de la fibra γ a costa de la fibra α . La presencia de cementita debilita este proceso, ya que los granos nucleados alrededor de las partículas tienen una orientación cristalográfica aleatoria.
5. A partir de los resultados obtenidos con EBSD, se observa que durante el recocido se forma una red de juntas de ángulo alto. La recrystalización produce un aumento de granos con la componente $\{111\}$.
6. La reorganización y aniquilación de dislocaciones durante la recrystalización es incluso observable mediante dilatometría de alta resolución.

7. A partir de los datos obtenidos mediante el estudio del recocido de los aceros ferríticos se ha construido un modelo global de recristalización. Este modelo se basa en un primer modelo de recristalización que no incluye el papel de la influencia de la cementita y que soluciona algunas de las importantes limitaciones del modelo clásico de Avrami. El modelo desarrollado en este trabajo predice correctamente la fracción de volumen recristalizado en los aceros A, G y H (donde es despreciable la acción de los precipitados de cementita) en función de la temperatura y tiempo de recocido. Sin embargo, no es capaz de predecir la fracción en los aceros B, C, D y E, en los que el efecto de la presencia de precipitados de cementita es significativo.
8. A partir de este modelo previo se ha introducido el papel acelerador de la cementita, tanto debido a su cantidad como a su morfología. El modelo global de recristalización predice correctamente el grado de ocupación de los granos por cementita y la fracción de volumen recristalizado en función de todos los parámetros relevantes: cantidad nominal de carbono, temperatura de bobinado, grado de reducción en frío y condiciones del recocido.

19. Futuras Líneas de Trabajo

A raíz de las observaciones interesantes que han surgido en este trabajo se puede proponer una serie de líneas futuras de investigación:

- Estudio detallado de la restauración: mediante el uso de técnicas como MET y modelización con elementos finitos se puede describir y predecir la evolución de las dislocaciones en el material. El estudio de la influencia del carbono sobre la restauración permitiría ampliar los conocimientos acerca del mecanismo de nucleación.
- Influencia de la textura sobre la recristalización: el modelo presentado no incluye la influencia de la textura sobre la recristalización, ya que los granos que nuclean en bordes de grano pertenecen casi exclusivamente a la fibra *gamma*. Sin embargo, sería interesante ampliar el modelo para incluir el efecto de aquellos granos con una orientación cristalográfica diferente. Asimismo sería conveniente profundizar en la interacción entre los granos nucleados en fronteras de grano (tipo *gamma*) y los núcleos provenientes de las zonas cercanas a la cementita (tipo aleatorio).
- Estudio de la recristalización en aceros microaleados: efecto del tamaño de las partículas (aceleración o retraso de la transformación), evolución de la textura, etc.
- Relación entre fracción de volumen recristalizado y propiedades mecánicas (resistencia, ductilidad) mediante redes neuronales.

Conclusions and future topics for investigation

Main conclusions of this work

The following conclusions can be withdrawn from the research presented in this work:

1. During annealing of a cold-rolled ferritic steel with a nominal carbon content between 0.014 and 0.08 % in weight percent, several stages can be discerned, characterised by carbon diffusion towards the dislocations, recovery, recrystallisation, carbide dissolution and, at high temperatures or annealing times, precipitation of aluminium nitride. These processes can be monitored accurately by means of thermoelectric power measurements.
2. The recrystallisation process, which constitutes the main focus of this work, is influenced by the carbon content, the addition of microalloying elements, the cold-rolling reduction, coiling temperature and annealing conditions.
3. The presence of cementite particles gives rise to an acceleration of the recrystallisation process, due to the excess of dislocations close to the particles produced during deformation. The higher dislocation density increases the driving force for recrystallisation and this effect is more pronounced for coarse carbides.
4. The macrotexture is considerably modified during recrystallisation and exhibits an increase of the γ fibre at the expense of the α fibre. The presence of cementite weakens this process, since the grains nucleated around the particles present a random crystallographic orientation.
5. The results obtained by EBSD show that a high-angle misorientation structure is produced during annealing. Moreover, recrystallisation leads to an increase of grains with crystallographic components close to $\{111\}$.
6. The reorganisation and annihilation of dislocations during recrystallisation is also observed by means of high resolution dilatometry.

