



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE
MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

2
20j

PRECIPITACION Y CRECIMIENTO DE
GRANO EN AUSTENITA DE ACERO
MICROALEADO GRADO 60 kg/mm²

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRIA EN CIENCIAS
(MAESTRIA EN METALURGIA)
P R E S E N T A:
OSVALDO FLORES CEDILLO

MEXICO D.F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1994



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO SEGUN EL TEMA

**PRESIDENTE
VOCAL
SECRETARIO
1er. SUPLENTE
2o. SUPLENTE**

**Dr. Julio Alberto Juárez Islas.
Dr. José Antonio Barrera Godínez.
M. en I. Bernardo Campillo Illanes.
Dr. Javier Avila Mendoza.
Dr. David Rios Jara.**

Sitio donde se desarrolló el tema:

INSTITUTO DE FISICA, U.N.A.M.

Laboratorio de Cuernavaca, Morelos.

DIRECTOR DE TESIS



Dr. LORENZO MARTINEZ GOMEZ

SUSTENTANTE



OSVALDO FLORES CEDILLO

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

A Elizabeth y Valeria.

**A mis Padres y Hermanos
Por la Confianza y Apoyo.**

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Lorenzo Martínez por la confianza y el apoyo brindados.

Al Sr. Anselmo González, M. en C. José Luis Albarrán, M. en I. Bernardo Campillo, Dr. Ramiro Pérez y Dr. Julio A. Juárez. Por el apoyo brindado y enseñanzas.

A los miembros del Jurado por los valiosos comentarios a este trabajo.

Al Consejo Nacional de Ciencias y Tecnología (CONACYT) por el apoyo con una beca durante la realización de los estudios.

INDICE

RESUMEN	1
INTRODUCCION	2

CAPITULO I. REVISION BIBLIOGRAFICA

1.1 Deformación y Recocido	4
1.2 Dedución de la Ley de Crecimiento de Grano	9
1.3 Teorías de Crecimiento de Grano	10
1.4 Influencia de La Presencia de Partículas de Segunda Fase en el Crecimiento de Grano	17
1.5 Precipitados en un Acero Microaleado con Nb y V	18
1.6 Tamaño de grano austenítico	24

CAPITULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 El Acero Microaleado	25
2.1.1 Fabricación	25
2.1.2 Corte y Caracterización	25
2.2 Estudio del Crecimiento de Grano	26
2.2.1 Tratamiento Térmico	26
2.2.2 Preparación y Ataque de las Muestras	26
2.2.3 Evaluación de las Distribuciones de Tamaño de Grano Austenítico	27

CAPITULO III. RESULTADOS

3.1 Caracterización General del Acero Microaleado	28
3.1.1 Análisis Químico	28
3.1.2 Microestructura	29
3.1.2.1 Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido	29
3.1.2.2 Microscopía Electrónica de Transmisión	29
3.1.2.3 Propiedades Mecánicas	31
3.2 Estudio del Crecimiento de Grano	31
3.2.1 Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido	31
3.2.2 Microscopía Electrónica de Transmisión	32
3.2.3 Microscopía Óptica	32
3.2.4 Distribuciones de Tamaño de Grano	33
3.2.5 Crecimiento de Grano Austenítico	34
3.2.6 Velocidades de Crecimiento del Grano Austenítico	36

CAPITULO IV

Discusión	39
Conclusiones	44
LISTA DE FIGURAS	45
FIGURAS	50
BIBLIOGRAFIA	100
Resúmenes Relacionados con el Tema Encontrados en el METADEX	104

RESUMEN

Se ha estudiado el comportamiento cinético del crecimiento de grano austenítico en un acero microaleado, caracterizando la anomalía en el crecimiento a la luz de algunos modelos teóricos relevantes. El acero microaleado con Nb y V grado 60 (kgf/mm^2) fue fabricado en un convertidor básico al oxígeno, seguido por tratamiento en un horno-olla. El acero se solidificó por colada continua de palanquillas, que se laminaron a barra de 19 mm de diámetro. Las barras fueron caracterizadas en sus propiedades mecánicas y en su microestructura empleando microscopía óptica, electrónica de barrido y electrónica de transmisión. Se realizaron tratamientos de recocido isotérmico a 900, 1000 y 1100 ± 10 °C a tiempos entre 2 y 480 min. El comportamiento del crecimiento de grano se ajustó a: $D = D_0 + kt^n$. Se encontró que n varía con la temperatura de tratamiento. La presencia de granos con un tamaño comparativamente mayor al promedio ($D > 3\bar{D}$) indica que se presenta un crecimiento de grano anormal o recristalización secundaria. Para cuantificar la anomalía en el crecimiento de grano se presenta un porcentaje de anomalía en base a los criterios de Hillert y Srolovitz para el crecimiento de grano normal. Durante el crecimiento de grano, existe un período en el cual se presenta el crecimiento de grano anormal. Este período es diferente para cada temperatura. A la temperatura de 1100 °C se encontró que el período de anomalía es menor que a las otras dos temperaturas. Se calcularon las velocidades de crecimiento de grano como función del tamaño de grano y se presenta la comparación de los resultados experimentales con los modelos teóricos existentes para el crecimiento del tamaño de grano junto con resultados experimentales de otros autores.

INTRODUCCION

La microestructura de los materiales determina muchas de sus propiedades, en las que se incluyen la resistencia mecánica, tenacidad, ductilidad, conductividad térmica y propiedades magnéticas; siendo un factor tecnológico importante. Los procesos de deformación y recocido son utilizados en los metales y aleaciones para lograr cambios estructurales, influyendo en sus propiedades finales.^{1,2}

El recocido de un metal involucra una variedad de procesos a través de los cuales, el estado deformado de un material evoluciona a un estado de menor energía (esto también puede ocurrir durante el enfriamiento posterior a un proceso termomecánico). El crecimiento de grano es el término empleado para describir el incremento del tamaño de grano durante el recocido a un agregado policristalino una vez completa la recristalización primaria. Dos tipos de crecimiento de grano han sido distinguidos, crecimiento de grano normal y crecimiento de grano anormal o discontinuo (conocido también como recristalización secundaria). Durante el crecimiento de grano normal el tamaño de los granos individuales es relativamente uniforme. Por el contrario, durante el crecimiento de grano anormal la diferencia entre los tamaños individuales aumenta rápidamente debido al crecimiento acelerado de algunos de los granos.³⁻⁷

La creciente demanda de un mayor control del tamaño de grano en piezas recocidas, piezas forjadas con enfriamiento controlado y en zonas afectadas por el calor durante soldadura han estimulado el interés por el desarrollo de la tecnología de refinamiento de grano.⁸⁻¹⁵ Esta tecnología involucra la adición de microaleantes (V, Nb y Ti) para formar pequeños precipitados que inhiben la recristalización y el crecimiento de grano; combinándose con un mejor control de los procesos termomecánicos. Cuando la inhibición del crecimiento de grano falla, el proceso de crecimiento de grano puede ser anormal produciéndose granos extremadamente grandes.¹⁵⁻²²

La necesidad de aceros con una resistencia al crecimiento de grano austenítico cada vez más alta ha sido resaltada.²³ Existen numerosos ejemplos de la necesidad de un mejor control del tamaño de grano. El comportamiento del crecimiento de grano de los aceros es un factor importante durante el diseño de los procesos termomecánicos para proporcionar un tamaño de grano fino.⁹ El tamaño de grano fino incrementa la resistencia y tenacidad de los metales.^{21,22} Es deseable un tamaño de grano inferior a $10\mu\text{m}$ para lograr superplasticidad en algunos materiales.²² La respuesta del crecimiento de grano frente a procesos de soldadura también son de interés tecnológico.⁸ Sin embargo, existen casos donde un tamaño de grano grande es deseable, por ejemplo: en superaleaciones base níquel empleadas a alta temperatura para reducir las velocidades de termofluencia. El entendimiento del crecimiento de grano es de importancia fundamental, no sólo por su interés intrínseco, sino que también por sus implicaciones tecnológicas.²⁴

La recristalización secundaria es un proceso de importancia comercial para lograr tamaños de grano grandes. Por ejemplo, los filamentos de tungsteno requieren de un tratamiento de recristalización secundaria para crecer los granos y mejorar la vida útil de estos, también es importante en la fabricación de los núcleos de los transformadores de Fe-Si.^{1,4} Para lograr esto se requiere de adicionar dopantes a la aleación.

Este trabajo está dedicado a analizar el crecimiento de grano austenítico en un acero microaleado con Nb y V de grado 60 kgf/mm^2 y a caracterizar las observaciones a la luz de algunos modelos teóricos relevantes. Este acero en particular posee una composición química cercana a los aceros para forja que no requieren tratamiento térmico posterior y sólo se requiere de un enfriamiento controlado. Es importante conocer su comportamiento durante los procesos de recocido, pues la distribución de tamaños de grano tiene influencia sobre la microestructura resultante y por lo tanto en las propiedades mecánicas finales. Desarrollar este tipo de trabajo experimental es fundamental pues es escaso en la literatura y necesario para confrontar con los modelos teóricos existentes de crecimiento de grano.

CAPITULO I

REVISION BIBLIOGRAFICA

1.1 Deformación y Recocido.

Las propiedades de un metal dependen de su microestructura. La deformación y el recocido (o la combinación de ambos en forma de tratamientos *termomecánicos*) son dos procesos que han sido aplicados en conjunto para modificar la estructura de los materiales metálicos y alterar las propiedades finales de los mismos.

Un material deformado presenta un estado de alta energía que es termodinámicamente inestable. Debe tenerse siempre presente que la energía almacenada por el material deformado es finita en magnitud y determinada por las condiciones del proceso (i.e. temperatura, modo de deformación).

El recocido de un metal deformado involucra una variedad de fenómenos a través de los cuales el metal se transforma de forma continua a un estado de menor energía. Se ha acostumbrado dividir el proceso de recocido en tres etapas: *recuperación*, *recristalización* y *crecimiento de grano*.^{3,4} Los cambios en la microestructura se muestran en la figura 1.1.

Recuperación.¹⁻³ Es uno de los primeros cambios que ocurren durante el recocido de un material deformado. Consiste principalmente en la aniquilación y rearrreglo de las dislocaciones, la poligonización o formación de subgranos. En algunos casos incluye la formación de los núcleos recristalizados. Durante esta etapa del recocido no existe migración de los límites de grano y tampoco ningún cambio significativo en la textura del metal deformado.

Recristalización.¹⁻³ Cuando este término se emplea sin ninguna especificación, se considera normalmente sinónimo de la recristalización primaria y procede por nucleación y crecimiento de nuevos granos en el material. El inicio de esta etapa se marca con la formación de núcleos metaestables recristalizados. Estos núcleos están esencialmente libres

de deformación y son capaces de crecer a expensas del material recuperado por migración de los límites de grano. El final de esta etapa se encuentra cuando toda la estructura del material recuperado ha sido sustituido por granos recrystalizados. Como consecuencia de la recrystalización, la cual es proporcionada principalmente por la migración de los límites de grano, existe una reorientación localizada o cambio en la textura. Burke y Turnbull en 1952 establecieron las leyes de la recrystalización, que reúnen las variables que afectan el proceso de recrystalización y al crecimiento de grano:⁴

1. Es necesaria una cantidad mínima de deformación para provocar la recrystalización.
2. Para el grado de deformación más pequeño, se requiere la temperatura más alta para producir la recrystalización.
3. El incremento en el tiempo de recocido disminuye la temperatura necesaria para la recrystalización.
4. El tamaño de grano al finalizar la recrystalización depende sobre todo del grado de deformación y en menor grado de la temperatura de recocido.
5. Para el tamaño de grano inicial más grande, se requiere una cantidad mayor de deformación en frío para producir un tiempo y temperatura de recrystalización equivalentes.
6. La cantidad de deformación en frío requerida para producir un endurecimiento por deformación equivalente incrementa con el aumento en la temperatura de trabajo.
7. El calentamiento continuo una vez completa la recrystalización produce el crecimiento de grano.
8. Los nuevos granos no crecen dentro de los granos deformados o con orientaciones idénticas o con desviaciones ligeras.

Los procesos de recuperación y recrystalización no están separados perfectamente, son procesos competitivos en el recocido y siempre existe un traslape entre ambos procesos, haciendo muy difícil una distinción clara, como puede verse en la figura 1.2.

La energía almacenada por la deformación de los materiales metálicos suministra la energía requerida por los procesos de recuperación y recristalización. La cinética de estos procesos es activada térmicamente. Una vez completa la recristalización primaria, la estructura aún no es estable y debe presentarse el crecimiento de los granos recristalizados.

Crecimiento de Grano.¹⁻³ El término se aplica al incremento del tamaño de grano promedio de los granos recristalizados después de completarse la recristalización primaria. El crecimiento de grano es proporcionado por la migración de los límites de grano de la matriz. Debido a que el volumen total de los granos es constante, el incremento en el tamaño de grano promedio es acompañado por una disminución en el número de granos. Como consecuencia existe una reducción en el área de los límites de grano en la muestra. Esta etapa normalmente se divide en:

- i) *Crecimiento de Grano Normal* (continuo o gradual), tiene la característica de que la velocidad de crecimiento es relativamente uniforme y que durante este tipo de crecimiento el tamaño y la forma de la distribución son aproximadamente invariantes. La invariancia de las distribuciones de tamaño y forma de los granos son muestra de un crecimiento de grano normal y en una primera aproximación, es equivalente a una amplificación fotográfica. Otra característica de este tipo de crecimiento de grano, es que los tamaños de grano presentes no son mucho mayores que el tamaño promedio, es decir, el tamaño de grano oscila entre $\frac{1}{2}\bar{D} < D < 2\bar{D}$, donde \bar{D} es el tamaño de grano promedio. Esto es en realidad, la distinción principal entre el crecimiento de grano primario y el crecimiento de grano anormal, el cual también es llamado *recristalización secundaria*.
- ii) *Crecimiento de Grano Anormal* (discontinuo o exagerado), el cual es frecuentemente llamado *recristalización secundaria*, tiene la característica distintiva que sólo unos pocos granos crecen desproporcionalmente a tamaños varias veces mayores a cualquiera de sus vecinos, esto cambia la distribución de tamaños de grano desplazándola

hacia un tamaño de grano promedio mayor. Además, es sabido que el crecimiento de grano normal es acompañado por un cambio gradual en la textura,²⁵ mientras que el crecimiento de grano anormal o recristalización secundaria normalmente presenta grandes cambios en la textura del material.²⁵

Se sugiere que el crecimiento de grano anormal se presenta bajo una o más de las siguientes condiciones:³

1. Existe una segunda fase finamente dispersa.
2. Existe una fuerte orientación de la textura.
3. Los granos primarios han alcanzado el tamaño límite impuesto por el espesor del material.

Si cualquiera de estas condiciones es lo suficientemente fuerte, el crecimiento de grano anormal debe presentarse cuando la temperatura es lo suficientemente alta para permitir que unos pocos granos venzan la fuerza inhibitoria y crezcan mucho más rápido que sus vecinos proximos. Un prerequisite para el crecimiento de grano anormal es, por lo tanto, la estabilidad de la matriz.

Del mismo modo que la recristalización primaria, el proceso de crecimiento anormal o recristalización secundaria consiste de nucleación y crecimiento. Se observa normalmente un periodo de incubación. La cinética de la recristalización primaria y secundaria son completamente similares. Sin embargo la fuerza motriz para la recristalización secundaria, es la energía de superficie de los límites de grano en la matriz primaria, que comparativamente es mucho menor que en el caso de la recristalización primaria.

Los hechos experimentales conocidos sobre el crecimiento de grano normal desde 1952 (Burke y Turnbull) son:

1. El crecimiento de grano ocurre por la migración de los límites de grano y no por la coalescencia de los granos próximos como en el caso de gotas de agua.
2. La migración de los límites de grano es discontinua o desigual, y su dirección puede cambiar.
3. Un grano cualquiera debe crecer en su cercanía hacia un lado, mientras que el grano vecino debe consumirse por el otro lado.
4. La rapidez de disolución de un grano llega a ser más rápida justo en el momento en que el grano está por desaparecer.
5. Un límite de grano curvo normalmente migra hacia su centro de curvatura (esta es la dirección opuesta a la observada normalmente durante la recristalización).
6. Cuando los límites de grano en una fase simple se reúnen a ángulos diferentes a 120° , el grano incluido por el ángulo más agudo debe ser consumido, de tal forma que todos los ángulos se aproximen a 120° .

La fuerza motriz para el crecimiento de grano es la energía de superficie (tensión superficial) de los límites de grano. La magnitud de esta fuerza es muy pequeña. El proceso de crecimiento de grano implica la disminución de la energía de superficie disminuyendo la superficie total de los granos. Con un recocido prolongado los límites de grano tienden a enderezarse, los más pequeños encogen y los más grandes crecen.

Un grano tiene una tensión superficial, τ (energía libre de superficie por unidad de área) debido a que sus átomos tienen una energía libre más alta que los átomos del interior del grano. Como consecuencia para reducir esta energía un policristal tiende a reducir el área de sus límites de grano y cuando esto sucede tiende a tomar la configuración de la microestructura mostrada en la figura 1.3, gobernada por la condición:

$$\frac{\tau_A}{\sin A} = \frac{\tau_B}{\sin B} = \frac{\tau_C}{\sin C} \quad (1.1)$$

En el equilibrio termodinámico estos ángulos son iguales a 120° . En la figura 1.4a, se muestra una estructura en dos dimensiones idealizada, en la que puede observarse que la forma del grano en el equilibrio toma la forma de un polígono de seis lados. Si suponemos que los límites de grano tienen la misma energía, es posible tener un arreglo como el mostrado en la figura 1.4a. Este arreglo de hexágonos regulares es metaestable y no crece. En un caso más real, el arreglo de granos irregulares mostrados en la figura 1.4b es inestable y debe presentarse el crecimiento de grano normal. En la figura 1.4c se muestra un esquema del crecimiento de grano anormal, se observa un grano anormalmente grande respecto de los granos que lo rodean.

1.2 Deducción de la Ley de Crecimiento de Grano.¹⁻³

Burke and Turnbull a principios de los 50' dedujeron una relación parabólica para la cinética del crecimiento de grano. Si se considera que la razón de cambio del tamaño de grano, D , es proporcional al cambio de energía libre total del sistema, esto es:

$$\frac{dD}{dt} = k\Delta F \quad (1.2)$$

donde k es una constante. ΔF se sabe que es proporcional a γ/r , donde r es el radio de la curvatura y γ es la energía específica de superficie en el límite de grano. Por lo tanto es posible escribir:

$$\frac{dD}{dt} = k' \frac{\gamma}{D} \quad (1.3)$$

después de integrar:

$$\frac{D^2}{2} = k'\gamma t + k'' \quad (1.4)$$

y para $t=0$, $k'' = D_0^2$

se obtiene:

$$\frac{1}{2}(D^2 - D_0^2) = k'\gamma t \quad (1.5)$$

$$(D^2 - D_0^2) = k''' \gamma t \quad (1.6)$$

Si D_0^2 es despreciable comparada con D^2 (lo cual ocurre después de un tiempo prolongado de crecimiento), obtenemos:

$$D^2 = k''' \gamma t \quad (1.7)$$

o

$$D = Kt^{1/2} \quad (1.8)$$

Mediciones experimentales sugieren que la ecuación (1.8) debe ser expresada como:⁴

$$D = Kt^n \quad (1.9)$$

Donde D es el tamaño de grano promedio, K y n son constantes dependientes del material y t es el tiempo. Esta relación requiere que $D_0 = 0$ a $t = 0$ lo cual no es correcto. Esta relación aplica mejor cuando el tamaño de grano inicial es mucho menor a los tamaños de grano medidos durante el crecimiento. Si este no es el caso entonces la relación:

$$D - D_0 = ct^n \quad (1.10)$$

aplica mejor, donde D_0 es el tamaño de grano inicial y c es una constante, en la mayoría de los casos $n \leq \frac{1}{2}$.