7. From the results obtained through the annealing study of ferritic steels, a global recrystallisation model has been constructed. This model is based on a first approximation which does not include the role of the cementite and which overcomes the most important limitations of the classical Avrami model.

This model correctly predicts the volume fraction of recrystallised material in steels A, G and H (in which the influence of carbide precipitation is negligible) in function of annealing temperature and time. However, this first model is not able to predict the evolution of recrystallisation in steels B, C, D and E, which present considerable fractions of cementite.

8. The first recrystallisation model was then extended, introducing the accelerating effect of the cementite, both due to its quantity and its morphology. This global recrystallisation model predicts with high accuracy the occupation degree of grain boundaries by cementite and the volume fraction of recrystallised material according to the relevant parameters: nominal carbon content, coiling temperature, cold-rolling reduction and annealing conditions.

Future topics of investigation

The kinetic model has been demonstrated to be applicable to recrystallisation of the steels studied in this work. However, there remain a number of topics that require further investigation in the future and which are outlined hereafter:

- Detailed study of recovery: by means of techniques such as TEM and finite element methods, a more comprehensive study of the evolution of dislocations during annealing can be carried out. The analysis of the carbon influence on recovery would enable a more extensive treatment of the nucleation mechanism.
- Influence of texture on recrystallisation: the model would benefit from the incorporation of nucleation and growth mechanisms for new grains with crystallographic orientations that do not belong to the *gamma* fibre. It would also be interesting to study more in depth the interaction between grains nucleated at the boundaries (*gamma* type) and those nucleated in the areas surrounding the cementite (random type).
- Study of recrystallisation in microalloyed steels: effect of particle size (acceleration or retardation of the transformation), texture evolution, etc.
- Relation between the volume fraction of recrystallised material and the mechanical properties (strength, ductility) by means of numerical modelling, e.g. neural networks.

Referencias

- [1] I. Samajdar, B. Verlinden, P. Van Houtte y D. Vanderschueren: *Mat. Sc. and Eng. A*, Vol. 238, Issue 2 (1997), 343-350.
- [2] A. Borbely, J.H. Driver y T. Ungári: *Acta mater.* 48 (2000), 2005-2016.
- [3] Shi-Hoon Choi y Young-Sool Ji: *Mat. Sc. and Eng. A*, Volume 371, Issues 1-2 (2004), 149-159.
- [4] N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J.A. Szpunar y J. H. Root: *Physica B* 241-243 (1998), 1225-1227.
- [5] H. Inagaki: *ISIJ Int.*, Vol. 34, n°4 (1994), 313-321.
- [6] M.R. Barnett, J.J. Jonas y P.D. Hodgson: *Proc. 37th MWSP Conf., ISS, Ohio, EEUU*, Vol. 23 (1996), 971-978.
- [7] W.D. Callister: *Mat. Sc. and Eng.*, and introduction. J. Wiley & Sons, Inc., New York (1991), 155-183.
- [8] B. Hutchinson y D. Artymowicz: *ISIJ Int.*, Vol. 41, No.6 (2001), 534.
- [9] F.J. Humphreys y M. Hatherly. *Recrystallization and related Annealing Phenomena*. Elsevier, Oxford, 1st ed. (1995), 177-178.
- [10] A. Martínez-de-Guerenu, F. Arizti, M. Díaz-Fuentes y I. Gutiérrez: *Acta Mater.*, Vol.52, Issue 12 (2004), 3657-3664.
- [11] P. Balke: *Dynamics of microstructures in metal sheets: an orientation imaging microscopy study*, Groningen University Press, (2002), chapter 4 (<http://www.ub.rug.nl/eldoc/dis/science/p.balke/c4.pdf>)
- [12] F.J. Humphreys: *Mat. Sc. and Technology* Vol. 15 (2004) p. 37-44.
- [13] R.W. Cahn: *J. Inst. Met.* 76 (1949), 121.
- [14] A.H. Cottrell: *Prog. Met. Phys.* 4 (1953),1953.
- [15] I.L. Dillamore, C.J.E. Smith y T.W. Watson: *Met. Sci. J.* 1 (1967), 49.
- [16] M. Atkinson: *Mat. Sc. and Eng. A*, Volume 354, Issues 1-2 (2003), 40-47.
- [17] O. Dimitrov, R. Fromageau y C. Dimitrov. *Recrystallization in Metallic Materials*. Ed. Haessner. Dr. Riederer-Verlag GMBH, Stuttgart (1978), 137.

- [18] K.T. Aust y J.W. Rutter, *Trans. Metall. Soc. AIME* 215 (1959), 119.
- [19] F.J. Humphreys y M. Hatherly. *Recrystallization and related Annealing Phenomena*. Elsevier, Oxford, 1st ed. (1995), 256-276.
- [20] W.A. Johnson y R.F. Mehl: *Trans. AIME*, Vol. 135 (1939), 416-442.
- [21] M. Avrami: *J. Chem. Phys.*, Vol. 8 (1940), 212-224.
- [22] A.N. Kolmogorov: *Izv. Akad. Nauk. USSR Ser. Mathemat.*, Vol.1 (1937), 335.
- [23] G.J. Hopkin, PhD Thesis, University of Cambridge (2001), 31-32.
- [24] K. Magee, K. Mukunthan y E.B. Hawbolt: *Recrystallisation '90*. Ed. T. Chandra. The Minerals, Metals & Materials Society (1990), 393-398.
- [25] A.Monsalve, Tesis Doctoral. Escuela Superior de ingenieros Industriales, Universidad de Navarra, San Sebastián (1996).
- [26] A.D. Rollett: *Progress in Materials Science*, 42 (1997), 79-99.
- [27] P.A. Beck: *Philos. Mag.(Suppl.)*, *Advances in Physics*, 3 (1954).
- [28] J.E. Bailey, *Philos. Mag.*, 5 (1960), 833.
- [29] R.A. Vandermeer y P. Gordon: *Trans. Met. Soc. AIME*, 215 (1959), 577.
- [30] H. Hu: *Recovery and Recrystallization of Steels*, AIME Ed., Interscience, New York (1963).
- [31] P. Gordon, en W.M. Mieller (ed.): *Energetics in Metallurgical Phenomena*, Vol.1, Gordon and Breach (1965), 205-240.
- [32] A.T. English y W.A. Backofen: *Trans. Metall. Soc. AIME*, 230 (1964), 396.
- [33] G.R. Speich y R.M.Fisher: *Recryst., Grain Growth and Textures*, ASM, Metals Park Ohio (1966), 563.
- [34] A. Bodin: PhD Thesis, Technische Universiteit Delft (2002), 28.
- [35] J.W. Cahn: *Acta Metallurgica*, 4 (1956), 449-459.
- [36] G.J. Hopkin, PhD Thesis, University of Cambridge (2001).

- [37] R.A. Vandermeer y B.B. Rath: Recrystallization - Fundamental aspects and relations to deformed microstructure, Risø national laboratory, Dinamarca (2000), 617-630.
- [38] I. Samajdar, B. Verlinden, P. Van Houtte y D. Vanderschueren: Scripta Mater., Vol. 37, No. 6 (1997), 869-874.
- [39] H.Réglé: Proc. 1st joint Conference ReX&GG, Aachen, Alemania (2001), 707-717.
- [40] R.K.Ray, J.J. Jonas y R.E. Hook: Inter.Mater. Rev., Vol.39, n°4 (1994), 129-172.
- [41] W.B. Hutchinson: Inter. Met. Rev., Vol. 29, n°1 (1984), 25-42.
- [42] P. Stiaszny, A. Pichler, E.Tragl, M. Kaiser, W. Schwarz,M. Pimminger, K. Spiradek y K. Kösters: Proc. Int. Symp. on Modern LC and ULC Sheet Steels for Cold Forming: Processing and properties. Vol. 1, Ed. W. Bleck, Verlag Mainz Aachen (1998), 225-236.
- [43] B. Hutchinson y L. Ryde: Proc. Int. Conf. 'Thermomechanical Processing in Theory, Modelling and Practice', Estocolmo, Suecia , Ed. B. Hutchinson, ASM (1996), 145-161.
- [44] K. Osawa, K. Matsudo. K. Kurihara y T. Suzuki: Tetsu-to-Hagané(J. Iron Steel Inst.Jpn.),Vol. 70 (1984), 552.
- [45] K. Ushioda, U. von Schlippenbach y W.B. Hutchinson: Textures and microstructures, Vol. 7 (1987),11-28.
- [46] H.Kubotera, K. Nakaoka, K. Araki, K. Watanabe, A. Nishimoto y K. Iwase: Trans. ISIJ,Vol. 17(1977), 663.
- [47] P. Messien y V.Leroy: Steel Research, Issue 7, VerlagStahleisen mbH, Düsseldorf, Alemania (1985), 385-391.
- [48] R.D. Doherty y J.W. Martin: J. Inst. Metals, Vol. 91, p. 332.
- [49] Y.-W. Kim y W.M. Griffith, eds.: Dispersion Strengthened Aluminium Alloys. TMS Warrendale, EEUU (1988).
- [50] O. Preston y N.J. Grant: Trans. Metall. Soc. AIME Vol. 221 (1961), p. 164.
- [51] F.J. Humphreys: Acta Metall. Vol. 25 (1977), 1323.