El valor de $n = \frac{1}{2}$ es realmente el caso límite en los metales puros, el cual es posible de obtener en el caso de metales puros a temperaturas cerca del punto de fusión.²⁵

1.3 Teorías de Crecimiento de Grano.

El interés tecnológico sobre el crecimiento de grano se deriva de la bien establecida relación entre el tamaño de grano y las propiedades mecánicas,²⁷⁻³² tales como la resistencia, la

ductilidad y la tenacidad. En algunas aplicaciones de los materiales a bajas temperaturas, es importante inhibir el crecimiento de grano, esto se logra reduciendo el tiempo y la temperatura de recocido o incorporando en el material solutos y/o partículas de segunda fase.

Las partículas de segunda fase tienen un efecto de inhibición sobre el movimiento de las fronteras de grano y son particularmente efectivas en el control del tamaño de grano.

Se acostumbra dividir el proceso de crecimiento de grano en dos tipos; crecimiento de grano normal y anormal (recristalización secundaria). Durante los últimos años, la transición del crecimiento de grano normal a crecimiento de grano anormal ha recibido mucha atención.^{5,6,9,17,23,33,34} El proceso de crecimiento anormal se caracteriza por poseer inicialmente una distribución de tamaños de grano unimodal, la cual llega a ser bimodal durante una etapa del proceso y debe ser unimodal hacia el final del proceso. Microestructuralmente esto se aprecia cuando un número limitado de granos alcanza tamaños desproporcionadamente mayores al promedio. Cualitativamente esto es fácil de identificar en las microestructuras, pero es muy difícil cuantificar el fenómeno.

Las causas de la transición del crecimiento de grano normal a anormal son aún materia de discusión. De las posibles causas del crecimiento de grano anormal se encuentra la presencia de partículas de estabilidad limitada (partículas solubles parcial o totalmente en alguna etapa del proceso de fabricación) deben causar el proceso de crecimiento de grano anormal. Entre otras causas sugeridas para que ocurra el crecimiento de grano anormal se encuentran: una distribución de tamaños de grano inicial demasiado amplia, la influencia de solutos y su distribución espacial no uniforme y la presencia de componentes de textura (orientación cristalográfica preferente, producida por procesos de deformación y en algunos casos por recocido).

La respuesta al origen del crecimiento de grano anormal requiere de mayor atención teórica

y experimental. Desde el punto de vista teórico se ha avanzado con el desarrollo de mejores equipos de cómputo, los que han permitido un mayor número de simulaciones del proceso de crecimiento de grano, estas simulaciones en dos y en tres dimensiones han permitido apuntar algunos de los mecanismos que controlan el crecimiento de grano. La simulación en dos dimensiones tiene la ventaja de requerir menos tiempo de cálculo y son de particular interés en películas delgadas. La simulación en tres dimensiones es más necesaria que la anterior, requiere de mayor tiempo de cálculo, pero da mayor aportación a la comprensión de las causas del inicio del crecimiento de grano anormal.

En los modelos más simples de crecimiento de grano se desprecia la influencia de los cambios de textura, los cuales acompañan al crecimiento de grano.²⁵ Esto ha sido sustentado mediante simulaciones matemáticas.⁷

El mecanismo fundamental del crecimiento de grano es la migración de los límites de grano bajo la influencia de fuerzas motrices muy pequeñas, que se activan térmicamente. Sin embargo los mecanismos de migración de los límites de grano sólo son parcialmente comprendidos.¹⁵ Los estudios de cinética de crecimiento de grano contienen información global sobre la movilidad de los límites de grano.

Desde los 40's se ha empleado una ley de crecimiento de grano. Aún, cuando las aproximaciones de los diferentes autores han sido algo diferentes, han llegado a resultados similares. Las ecuaciones resultantes pueden ser escritas como: $D = Kt^n$ y $D - D_0 = Kt^n$ (ecuaciones 1.9 y 1.10)

Donde: D es el tamaño de grano en un instante dado.

D_0 es el tamaño de grano cuando $t = 0$.

K y n son constantes.

y t es el tiempo.

Una consideración básica común a estas derivaciones es que la energía libre de límite de

grano provee la fuerza motriz para el crecimiento y que las distribuciones de tamaño de grano y forma de grano permanecen invariantes, excepto por un factor de escala durante el proceso de crecimiento.^{4,5,28,35,36}

La cinética del crecimiento de grano normal bajo condiciones de recocido isotérmico es expresada por la ecuación (1.12). La constante K exhibe una dependencia de tipo Arrhenius con la temperatura. Los resultados de las simulaciones por computadora sugieren que los valores de $n < 0.5$ son inherentes al proceso de crecimiento de grano.³⁷ Una amplia gama de valores de n han sido reportados en la literatura; por ejemplo: 0.34 para Co_3Ti , independiente de la temperatura de recocido;³⁸ 0.35 para $\text{Ti-}\beta$ en el rango de 630-830 °C y 0.40-0.44 a 930 °C;²¹ 0.06-0.27 para Bronce- β ;²¹ y 0.15-0.17 para polvo de una superaleación base níquel en el rango de 1170-1270 °C.²¹ Para hierro refinado por zonas se ha reportado variaciones en el valor de n con la temperatura, aumenta de un valor de 0.2 a 550 °C a casi 0.5 a 850 °C.⁴ Mientras que el valor límite de $n = 0.5$ es resultado de la deducción matemática de la ley de crecimiento de grano y esperado sólo bajo condiciones especiales, los diferentes valores de n se han tratado de relacionar con algunos mecanismos específicos de control del crecimiento de grano (límite de grano, difusión superficial, etc).²⁴ En condiciones normales es una combinación de mecanismos los que se presentan, no solo uno.

La energía de activación para el crecimiento de grano, Q_g , debe determinarse con la razón de crecimiento de grano G_o ya sea del tamaño de grano promedio o el tamaño máximo a diferentes temperaturas y con la construcción de una gráfica de Arrhenius, la cual está dada por la ecuación:

$$\ln G = \ln G_o - \left(\frac{Q_g}{RT} \right) \quad (1.11)$$

donde G_o y R son constantes y T es la temperatura absoluta.

Recientemente, nuevos conocimientos han sido aplicados a los estudios de la cinética del crecimiento de grano normal.^{36,39} Estos estudios han separado el proceso de crecimiento

de grano en etapas que involucran el aglomeramiento de granos (análogo al crecimiento de partículas) y difusión de granos. Aún cuando existe incertidumbre en estos tratamientos teóricos y su relación con observaciones experimentales, ellos ofrecen una descripción teórica más exacta.³⁹

Hillert desarrolló una teoría completa del crecimiento de grano⁵. Aplicó el tratamiento matemático de Lifshitz y Slyozov para la coalescencia de partículas de segunda fase al crecimiento de grano normal y obtuvo una ecuación de razón de crecimiento que una vez más resultó de tipo parabólico. Posteriormente Hillert trató el efecto de la presencia de partículas de segunda fase sobre el crecimiento de grano y obtuvo una ecuación de razón de crecimiento cúbica, con $n = \frac{1}{3}$.

La ecuación básica utilizada por Hillert para este cálculo es:

$$\frac{dr}{dt} = \alpha M \sigma \left(\frac{1}{R_{cr}} - \frac{1}{R} \right) \quad (1.12)$$

donde R es el tamaño de grano promedio, α es un parámetro adimensional, σ es la energía libre específica del límite de grano y R_{cr} es el tamaño crítico para el crecimiento. Por lo tanto, los granos con $R > R_{cr}$ deben crecer y los granos con $R < R_{cr}$ deben encoger.

Hillert mostró que el valor de α puede determinarse para el caso de dos dimensiones empleando la ecuación de von Neumann y Mullins, la cual indica que la rapidez de crecimiento se relaciona simplemente al número promedio de lados por grano, l , por:

$$\frac{dR}{dt} = \frac{M\sigma}{R} \left(\frac{l}{6} - 1 \right) \quad (1.13)$$

Combinando las ecuaciones (1.12) y (1.13) se obtiene el número de lados por grano y el tamaño de grano, relacionandose por:

$$l = 6 + 6\alpha \left(\frac{R}{R_{cr}} - 1 \right) \quad (1.14)$$

El número de lados promedio de los granos en la muestra debe ser:

$$\bar{l} = \frac{1}{N} \sum_N |6 + 6\alpha \left(\frac{R}{R_{cr}} - 1 \right)| = 6 + 6\alpha \left(\frac{\bar{R}}{R_{cr}} - 1 \right) \quad (1.15)$$

Hillert obtiene para α el valor de $\frac{1}{2}$, cuando $R = 0$ y $n = 3$. También, de acuerdo a reglas topológicas, el número promedio de lados por grano en un sistema de dos dimensiones es seis. Hillert concluye que $\bar{R} = R_{cr}$ cuando $\bar{l} = 6$.

Siguiendo el procedimiento establecido por Lifshitz y Slyozov, Hillert deduce la función de distribución teórica para el crecimiento de grano normal, representada por:

$$P(u) = (2c)^\beta \frac{\beta u}{(2-u)^{2+\beta}} \exp \frac{-2\beta}{2-u} \quad (1.16)$$

donde $\beta = 2$ y $\bar{R} = R_{cr}$ en dos dimensiones, $\beta = 3$ y $\bar{R} = \frac{8}{3}R_{cr}$ en tres dimensiones.