- [52] F.J. Humphreys: *Acta Metall.* Vol. 27 (1979), 1801-1814.
- [53] A. Okamoto y M. Takahashi: *Proc. 6th Int. Conf. on Textures of Materials* (1981), 739.
- [54] K. Ushioda, W.B. Hutchinson, J. Agren y U. v. Schlippenbach: *Mat. Sc. Techn.* Vol. 2 (1986), 807.
- [55] K. Toda, H. Gondoh, H. Takeuchi, M. Abe, N. Uehara y K. Komiya: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, Vol. 15 (1975), 305.
- [56] H. Abe: *Scan. J. Metallurgy* Vol. 13 (1984), 226.
- [57] H. Abe, T. Suzuki y J.J. Lavigne: *Trans. ISIJ*, Vol. 21 (1981), 332-337.
- [58] J. Katoh, K. Koyama y K. Kawasaki: *Trans. ISIJ*, Vol. 24 (1984), 234.
- [59] J. Ågren: *Scand. Journ. of Metall.*, Vol. 19 (1990), 2-8.
- [60] R.K. Ray, J.J. Jonas y R.E. Hook: *Int. Mat. Rev.*, Vol. 39, No. 4 (1994), 154.
- [61] W.C. Leslie, R.L. Rickett, C.L. Dotson y C.S. Watson: *Trans. ASM*, Vol. 46 (1954), 1470.
- [62] F.G. Wilson y T. Gladman: *Int. Mater. Rev.*, Vol. 33, No.5 (1988), 221-285.
- [63] N. Takahashi, M. Shibata, Y. Furuno, H. Hayakawa, K. Kakuta y K. Yamamoto: *Proc. Conf. on Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel*, ed. B.L. Bramfitt y P.L. Mangonon, Jr., AIME, Dallas, TX (1982), 133.
- [64] I. Gutiérrez, M.M. Petite, J.L. Larburu, J. Zaitegui, W.B. Hutchinson, D. Artymowicz, P.J. Evans, G.J. Spurr, H.K.D.H. Bhadeshia y N. Chester: *Technical Steel Research*, EUR 19877 EN, Office for Official Publications of the European Community (2001), 1-22.
- [65] F.B. Pickering: *Micro Alloying 75*, *Proc. Int. Symp. on HSLA Steels*, Washington DC, Union Carbide Corporation, New York (1977), 9-30.
- [66] K. Ushioda, N. Yoshinaga y O. Akisue: *ISIJ Int.*, Vol. 34, No.1 (1991), 85-91.
- [67] *ASM Metals Handbook*, Vol.9, 9th ed. (1985).

- [68] K. Mukunthan y E.B. Hawbolt, *Met. and Mat. Trans. A*, Vol. 27, 1996.
- [69] P.L. Orsetti and C.M. Sellars, *Acta Mater.* Vol. 45 (1997), pp. 137-148.
- [70] P.S.C. Pereira de Silva: M. Met. Thesis, University of Sheffield (1966).
- [71] ASTM E 562 Standard Practice for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count.
- [72] T. DeHoff y F.N. Rhines: *Quantitative Microscopy*, McGraw-Hill, New York, NY (1968).
- [73] E. Underwood, *Quantitative Stereology*, London, 1970, p.148.
- [74] C.W. Oatley, *The scanning electron microscope, part 1, the instrument*, 1st ed., Cambridge University Press, 1972.
- [75] K. Durczewski, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* (2006), pp. 9186-9197.
- [76] D. Benkirat: Ph.D. Thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France (1985).
- [77] R. Borrelly and D. Benkirat. *Acta Metall.* 33 (1985), p. 855.
- [78] D. Benkirat, P. Merle and R. Borrelly. *Acta Metall.* 36 (1988), p. 613.
- [79] I. Biron *et al.*. *Mém. Sci. Rev. Métall.* 11 (1991), p. 725.
- [80] A. Brahmi, Ph.D. Thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France (1993).
- [81] N. Lavaire, J. Merlin and V. Sardoy, *Scripta Materialia*, Vol. 44 (2001), pp. 553-559.
- [82] R. Nordheim and C.J. Gorter: *Bemerkung über Thermokraft und Widerstand*. *Physica* Vol. 2 (1935), p. 383-390.
- [83] N. Lavaire: PhD Thesis, Institut des sciences appliquées de Lyon (2001).
- [84] J.M. Pelletier et al. *Acta Metall.* 32 (1984), p. 1069.
- [85] H.P. Stüwe and J. Faustmann: *Introducción a las texturas de los materiales metálicos*. Ed. Montecorvo (1969).
- [86] J.I. Verdeja y G. Fernández. *RDM Revista de Minas* Vol. 7 (1997), p. 77-85.

- [87] J.L. Bocos: Tesis Doctoral, Universidad de Navarra (2002).
- [88] H.J. Bunge: Texture analysis in materials science mathematical methods. Butterworths & Co. (1982).
- [89] R.K. Ray and J.J. Jonas. Inter. Mater. Rev. Vol. 35 (1990), pp. 1-36.
- [90] Randle, V. y Engler, O. (2000). Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping. Gordon and Breach Science.
- [91] J.Z. Zhao, C. Mesplont and B.C. De Cooman, Mat. Sci. and Techn. Vol. 18 (2002), p.1115.
- [92] <http://www.icmm.csic.es/fis/espa/nanoindentacion.html>
- [93] <http://www.hysitron.com/>
- [94] Metallurgical and Thermochemical Databank, Teddington, Middlessex, National Physical Laboratory, UK, 1996. p.1.
- [95] S.K. Chang and J.H. Kwak: ISIJ Int. Vol. 37 (1997), pp. 74-79.
- [96] H. Hu and S.R. Goodman: Metall. Trans. Vol. 1 (1970), 3057.
- [97] K. Tagashira, W.B. Hutchinson and I.L. Dillamore: in Proc. 6th Int. Conf. on 'Textures of Materials', Vol. 2, 778 (1981) Tokio, The Iron and Steel Institute of Japan.
- [98] I.F. Hughes and E.W. Page: Metall. Trans. Vol. 2 (1971), 2067.
- [99] N. Ohashi, M. Konishi and Y. Arima: Kawasaki Steel Tech. Rep. vol. 5 (1973), 164.
- [100] C.S. Smith: Transactions of the Metallurgical Society of the AIME, Vol. 127 (1948). p. 15.
- [101] L. Meyer, F. Heisterkamp and W. Mueschenborn: in 'Sheet metal forming and energy conservation', Proc. 9th Congress of IDDRG, Ann Arbor (1976) 13-38.
- [102] G.A. Wilber, J.R. Bell, J.H. Bucher and W.J. Childs: Trans. Met. Soc. AIME (1968), Vol. 242, 2305.
- [103] J.N. Cordea and R.E. Hook: Met. Trans. Vol. 1 (1970), 111.