Para Hillert el tamaño de grano máximo presente es $R_{m\acute{a}x} = 1.7R_{cr}$, valor menor al considerado por Feltham²⁶ de $R_{m\acute{a}x} = 2.5R_{cr}$. Los tamaños de grano mayores a este $R_{m\acute{a}x}$ deben ser inestables con respecto al crecimiento de grano y deben provocar la aparición del crecimiento de grano anormal en la microestructura. Esta sugerencia no esta de acuerdo con los resultados de simulaciones matemáticas, los cuales indican que la presencia de granos anormalmente grandes son insuficientes para el inicio del crecimiento de grano anormal (recristalización secundaria).⁴⁰

Louat³⁵ consideró que el movimiento necesario de los límites en el crecimiento de grano es necesariamente un proceso aleatorio y que la relación lineal entre el tamaño de grano y el número de lados por grano es válida solamente en términos estadísticos. Es importante remarcar que en un agregado policristalino los granos representan solamente una configuración de caras de granos. Es entonces que las caras más que los granos son las que tienen importancia física en el crecimiento de los granos. De acuerdo con esto, el crecimiento de grano puede verse en términos del crecimiento de las caras, el cual es un

proceso estadístico. Para que este tratamiento sea válido, las funciones de distribución del tamaño y forma de los granos (número de lados por grano en dos dimensiones o el número de caras por grano en tres dimensiones) deben ser necesariamente la misma. Esto ha sido corroborado experimentalmente.²⁶

La ecuación básica empleada por Louat en su análisis es:

$$\frac{\partial f}{\partial t} = A \frac{\partial^2 f}{\partial x^2} \quad (1.17)$$

donde f es el número de granos (o caras), x es la dimensión lineal de las caras de grano, t es el tiempo y A es un factor independiente de f , x y t . La solución requerida por la ecuación anterior, la cual satisface la condición límite de que los granos son eliminados pero no creados, esto es, $f(0) = 0$, es:

$$f(x, t) = At^{-3/2} Cx \exp\left(-\frac{x^2}{4At}\right) \quad (1.18)$$

donde C es una constante para la distribución a $t = t_0$. De esto Louat obtiene una ecuación de razón de crecimiento de tipo parabólico. Louat comprobó que esta función de distribución puede ser aplicada a los casos de dos y tres dimensiones.³⁵

O. Hunderi y N. Ryum³⁶ analizan la función de distribución cuasiestacionaria (invariante en el tiempo) y su correspondiente velocidad de crecimiento de grano normal. Ellos continúan los análisis iniciados por Feltham, Louat y Hillert. Determinan una expresión para la velocidad reducida $v(\rho)$ como función de un radio reducido ρ , donde $\rho = \frac{R}{R^*(t)}$ y R^* es el valor de R cuando $v(\rho) = \frac{dR/dt}{dR^*/dt} = 0$. Las expresiones determinadas son:³⁶

$$v(\rho) = 2c \frac{1}{\rho} \ln \rho \quad (\text{Feltham})$$

$$v(\rho) = \rho - \frac{3k^*}{2} \frac{1}{\rho}$$

$$\text{donde: } k^* = \frac{K}{R_{cr}} \quad (\text{Louat})$$

y

$$v(\rho) = 4 \left(1 - \frac{1}{u} \right) \quad (\text{Hillert})$$

En la figura 1.5 se muestran las curvas resultantes de estas ecuaciones.

M. P. Anderson y otros³⁷ definen el crecimiento de grano normal como el incremento uniforme del tamaño de grano durante el recocido de un material policristalino una vez se ha completado la recristalización primaria. Este tipo de crecimiento de grano, lo distinguen de otros tipos de crecimiento mediante dos características:

1. Debe presentar una homogeneidad microestructural en el sentido de que el tamaño máximo de los granos debe ser sólo de 2.5-3.0 mayor al tamaño de grano promedio \bar{R} .
2. Presenta invariancia en el tiempo de la distribución de tamaño de grano graficada como función de un tamaño de grano normalizado $\frac{R}{\bar{R}}$, donde R es el radio obtenido de mediciones en un microscopio de muestras preparadas para tal fin.

Estos autores realizan una simulación mediante el método Monte Carlo para el caso del crecimiento de grano en dos dimensiones, considerando las características topológicas y morfológicas. Su modelo reproduce el resultado clásico de $n = \frac{1}{2}$. Los resultados de las simulaciones realizadas indican que los valores de $n < \frac{1}{2}$ son valores que pueden esperarse aún en materiales puros, puesto que no fueron consideradas en las simulaciones.

1.4 Influencia de la Presencia de Partículas de Segunda Fase en el Crecimiento de Grano.

Quizá la principal variable microestructural que afecta el crecimiento de grano en mayor grado sea la presencia de partículas y precipitados en la matriz. Las partículas y los precipitados de todos los tipos tienden a reducir o inhibir la migración de los límites de grano. Los efectos de estas partículas dependen en mayor grado del tipo de partícula y de sus parámetros (fracción precipitada y distribución de tamaños de partícula).

El caso más simple fué analizado por C. Zener.³ En su estudio, como en la mayoría de los casos, las partículas deben estar rodeadas por los límites de grano en movimiento y donde las partículas alcanzan una fracción en volumen y un tamaño de grano crítico, la migración de los límites de grano debe ser detenida. Existe también la posibilidad (considerada por Ashby²¹) de que las partículas sean arrastradas por el límite de grano en migración.

El efecto de partículas de segunda fase sobre el crecimiento de grano fue analizado por Hillert,⁵ tomando como punto de partida el término de esfuerzo de anclaje presentado por Zener:

$$\sigma = \frac{3f\gamma}{4r} \quad (1.19)$$

donde r es el radio para partículas de tamaño uniforme y f es la fracción en volumen de las partículas (γ es la energía específica del límite de grano). En base a su modelo, Hillert predice que el crecimiento anormal deberá presentarse cuando se cumplan simultáneamente las siguientes condiciones:

1. El crecimiento de grano normal sea inhibido por partículas de segunda fase.
2. El tamaño de grano promedio sea menor a $\frac{1}{2}z$, donde $z = \frac{3f}{4r}$.
3. Exista al menos un grano mucho más grande que el promedio.

Gladman⁴¹ trató el problema considerando los cambios asociados con el crecimiento de grano y la liberación de los límites de grano anclados por los precipitados. Para que la recristalización secundaria ocurra, no sólo debe disminuir la energía del sistema con el crecimiento de grano, también es necesario que la energía liberada sea suficiente para producir la liberación de los límites de grano. El crecimiento de grano anormal ocurre cuando la coalescencia de las partículas provoca que el tamaño de partícula exceda un valor crítico.

1.5 Precipitados en un Acero Microaleado con Nb y V.

El papel de los elementos microalientes en el mejoramiento de la propiedades físicas y mecánicas de los aceros de alta resistencia y baja aleación, ha sido motivo de estudio durante las últimas dos décadas.^{27-30,42,43} Los elementos de mayor interés han sido el Nb, V y el Ti, ya sea individualmente o en combinación.³⁰ Estos elementos precipitan en la austenita y ferrita como carburos, nitruros o carbonitruros contribuyendo al endurecimiento por precipitación y al refinamiento de grano.⁴²

Si los precipitados son estables a alta temperatura, pueden contribuir en la resistencia al crecimiento de grano del acero durante tratamientos de recocido a temperaturas elevadas, inhibiendo el movimiento de los límites de grano. Para que la precipitación dé los resultados esperados, no sólo es necesario que la precipitación inicial sea fina, sino que también se requiere que los precipitados no crezcan rápidamente a temperaturas elevadas. Un crecimiento considerable de los precipitados puede ocurrir durante los tratamientos termomecánicos con la consecuente pérdida de resistencia. La estabilidad a alta temperatura de la dispersión de precipitados es por lo tanto de primordial importancia. Durante la fabricación de los aceros HSLA se debe buscar el balance entre el crecimiento/disolución de los carbonitruros y el crecimiento del grano austenítico.⁴⁴

La solubilidad de los precipitados de niobio y vanadio es mucho menor en la ferrita que en la austenita,⁴⁵ por lo que la transformación $\gamma \rightarrow \alpha$ debe estar acompañada por la precipitación. Además, la precipitación en austenita durante los procesos de laminación controlada, se emplea para retardar la recristalización, lo cual resulta en granos sustancialmente elongados de austenita en los procesos de laminación comercial. El resultado final es una relación elevada de área/volumen en los granos deformados de austenita, que produce un tamaño de ferrita fino al aumentar la cinética de nucleación de la ferrita.

La solubilidad de los precipitados es bastante bien comprendida en aceros con un solo mi-

croalente, no así la de los precipitados en aceros con adiciones de más de un microaleante. La solubilidad de los precipitados depende de la estabilidad termodinámica y de la cinética de disolución para la distribución de tamaños de grano presente.^{42,43} La estabilidad termodinámica de las fases precipitadas se expresan normalmente en términos del producto de solubilidad del elemento metálico (M) y del elemento intersticial (X) y su estequiometría (m, n) en función de la temperatura absoluta de acuerdo con la relación:

$$\log(M)^m(X)^n = A - \frac{B}{T} \quad (1.20)$$

donde M es el porcentaje en peso del elemento microaleante, X es el porcentaje en peso de N o C presente, $m = 1$, n debe ser ≤ 1 , A y B son constantes y T es la temperatura absoluta. Los valores de A y B varían ampliamente para los carburos y nitruros. Aunque existen discrepancias en los valores determinados por diferentes investigadores para compuestos específicos y los valores se modifican cuando se encuentran presentes más de un elemento microaleante y cuando la relación de carbono y nitrógeno se modifica.^{42,44,45}

Mientras que los nitruros son más estables que sus correspondientes carburos, todos ellos son completamente intersolubles.⁴⁵ Una selección de los productos de solubilidad de los compuestos binarios se da en la Tabla I.

Se ha encontrado que los carbonitruros de niobio y vanadio ($Nb(CN)$ y $V(CN)$) son completamente intersolubles y que es teóricamente posible encontrar un espectro completo de propiedades de un compuesto a otro. Sobre esta base, no es sorprendente que se formen compuestos mezclados fácilmente. Crooks et. al. fué uno de los primeros investigadores en mostrar que los carbonitruros formados en aceros microaleados con Nb y V , contienen a ambos microaleantes.^{43,51}

El vanadio es mucho más soluble que el niobio en la ferrita de los aceros típicos de baja aleación y alta resistencia (HSLA).⁴⁴ La solubilidad del Nb en la austenita se ve afectada por el contenido de carbono y por la temperatura de recalentamiento, al aumentar el %C

la solubilidad disminuye apreciablemente. Mientras que las ecuaciones del producto de solubilidad desarrolladas para compuestos simples son de utilidad en algunos casos, muchos aceros HSLA contienen más de una adición de microaleante e involucran al carbono y al nitrógeno. Las teorías clásicas de cinética de crecimiento de partículas muestran que la concentración de la matriz de las especies en difusión es un factor importante en este aspecto.⁴⁶

T A B L A I.