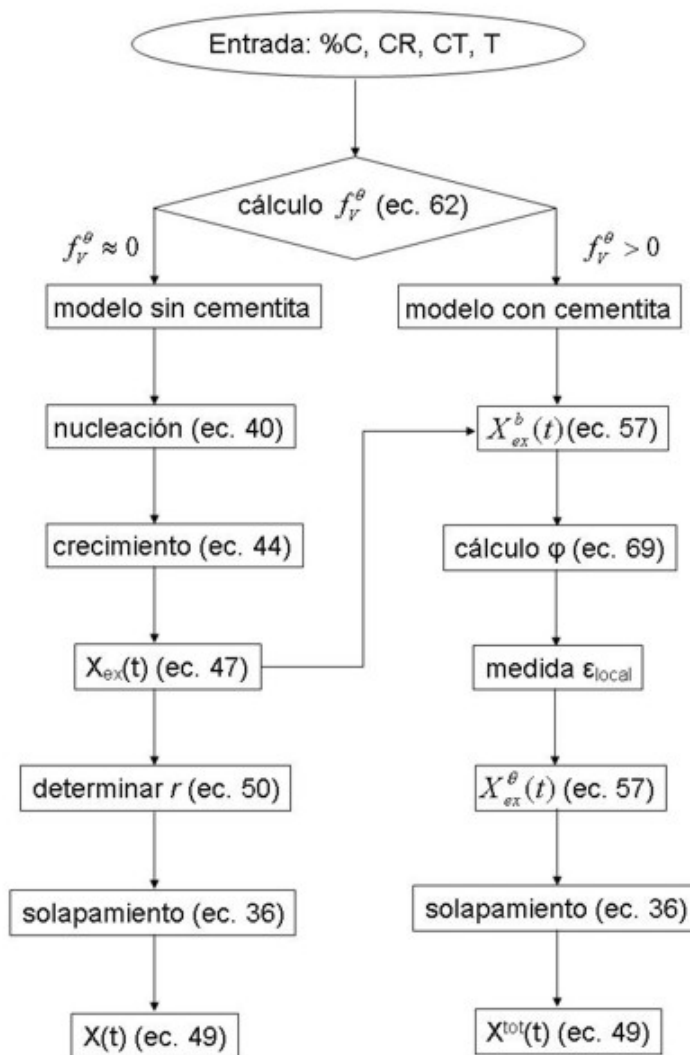
- [104] B. Hutchinson: 'Deformation Processing of Metals', Invited Paper. Royal Society London, RU (1997). p.21.
- [105] K. Ushioda in: Proc. 6th Int. Conf. on Textures of Materials, Tokyo (1981), 829.
- [106] T. Haratani *et al.*, Metal Science, 18 (1984), 57.
- [107] F.J. Humphreys y M. Hatherly. Recrystallization and related Annealing Phenomena. Elsevier, Oxford, 1st ed. (1995), 95.
- [108] M.Z. Quadir and B.J. Duggan: Acta Mat. Vol. 54 (2006), 4337-4350.
- [109] W. Pepperhoff and M. Acet: in Constitution and Magnetism of Iron and its Alloys, Springer Verlag, Berlin (2003), 70-73.
- [110] Y.C. Liu, F. Sommer, E.J. Mittemeijer, Thermochemica Acta 413 (2004) 215-225.
- [111] A. Bodin, en: Intercritical Deformation of low-alloy Steels, PhD Thesis, TU Delft, Netherlands, 2002, p. 53.
- [112] C. García de Andrés, F.G. Caballero and C. Capdevila, Scripta Materialia, 38 (1998) 1835-1842.
- [113] C. García de Andrés, F.G. Caballero and C. Capdevila, Revista Metalurgia de Madrid, 34 (1998), 243-249.
- [114] Stehle and Seeger, Z:Physik 146 (1956) 217.
- [115] J. Bunge, Direccional Properties of Materials, H.J. Bunge (Ed.), DGM Informationsgesellschaft mbH, 1988, pp. 1-63.
- [116] C. Klinkenberg, D. Raabe, and K. Lücke, Steel Research 65 No. 7 (1994) 291-297.
- [117] B. Seter, U. Bergström, W. B. Hutchison, Scan. J. Metallurgy 13 (1984) 214-219.
- [118] A. H. Cottrell and B. A. Bilby, Proc. Phys. Soc. A62, 49 (1949).
- [119] J. Wilde, A. Cerezo y G.D.W. Smith, Scripta Mater 43 (2000), 39-48.
- [120] R.D. Doherty, G. Gottstein, J. Hirsch, W.B. Hutchinson, K. Lucke, E. Nes and P.J. Wilbrandt: Proc. ICOTOM 8, Eds. J.S. Kallend and G. Gottstein, The Metallurgical Society (1988), 563.