Productos de Solubilidad de los Precipitados en Aceros Microaleados.

$$\text{Definido por: } \log(M)^m(X)^n = A - \frac{B}{T}$$

Precipitado	A	B	Referencia
1 NbC	2.26	6770	43
2 NbC	-0.63	2500	47
3 NbC	4.37	9290	47
4 NbC	3.7	9100	47
5 NbC	3.04	7290	47
6 NbC	3.30	7900	47
7 NbC _{0.87}	3.11	7520	47
8 NbC _{0.87} , K=(Nb)(C) ^{0.87}	3.18	7700	47
9 Nb(C,N), K=(Nb)(C+N)	1.54	5860	47
10 Nb(C,N), K=(Nb)(C+ $\frac{12}{7}$ N)	2.26	6770	48
11 Nb(C,N), K=(Nb)(C) ^{0.83} (N) ^{0.14}	4.46	9800	47
12 Nb(C,N), K=(Nb)(C) ^{0.24} (N) ^{0.65}	4.09	10400	47
13 NbN	4.04	10230	47
14 NbN	3.70	10800	49
15 VC	6.72	9500	43
16 VC _{0.75} , K=(V)(C) ^{0.75}	5.66	8000	47
17 VN	3.02	7840	43
18 VN	2.27	7070	47
19 VN	3.46	8330	50
20 VN	3.46+.12(Mn)	8330	50

En la tabla se puede observar que se presentan casos de compuestos no estequiométricos.

Para la mayoría de los aceros comerciales, se espera que el VC se disuelva completamente a las temperaturas de recocido, mientras que el VN lo hará a temperaturas más altas,

mientras que los precipitados de Nb y Ti requieren de temperaturas superiores a los 1150 °C para su disolución.⁴² A estas temperaturas el vanadio muestra una mayor solubilidad en la austenita que el niobio, lo cual permite que el precipitado sea más rico en niobio que en vanadio. Durante el calentamiento comercial, las velocidades de calentamiento y tiempos de permanencia son normalmente suficientes para alcanzar el equilibrio de solubilidad.

La cinética de disolución es importante, esto en relación con la estabilidad de los precipitados y con la condición inicial de anclamiento de los límites de grano que previene el crecimiento de grano austenítico. Conforme avanza el crecimiento/disolución de los precipitados, se alcanza la condición crítica para que se presente el crecimiento de grano anormal (recristalización secundaria)²³ lo cual produce un crecimiento acelerado del tamaño de grano. El resultado de esto es una estructura de granos grandes (200-400 μm), lo cual debe prevenirse con un exceso de microaleante en el caso del Nb o mediante la adición de Ti en presencia de nitrógeno durante el proceso de fabricación, de tal manera que un número suficiente de precipitados permanezcan insolubles para poder evitar alcanzar la condición crítica de crecimiento de grano anormal. Entonces debe ser posible retener tamaños de grano entre 30 y 40 μm después del recalentamiento.

Para probar los modelos existentes de anclaje de los límites de grano por partículas de segunda fase, se requiere que las características geométricas de las partículas dispersas sean bien conocidas. Sin embargo, mucho del trabajo ha sido realizado en aceros que contienen carburos y/o nitruros los cuales crecen y/o disuelven, lo cual hace que la determinación confiable del tamaño de partícula sea un problema.¹⁸

Los carbonitruros de niobio presentes a alta temperatura pueden mejorar la resistencia al crecimiento de grano del acero durante los tratamientos de austenización, mientras los precipitados formados durante la última etapa también pueden impartir resistencia mecánica por endurecimiento por precipitación. Básicamente, las adiciones de niobio retardan la recristalización, causando una estructura substancialmente alargada en las últimas etapas

del laminado comercial. Se sugiere que el mecanismo de retardo de la recristalización resulta del anclaje de los límites de grano y subgrano por los carbonitruros precipitados y por los átomos en solución sólida en la austenita.⁹

La mayoría de los autores coincide en que el efecto tan dramático en la recristalización se debe a la precipitación inducida por la deformación.⁴⁶ Hansen et. al.⁴⁶ sugieren que existe una saturación crítica de los elementos microaleantes (Nb, V, Ti o Al) para que se inhiba la cinética de recristalización.

Los efectos de los elementos microaleantes no es aditivo, como lo han demostrado varios trabajos experimentales.^{32,47} Estudios realizados con STEM (Scanning transmission electron microscopy) y microanálisis de rayos x han mostrado que las partículas que precipitan en aceros aleados con Nb y V contienen a ambos elementos.^{32,43,51} Crooks et. al.⁵¹ y White et. al.⁵² mostraron que las adiciones de V a aceros con Nb incrementaba la razón de endurecimiento durante pruebas de compresión en caliente, esto sugiere que el V contribuye también a inhibir la recristalización de la austenita.

La composición química de los precipitados depende de la cantidad, tipo y número de elementos aleantes presentes así como de la historia térmica del acero. En aleaciones donde dos o más compuestos son mutuamente solubles, el precipitado resultante debe tener con certeza una composición intermedia a la de estos compuestos. De hecho, la formación de carburos y/o nitruros puros no es posible considerando solamente efectos entrópicos.⁴⁷

Si el acero contiene más de un elemento microaleante (Nb/V), debe precipitar un carbonitruro complejo de la forma (Mi,Mj)(C,N), por lo que la interacción entre estos elementos seguramente debe influir sobre el crecimiento de grano y el endurecimiento por precipitación de la aleación. Estos carbonitruros complejos han sido encontrados en varios aceros HSLA que contienen más de un elemento microaleante.

Las determinaciones experimentales de la composición de los carbonitruros complejos (relación C/N en los precipitados) son generalmente escasas debido a las dificultades experimentales inherentes. Sin embargo, se han desarrollado modelos teóricos para describir estos sistemas.⁴³ Como resultado de esto, se han desarrollado y ampliado en los últimos años modelos termodinámicos para sistemas complejos. Los resultados permiten realizar predicciones de composición química de los precipitados y de la austenita resultante como función de la composición química del acero y de la temperatura de recocido.

El modelado termodinámico ha sido realizado para sistemas con dos o más elementos microaleantes.⁴³ Estos modelos están limitados por la calidad de los datos alimentados al modelo, datos que han sido evaluados por diferentes autores.

1.6 Tamaño de grano austenítico.

En la evaluación del tamaño de grano austenítico en aceros de medio y bajo carbono el principal problema a enfrentar es revelar los límites de grano de una fase que ya no se encuentra presente a temperatura ambiente. Para lograr esta meta se han utilizado varias técnicas basadas en: microscopía de platina caliente, tratamientos isotérmicos y oxidación superficial, estas han sido reportadas con diversos grados de éxito. Una revisión de la literatura realizada por Najma Shams,⁵³ mostró que durante los últimos 40 años se han utilizado una gran variedad de reactivos para revelar los límites de grano austenítico en aceros de bajo a medio carbono. Los reactivos basados en el ácido pícrico han mostrado ser el mejor medio para delinear los límites de grano austenítico en aceros templados y revenidos.^{11,46,61-65} El éxito de este método depende principalmente del ataque preferencial del reactivo sobre los límites de grano, donde los elementos intersticiales y algunos elementos de aleación segregan durante los procesos de austenización y/o revenido. Donde las condiciones de segregación de estos elementos no son favorables se presentan problemas para lograr resolver los límites de grano.

CAPITULO II

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 El Acero Microaleado.

2.1.1 Fabricación.

El acero estudiado fue fabricado en las instalaciones de la Siderurgica del Balsas (Sicartsa fase II). En el proceso de fabricación se empleó arrabio y menos del 20% de chatarra en un convertidor básico al oxígeno, seguido por el ajuste de la composición química en un horno-olla mientras se agitaba con una lanza de nitrógeno y/o argón. El análisis químico se practicó una vez terminado el ajuste de la aleación. La solidificación del acero fue realizada por colada continua de palanquilla de 125 mm de sección y enfriamiento en aire hasta temperatura ambiente. Posteriormente fueron recalentadas a 1150 °C para laminar a barra de 19 mm de diámetro. La temperatura de salida de las barras fue superior a los 1000 °C (ver figura 2.1).

2.1.2 Corte y Caracterización.

De las barras obtenidas se cortaron muestras para ensayos de tensión realizados en una máquina de tensión Instron 1125 conectada con una microcomputadora HP216 para procesar las curvas de tensión-deformación. Las pruebas mecánicas se realizaron por duplicado a diferentes velocidades de avance del cabezal. Además, se cortaron las muestras requeridas para los estudios de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión y para los tratamientos térmicos de recocido. Las observaciones fueron realizadas en un microscopio óptico Olympus PMG3, en un microscopio electrónico de barrido (SEM) Jeol JSM-T200 auxiliado con un equipo de análisis de energía dispersiva de rayos x (EDAX) y en un microscopio electrónico de transmisión (TEM) Jeol CX de

100 y 200 kV. El analizador EDAX no es capaz de detectar elementos ligeros tales como el carbono y el nitrógeno.

Las muestras para microscopía óptica y electrónica de barrido fueron preparadas mediante desbaste en lijas de números 80 a 600 y posteriormente pulidas con alúmina de 1 y 0.3 μm . El ataque químico se realizó con una solución de 2% HNO_3 en alcohol etílico (solución conocida como nital). Se cortaron muestras de 3 mm de diámetro y 50-60 μm de espesor para las observaciones en el microscopio electrónico de transmisión (TEM), las cuales fueron atacadas en una máquina de electropulido de doble chorro Tenupol 2, empleando como electrolito una solución de 10% de ácido perclórico en alcohol etílico a una temperatura de $-15\text{ }^\circ\text{C}$ y un voltaje de 20-30 V.

2.2 Estudio del Crecimiento de Grano.

2.2.1 Tratamiento Térmico.

Los tratamientos térmicos del material de llegada se realizaron en muestras cilíndricas de 9x9 mm. cortadas en la dirección de laminación. Las temperaturas de tratamiento térmico fueron 900, 1000 y 1100 $^\circ\text{C}$ a tiempos de 0.12, 0.18, 0.3, 0.6, 1.8, 3.6, 7.2 y 28.8 ks. Las muestras fueron templadas en agua agitada para detener el proceso de crecimiento de grano y observar los límites de grano austeníticos. Una vez templadas, las muestras fueron revenidas a 450 $^\circ\text{C}$ durante 30 min. El período de revenido es necesario para obtener una matriz de martensita revenida y bainita, además de lograr la segregación en los límites de grano para facilitar el ataque químico del mismo. El ciclo térmico se muestra en la figura 2.2.

2.2.2 Preparación y Ataque de las Muestras.

Después del tratamiento térmico, las muestras se cortaron por el centro y se prepararon para su observación metalográfica mediante desbaste con lijas desde el número 80 al 600,

posteriormente fueron pulidas con alúmina de 1 y 0.3 μm . Una vez pulidas, las muestras fueron atacadas para revelar las fronteras de grano.

El ataque de las muestras templadas es un paso muy importante en el desarrollo experimental. Un ataque adecuado permite la observación óptima de las fronteras de grano en la matriz martensítica obtenida durante el temple. Esto permite evaluar las distribuciones de tamaño de grano a cada una de las temperaturas y distintos tiempos de tratamiento. Varios ataques han sido reportados en la literatura para lograr este objetivo.⁵³ Se probaron diversos ataques hasta lograr uno que cumpliera con las condiciones requeridas:

- i) Revelar de manera uniforme y clara los límites de grano en un área suficiente para realizar el conteo y medición.
- ii) Lograr reproducibilidad en todas las muestras.

Para revelar las fronteras de grano se probaron varios ataques, de los cuales la solución acuosa saturada en ácido pícrico dio los resultados buscados. Este reactivo es el más reportado en la literatura con algunas variantes en la técnica de ataque.^{11,46,61-65}

2.2.3 Evaluación de las Distribuciones de Tamaño de Grano Austenítico.

El método empleado para medir el tamaño de grano y evaluar las distribuciones de tamaño de grano fue el de intercepción sobre papel fotográfico empleando un comparador óptico de 10x. En total se trabajaron 23 muestras, de las cuáles, algunas requirieron de varias secuencias de pulido y ataque. En cada muestra se realizaron un promedio de quinientas mediciones para evaluar las distribuciones de tamaño de grano, esto nos permite tener un rango de error en las mediciones menor a 5%.¹⁶ Los datos obtenidos de las mediciones de tamaños de grano fueron procesados en una microcomputadora HP216.

CAPITULO III

RESULTADOS

3.1 Caracterización General del Acero Microaleado.

3.1.1 Análisis Químico.

El resultado del análisis químico se reporta en la tabla II.

T A B L A II

%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Nb	%V	%N	%Ni	%Mo	%Cr	%Sb	%Al
0.3	1.36	0.32	0.038	0.011	0.036	0.15	0.0053	0.012	0.042	0.013	0.008	0.004

De acuerdo con el análisis químico la soldabilidad del acero estudiado se ubica en la zona de soldabilidad intermedia del diagrama carbono-carbono equivalente, donde el proceso de soldadura requiere de precalentamiento para minimizar el riesgo de formar fases frágiles o microgrietas. El carbono equivalente se calculó de acuerdo a la relación:⁵⁴

$$CE = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr + Mo + V)}{5} + \frac{(Ni + Cu)}{15}$$

Conviene explorar la posibilidad de reducir el contenido de carbono en el acero para acercarse lo más posible a la zona C de la figura 3.1, donde la soldabilidad es óptima.⁵⁵⁻⁵⁷ La reducción de la resistencia del acero asociada con la reducción del carbono puede compensarse favoreciendo las condiciones para optimizar el papel del vanadio en el acero, en especial controlando la temperatura de salida de las barras de refuerzo del tren de laminación a un valor no mayor a los 950 °C para inhibir la recristalización y el crecimiento de grano.

3.1.2 Microestructura.

3.1.2.1 Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido.

La microestructura del acero es fina y está esencialmente limpia de inclusiones, como se aprecia en la figura 3.2. De manera muy aislada pudieron detectarse sulfuros de manganeso como se muestra en la figura 3.3. El tamaño de grano promedio es de $15\ \mu\text{m}$ y las colonias de perlita son más grandes que los granos de ferrita. Los granos de ferrita enmarcan a las colonias de perlita que aparentemente predomina en la microestructura, como puede verse en la figura 3.4. En el estudio de la microscopía electrónica de barrido apoyada con análisis EDAX en una toma global de la microestructura indica la presencia de Fe, Mn, Si y V según el diagrama EDAX de la figura 3.5. Las partículas detectables en este aparato son del tamaño superior a $1\ \mu\text{m}$. En este caso se detectaron algunos sulfuros de manganeso que aparecen en la figura 3.6 y que tienen el diagrama EDAX de la figura 3.7 y partículas de alúmina que se indican también en la figura 3.6 con el diagrama EDAX de la figura 3.8.

3.1.2.2 Microscopía Electrónica de Transmisión.

En el microscopio electrónico de transmisión se realizó la caracterización de las partículas de tamaño inferior a $1\ \mu\text{m}$. La perlita del acero es muy fina como se aprecia en la figura 3.9. El grosor promedio de cada banda de cementita es de $8\ \text{nm}$. Se identificaron partículas facetadas con tamaños entre 20 y $90\ \text{nm}$ (figura 3.10). El diagrama EDAX correspondiente a estas partículas indica la presencia de los elementos Nb y V, además de hierro como se aprecia en la figura 3.11. La intensidad del pico de niobio es aproximadamente 5 veces superior al del vanadio, y algunas partículas no lo presentan. El espectro fué tomado junto con una zona de la matriz, lo cual resulta en el pico elevado de Fe.

En el interior de la ferrita se encontró abundante precipitación fina, con tamaños menores a los precipitados mencionados anteriormente. El par de fotomicrografías de la figura 3.12

son un campo claro (3.12a) y un campo oscuro (3.12b) de un contorno de doblez donde se aprecian los precipitados. El campo oscuro fué tomado empleando un punto del patrón de difracción correspondiente a los precipitados.

En la figura 3.13 se muestra el patrón de difracción del grano de ferrita de la figura 3.12, en donde los puntos del patrón de difracción más gruesos son los que corresponden a la matriz ferrítica y los más chicos a los precipitados. Se determinó una red cristalina cúbica y una distancia interplanar $d_{200} = 0.2076nm$. En la figura 3.14 se muestra un detalle de la precipitación fina en un grano de ferrita. Otro grano de ferrita que se ilustra en la figura 3.15, tiene una orientación diferente a la de la figura 3.12 y muestra el patrón de difracción de la figura 3.16, determinándose una red cristalina cúbica y una distancia interplanar $d_{220} = 0.149nm$.

El análisis de la información cristalográfica existente permite aseverar que los patrones de difracción de las figuras 3.13 y 3.16 corresponden al mismo tipo de precipitado con una red cristalina cúbica pero en dos orientaciones distintas. La distancias interplanares determinadas anteriormente dan como resultado un valor promedio del parámetro de red $a = 0.4157nm$. Los compuestos de configuración cúbica identificados con parámetros de red promedio de $a = 0.4157nm$ no incluyen nitruros, carburos o carbonitruros de niobio. El carburo de vanadio con una red cúbica y parámetro de red de $a = 0.416nm$,⁵⁹ es el único compuesto reportado en la literatura congruente con este valor de parámetro de red. La precipitación fina en el acero es entonces atribuible a los carburos de vanadio.

Se encontró que la precipitación fina tiene una red cristalina cúbica con una orientación definida con respecto a la matriz ferrítica, la red cristalina cúbica del precipitado se alinea de manera que la dirección $(\bar{1} 1 1)$ es paralela a la dirección $(1 1 0)$ de la matriz ferrítica.⁵⁸

3.1.2.3 Propiedades Mecánicas.

El límite elástico del material de llegada tiene un valor promedio de 66 kgf/mm² y el valor promedio de la resistencia a la tensión de 92 kgf/mm², considerando el amplio intervalo de valores de la velocidad de cabezal de la máquina de tensión (0.5 a 20 mm/min). El valor obtenido del límite elástico es conservadoramente superior a la especificación de 60 kgf/mm² que se propone cumplir. La resistencia a la tensión que se ha propuesto en normas nacionales para barras de refuerzo de grado 60 kgf/mm² (B204)⁶⁰, es de 70 kgf/mm². En este caso se determinó una resistencia a la tensión promedio de 91 kgf/mm², que es considerablemente superior. El alargamiento hasta la fractura supera el 12% y es bastante razonable para cubrir el 8% que se impone como mínimo en el tipo de normas mencionadas anteriormente, este valor también es función de la velocidad de cabezal de la máquina de tensión.

La figura 3.17 muestra las curvas de esfuerzo-deformación obtenidas empleando velocidades de cabezal de 0.5, 5 y 20 mm/min. Las tres curvas son muy similares confirmando la estabilidad de las propiedades mecánicas ante diferentes velocidades de deformación. El límite elástico está claramente definido en las tres curvas. En el caso donde se empleó la velocidad de deformación de 5 mm/min, se aprecia una reducida planicie de cedencia. Estos dos últimos aspectos favorecen la aceptación de este tipo de aceros por los constructores sobre otras barras de refuerzo del mismo grado que no presentan un límite elástico definido.

3.2 Estudio del Crecimiento de Grano.

3.2.1 Microscopía de Barrido.

En general la estructura sigue viéndose bastante limpia como lo muestra la figura 3.19. En esta figura se aprecian granos de forma heterogénea y en la figura 3.19b se aprecian bandas de granos más finos. Estas bandas se asocian con la textura de deformación del

material.^{4,25} En la figura 3.20 se muestra la presencia de sulfuros de manganeso y que aparentemente no presentan interacción con los límites de grano, es de hacerse notar que los sulfuros de manganeso son atacados severamente por el reactivo de ataque y la mayoría sólo dejan el hueco donde alguna vez se encontraban.