- [121] J.P. Ferrer, T. De Cock, C. Capdevila, F.G. Caballero and C. García de Andrés: *Acta Materialia* Vol. 22 (2007), p. 2075-2083.
- [122] L.P. Troeger and E.A. Starke Jr.: *Materials Science and Engineering A* Vol. 293 (2000), 19-29.
- [123] A. Rosen, M.S. Burton and G.V. Smith: *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.* Vol. 230 (1964) 205.
- [124] W.B. Hutchinson, S. Jonsson and L. Ryde: *Scripta Metall.* Vol. 23(1989) 671.
- [125] J. Hjelen, R. Ørsund and E. Nes: *Acta Metall.* Vol. 39 (1991) 1377.
- [126] G.J. Hopkin and H.K.D.H. Bhadeshia, en: 'Recrystallization - Fundamental aspects and relations to deformed microstructure'. Risø national laboratory, Denmark (2000) 353-358.
- [127] R.A. Vandermeer, en: 'Recrystallization - Fundamental aspects and relations to deformed microstructure'. Risø national laboratory, Denmark (2000) 179-200.
- [128] T. Furu: PhD Thesis. NTH, Trondheim (1992).
- [129] W.C. Leslie, J.T. Michalak and F.W. Aul, in: *Iron and its Dilute Solid Solutions*. ed. Spencer and Werner. Interscience. New York (1963), 119.
- [130] R.A. Vandermeer and B.B. Rath: *Metall. Trans. A*, Vol. 20A (1989), 391.
- [131] B.B. Rath, R.J. Ledrerich, C.F. Yolton and F.H. Froes: *Met. Trans.*, Vol. 10A (1979), 1013.
- [132] A.M. Gokhale, C.V. Iswaran and R.T. DeHoff: *Met. Trans. A*, 11A (1980), 1377.
- [133] A. Bodin, en: *Intercritical Deformation of low-alloy Steels*, PhD Thesis, TU Delft, Netherlands, 2002, p. 183.
- [134] W. Sha and H.K.D.H. Bhadeshia: *Mat. Sc. and Eng.*, A223, p. 91-98 (1997).
- [135] P.J. Evans: *Modelling of Microstructural Development during Continuous Annealing Process*, European Coal and Steel Commission (ECSC) 7210.EC/808, Final Report, p. 8 (1998).

- [136] D. McLean, Grain Boundaries in Metals, Oxford University Press, London, p. 257 (1957).
- [137] D. Artymowicz, W.B. Hutchinson, P.J. Evans and G.J. Spurr: Int. Symp. on Microalloying in Steels, San Sebastián, Spain (1998).
- [138] W. Christian: Theory of transformations in metals and alloys, part 1, Second edition, Pergamon Press (1975).
- [139] G.J. Hopkin: PhD Thesis, University of Cambridge, p.122 (2001).
- [140] K. Ushioda, T. Suzuki, H. Asano and M. Tezuka: 37th MWSP Conf. Proc., ISS, Vol. 33, p. 904 (1996).
- [141] K. Magree, K. Mukunthan y E.B. Hawbolt: Recrystallization '90. Ed. T. Chandra. The Minerals, Metals & Materials Society (1990), pp. 393-398.
- [142] J.L. Bocos, E. Novillo, M.M. Petite, A. Iza-Mendia and I. Gutiérrez: Metall. and Mat. Trans. A, Vol. 34A (2003), 827-839.
- [143] W.T. Read y W. Shockley: Physics Review, Vol. 78 (1950), 275.
- [144] Y. Hayakawa y J.A.Szpunar: Acta Mater., Vol. 45, No. 9 (1997), 3721-3730.
- [145] W. Lorenz y H.P. Hougardy: Z. Metallkd. , Vol. 86, No. 3 (1995), 164-170.
- [146] R. Ørsund y E. Nes: Scr. Metall., Vol. 22 (1988), 671.
- [147] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett: Mat. Science and Eng. A238 (1997), 239.
- [148] W.J. Nam, C.M. Bae: Mat. Science and Eng. A203 (1995), 278-285.
- [149] P.R. Rios y A.F. Padilha: Scr. Mater. 48 (2003), 1561-1564.

CAPÍTULO VIII

Anexo: Esquema de flujo de cálculo de los modelos



Annex: Flow chart of the global recrystallisation model