3.2.2 Microscopía de Transmisión.

El análisis por microscopía de transmisión sólo mostro la presencia de precipitación fina en las fronteras de grano de la austenita, como se muestra en la figura 3.21.

Empleando el modelo termodinámico de J. G. Speer et.al.⁴³ se calculó la composición química y la temperatura de disolución de los precipitados formados en el equilibrio a 1000 °C. La composición química de los precipitados debe ser $Nb_{0.96}V_{0.04}C_{0.03}Nb_{0.17}$ y la temperatura de disolución 1156 °C. Adicionalmente, se sabe que en los carbonitruros presentes en el acero debe aumentar el contenido de Nb en los carbonitruros conforme se aumenta la temperatura de recocido.

3.2.3 Microscopía Óptica.

Se encontraron diferencias en la respuesta al ataque de los límites de grano austenítico como función de la temperatura de tratamiento, la definición de los límites de grano fué más difícil conforme aumentaba la temperatura de tratamiento. Como la respuesta al ataque de los límites de grano austeníticos es función de la segregación en los límites de grano.^{66,67} Algunas muestras fueron revenidas por más tiempo para fomentar la segregación y lograr una mejor definición de los límites de grano austenítico. En algunos casos también fué necesario realizar varias secuencias de pulido y ataque para lograr resolver los límites de grano.

Un ejemplo de las diferentes microestructuras logradas con distintos reactivos se muestra

en la figura 3.18. Una vez lograda la técnica de ataque, todas las muestras ya pulidas fueron atacadas para poder evaluar las distribuciones de tamaño de grano.

3.2.4 Distribuciones de Tamaño de Grano.

Para comparar las distribuciones de tamaño de grano y para la presentación de los resultados es deseable conocer la función matemática de la distribución de tamaños de grano. Las distribuciones empleadas para describir distribuciones de tamaño de grano son la de Raleigh y la lognormal. Las diferencias entre ambas son mínimas y se ha preferido en general emplear la distribución lognormal para describir distribuciones de tamaño de grano.^{21,39,68-70} La distribución lognormal se representa por:

$$n(r) = \frac{1}{(2\pi)^{1/2}sr} \exp\left(-\frac{(\log r - \log r_{av})^2}{2s^2}\right) \quad (3.1)$$

Donde:

$$s = \log \sigma_g = \left(\frac{\sum (\log r - \log r_{av})^2}{N}\right) \quad (3.2)$$

y

$$r_{av} = \text{media geométrica} = \frac{\sum (\log r)}{N} \quad (3.3)$$

La distribución lognormal acumulada se define por:

$$I(r) = \int_r^{\infty} n(r) dr \quad (3.4)$$

donde $n(r)dr$ es el número de granos por unidad de volumen con tamaños entre r y $r + dr$.

La microestructura y la distribución inicial acumulada de los tamaños de grano austenítico junto con su ajuste lognormal se muestran en la figura 3.22. Mientras que las microestructuras resultantes de los tratamientos térmicos se muestran en las figuras 3.23, 3.24 y 3.25 para 900, 1000 y 1100 °C respectivamente. Las distribuciones de tamaños de grano se

presentan de esta forma normalizada para poder comparar entre los diversos tiempos de tratamiento a una temperatura dada. Se observa que no existe variación apreciable entre las diferentes distribuciones de tamaño de grano para cada temperatura de tratamiento, ni es posible observar algún indicio de una doble moda en las diversas curvas. Esto indicaría que no se presenta el crecimiento de grano anormal. Sin embargo, es evidente en las fotomicrografías que el proceso de crecimiento de grano anormal si se presenta.

3.2.5 Crecimiento de Grano Austenítico.

En algunas de las microestructuras mostradas en las figuras 3.23, 3.24 y 3.25 se puede observar un crecimiento de grano anormal o recristalización secundaria bien definida, el cual se ejemplifica mejor en la figura 3.26. Aquí debe notarse que el juicio de crecimiento de grano anormal es relativamente fácil sobre las imágenes mostradas, pero en las distribuciones de tamaño de grano no es evidente. En la figura 3.27 se esquematiza el tipo de crecimiento de grano evaluado de las fotografías. En las tres temperaturas se observa un período de crecimiento de grano anormal, la duración del mismo es diferente para cada temperatura. Este se desplaza a tiempos menores conforme aumenta la temperatura. A los 900 °C el intervalo de crecimiento de grano anormal se ubica en el máximo del tiempo estudiado (480 min.). Mientras que a los 1100 °C el intervalo de crecimiento de grano anormal se aprecia en los primeros minutos. A la temperatura de 1000 °C, al inicio se presenta el crecimiento de grano normal. Después de los primeros 5 minutos se presenta la transición a crecimiento de grano anormal.

En la figura 3.28 se muestran las gráficas de % de anormalidad calculadas en base a los criterios de $D_{m\acute{a}x} = 2\bar{D}$ (Hillert⁵) y $D_{m\acute{a}x} = 3\bar{D}$ (Srolovitz y otros⁴⁰) como tamaño máximo que puede estar presente durante el crecimiento de grano normal para cada autor. Este porcentaje de anormalidad está dado por la relación:

$$\%anormalidad = \frac{L_{anormal}}{L_{tot}} * 100$$

donde $L_{anormal}$ es la suma de los radios de los granos con tamaños superiores a $D_{m\acute{a}x}$.

A la temperatura de 1100 °C se encuentra que el porcentaje de anormalidad es más bajo que a las temperaturas de 1000 y 900 °C. De acuerdo con los resultados experimentales, el porcentaje de granos con $r > 2\bar{R}$ no se ajusta con las observaciones hechas en la fotografías. Mientras que el porcentaje de granos con $R > 3\bar{R}$ se ajusta mejor a las observaciones.

En la gráfica mostrada en la figura 3.29 se muestra el ajuste de los datos de tamaño de grano a las ecuaciones 1.11 y 1.12, donde se aprecia que cuando el tamaño de grano es muy grande comparado con el inicial (tal es el caso del experimento a 1100 °C), es posible despreciar este último. El valor de n sin embargo cambia notoriamente, como se muestra en la tabla III.

TABLA III

Resultados del ajuste de los datos de tamaño de grano a $T = \text{cte}$.

Modelo	$D = D_0 + kt^n$			
Temperatura	D_0	k	n	r
900 °C	6.15	0.7284	0.407	0.96
1000 °C	6.15	7.4477	0.330	0.92
1100 °C	6.15	39.375	0.174	0.81

Mientras que en el caso límite el valor de $n \rightarrow \frac{1}{2}$, se esperaba que el valor de n aumentara con la temperatura. Sin embargo los resultados experimentales indican una disminución de n con el incremento de la temperatura. Para el hierro refinado zonalmente se han reportado variaciones en el valor de n con la temperatura.⁴ El valor de n aumenta de 0.2 a 550 °C a casi 0.5 a 850 °C.

La evolución del tamaño de grano a tiempo constante se muestra en la figura 3.30. La inhibición del crecimiento de grano es mayor a 900 °C que a 1100 °C. En las figuras 3.31-3.33 se comparan los resultados experimentales de crecimiento de grano isotérmico

encontrados en la literatura para el crecimiento de grano de un acero al carbono y un acero microaleado con V-Ti.^{14,15} En donde se puede apreciar que el efecto de inhibición del tamaño de grano es mayor en el acero microaleado con V-Ti, el acero estudiado queda ubicado en segundo lugar y en último se encuentra el acero al carbono.

3.2.6 Velocidades de crecimiento de grano austenítico.

Las velocidades de crecimiento de los granos en función del tamaño de grano se calcularon utilizando la evolución de las distribuciones de tamaño de grano para las diferentes temperaturas y tiempos.^{66,71}

El método empleado se ilustra en las figuras 3.34. Una distribución de tamaños de grano evoluciona del tiempo $t=t_1$ (figura 3.34a) a $t=t_2$ (figura 3.34b). El área bajo la curva de la figura 3.34a puede ser dividida en varios grupos de tamaños de grano, cinco en el ejemplo. Estos grupos evolucionan a los mostrados en la figura 3.34b. Los límites de cada área de la figura 3.34b pueden ser calculados de derecha a izquierda de tal forma que el área de cada grupo sea la misma que tiene en la figura 3.34a. El desplazamiento de un límite de un grupo es asociado con el aumento del tamaño de grano promedio. El cálculo se simplifica al utilizar las distribuciones de tamaño de grano acumuladas, definidas por la ecuación (3.4) y debe cumplir:

$$I(r) = \int_{r_i(t_1)}^{\infty} n(r, t_1) dx = \int_{r_j(t_2)}^{\infty} n(r, t_2) dx \quad (3.5)$$

El desplazamiento correspondiente a los límites de un grupo es un segmento horizontal que va de una distribución a otra, como se muestra en la figura 3.34c.

Para encontrar la razón de crecimiento de un par de distribuciones de tamaño se realizan las siguientes aproximaciones:

$$t = \frac{t_1 + t_2}{2} \quad (3.6)$$

$$r(t) = \frac{r_i(t_1) + r_j(t_2)}{2} \quad (3.7)$$

y

$$v(\bar{r}) = \frac{r_i(t_2) - r_j(t_1)}{t_2 - t_1} \quad (3.8)$$

Los resultados de los cálculos de velocidad a partir de las distribuciones de tamaño de grano se normalizaron para poder comparar con los modelos de Hillert y Louat para el crecimiento de grano normal.¹⁶ Se calculó la velocidad reducida $v(\rho)$ y el radio reducido ρ , donde $\rho = \frac{R}{R^*(t)}$ y R^* es el valor de R cuando $v(\rho) = \frac{dR/dt}{dR^*/dt} = 0$. Los resultados se muestran en las figuras 3.35-3.37.

La comparación con los modelos indica que el crecimiento a 900 °C el crecimiento es normal durante casi todo el tiempo. A los 480 minutos la velocidad es mucho mayor que en los demás tiempos, esto se aprecia en la curva con mayor pendiente en la figura 3.35. Esta última observación coincide perfectamente con las fotografías.

A la temperatura de 1000 °C el comportamiento se dispersa más del rango de normalidad marcado por los modelos. A la temperatura de 1100 °C, el crecimiento vuelve a agruparse alrededor del rango de normalidad aunque todavía se encuentran algo dispersos.

El cálculo de la velocidad de crecimiento del tamaño de grano a partir de los valores promedio utilizando las ecuaciones (3.7)-(3.8) se muestran en figura 3.38, estos valores corresponden a la velocidad media en el intervalo de tiempo considerado. A 900 °C la disminución de la velocidad es más o menos gradual sin cambios de pendiente. A 1000 °C se presenta un cambio en la velocidad de crecimiento y corresponde al inicio del crecimiento de grano anormal. A 1100 °C el cambio de velocidad es gradual aunque presenta un cambio de pendiente que puede ser asociado con el crecimiento de grano anormal aún cuando no es tan marcado como a los 1000 °C.

En la figura 3.39 se muestra evidencia del anclamiento de los límites de grano por los precipitados de Nb y V. Las fotomicrografías muestran precipitados sobre la frontera de grano en las muestras tratadas a 1100 °C durante 3 y 5 minutos respectivamente. En la figura 3.39a se observa un ejemplo claro del anclamiento del límite de grano, se observa el curvamiento del límite de grano mostrado por la flecha. En la figura 3.39b, la flecha inferior muestra un precipitado que no curva el límite de grano y la flecha superior muestra un precipitado que si curva el límite de grano.

CAPITULO IV

DISCUSION

En el acero de llegada se identificaron dos tipos de precipitados. Los primeros fueron identificados como precipitados ricos en niobio con la presencia de vanadio. Estos precipitados han sido designados en la literatura con el término general de carbonitruros de niobio-vanadio o bien $(Nb,V)(C,N)$.^{47,48,51} El mayor contenido de niobio es asociado con una temperatura de formación superior a los 1000 °C,⁴⁴ condiciones de temperatura previas a la salida del tren de laminación. Esta observación también es apoyada con los resultados del modelo termodinámico de J. G. Speer⁴³ aplicado a nuestro acero. La composición predicha para los precipitados es $Nb_{0,98}V_{0,04}C_{0,93}Nb_{0,17}$ y una temperatura de disolución de 1156 °C. Esta composición se espera en condiciones de equilibrio, pero los tiempos de recocido previo a la laminación son suficientes para alcanzar el equilibrio. Los segundos fueron identificados como carburos de vanadio. De acuerdo a la composición química del acero es posible formar una gran cantidad de este tipo de precipitados por rechazo de soluto (Nb y V) durante el enfriamiento posterior a la salida de laminación y durante la transformación de $\gamma \rightarrow \alpha$, donde se presenta una disminución abrupta de la solubilidad del niobio y vanadio en la matriz.⁴⁶ Estos precipitados son coherentes con la matriz y muestran una orientación definida de su red cristalográfica respecto de la matriz ferrítica, la dirección (1 1 1) es paralela a la dirección (1 1 0) de la matriz ferrítica,⁵⁸ ver figuras 3.13 y 3.16.

De la comparación de los resultados experimentales con los de otros autores realizados en aceros microaleados y sin microalealear,^{14,15} es posible decir que los elementos microaleantes si estan actuando como inhibidores del crecimiento de grano, ver figuras 3.31-3.33.

Uno de los puntos importantes en el estudio es lograr resolver adecuadamente los límites de grano austenítico para lo cual se empleó una solución acuosa saturada en ácido pícrico,

encontrándose dificultad para lograr esta meta.^{53,56,67} El éxito de este reactivo no es directo, pues muestra dificultades en lograr su objetivo. Es posible superar esta dificultad aumentando el tiempo de revenido de las muestras templadas y realizando varias secuencias de pulido-ataque.

Se encontró que el valor de n disminuye con la temperatura, los valores se muestran en la tabla III. El valor límite de $n = 0.5$ se espera sólo bajo condiciones especiales.¹⁻³ Dado que las temperaturas de tratamiento se encuentran en el rango donde se presentan los fenómenos de crecimiento/disolución de los precipitados, se asocia el cambio en el valor de n con un cambio del mecanismo o combinación de mecanismos que controlan el crecimiento de grano. Esta asociación de los valores de n con los mecanismos de control del crecimiento de grano esta reportada en un trabajo de Atkinson.²⁴

Las gráficas resultantes de la normalización de las distribuciones de tamaño de grano no permiten decidir en que momento se inicia la etapa de crecimiento de grano anormal observado en algunas de las fotomicrografías, ver figuras 3.22-3.25. Aparentemente el proceso muestra un estado cuasiestacionario indicado por la similitud de todas las gráficas de las distribuciones normalizadas. No es evidente la presencia de granos anormalmente grandes en las distribuciones ni en los tamaños de grano promedios, resultando en un método inapropiado para mostrar el inicio y/o presencia del crecimiento de grano anormal.

Existe un desacuerdo en el valor máximo del tamaño de grano como función del tamaño de grano promedio permitido durante el crecimiento de grano normal entre los diferentes autores. Los valores más encontrados oscilan entre 1.7 y 3 para $D_{máx}$.^{5,6,16,23,35} Se presenta como alternativa para cuantificar la anomalía en el crecimiento de grano un por ciento de anomalía considerando el valor máximo del tamaño de grano permitido durante el crecimiento de grano normal. Los valores menores a dos son muy estrictos en la consideración de crecimiento de grano normal, por lo que se consideran dos límites más o menos aceptados que son 2 y 3 veces el tamaño de grano promedio. El valor de tres es considerado

bastante grande pero, simulaciones matemáticas del crecimiento de grano normal demuestran que estos valores si pueden presentarse.³⁷ Al evaluar este porcentaje de anormalidad se encontró que el valor de $D_{m\acute{a}x} = 3\bar{D}$ coincide mejor con las observaciones realizadas sobre las fotografías, ver figura 3.28. Este método nos muestra como cambia la normalidad del crecimiento de grano durante el tiempo de prueba.

Se determinaron los períodos de crecimiento de grano anormal en cada temperatura de tratamiento, ver figura 3.27. El inicio del crecimiento de grano anormal se desplaza hacia tiempos menores conforme aumenta la temperatura y también disminuye el tiempo de duración del mismo. Es posible asociar el inicio y fin del período de crecimiento de grano anormal con los fenómenos de crecimiento/disolución de los precipitados. A 900 °C el inicio del crecimiento de grano anormal se presenta a tiempos superiores a los 120 min. Durante los primeros 180 min. los precipitados deben inhibir el crecimiento de grano y mantener estable la matriz impidiendo se presente el crecimiento de grano anormal. A tiempos prolongados de permanencia (480 min.) es posible esperar un crecimiento de los precipitados y perder por lo tanto la capacidad de anclamiento de los límites de grano.

A la temperatura de 1000 °C se observa que el inicio del crecimiento de grano se encuentra a menor tiempo que a 900 °C. Es de esperarse que a esta temperatura los precipitados de vanadio se disuelvan casi completamente y más rápido que a 900 °C, y los precipitados ricos en niobio crezcan y se alcance más rápido la condición de crecimiento de grano anormal. A los 1100 °C se espera que los precipitados se disuelvan casi en su totalidad excepto los de niobio más estables, los cuales deben crecer muy rápido para lograr pasar la etapa de crecimiento de grano anormal en un período muy corto y se alcance nuevamente la etapa de crecimiento de grano normal. A esta temperatura se espera menor cantidad de precipitados y deben encontrarse en solución sólida la mayor parte de los elementos de aleación. La evidencia fotográfica mostrada en la figura 3.39 es una muestra de que los precipitados a los tres minutos están anclando los límites de grano y a los cinco minutos

se pierde este anclamiento.

Al evaluar los cambios de velocidad del crecimiento de grano promedio en base a los resultados experimentales nos dan otra idea del momento en que se presenta el cambio de tipo de crecimiento de grano. Este se asocia directamente con la estabilidad de los precipitados. Es de esperarse que en la primera etapa del crecimiento de grano la velocidad disminuya gradualmente, pero cuando se presenta el crecimiento de grano anormal debe verse un aumento en la velocidad de crecimiento de grano. Esto se aprecia perfectamente en la fig 3.38b, donde se observa un cambio de pendiente bien definido y que coincide muy bien con el punto correspondiente en la gráfica 3.27.

De la comparación de los resultados experimentales con los modelos de crecimiento de grano normal (ver figuras 3.35-3.37) se aprecia que estos no son capaces de indicarnos con una seguridad absoluta el momento de transición del tipo de crecimiento de grano, pero si muestran bastante bien las desviaciones del crecimiento de grano normal. Estos modelos nos indican una franja de normalidad, pero debe existir una zona de transición, es decir una zona donde se presenten ambos tipos de crecimiento pero preferentemente sólo uno de ellos, ya sea normal o anormal. Estas zonas de crecimiento de grano han sido discutidas por P. R. Rios.¹⁸ El tipo de grano predicho por el mapa de mecanismo de crecimiento de grano de este autor difiere en algunos puntos pero en otros coincide bastante bien con nuestros resultados experimentales, la comparación se muestra en la tabla IV.

TABLA IV

Comparación de tipo de crecimiento: teórico, T y experimental, E.

T, °C ⇒	900		1000		1100	
t, min. ↓	T	E	T	E	T	E
2			N	N	N-A	A
3			N	N	N	A
5	N	N	N-A	N	N	N
10	N-A	N	A-N	N	N	N
30	N-A	N	A-N	A	N	N
60	N	N	N-A	A	N-A	N
120	N	N	N-A	A	N-A	N
480	A-N	A	N-A	A	N	N

donde: N=Crecimiento normal.

A=Crecimiento anormal.

La mejor coincidencia de los resultados experimentales con el comportamiento predicho por el modelo se presenta a las temperaturas de 900 y 1100 °C. La mayor discrepancia se da a los 1000 °. Esta diferencia entre la teoría y los resultados experimentales pueden ser atribuidos a la estabilidad de los precipitados.

CONCLUSIONES

1. Se logró fabricar un acero microaleado de grano fino de grado 60 kgf/mm². En el cual el niobio y el vanadio precipitan jugando su papel de inhibidores de la recristalización y del crecimiento de grano austenítico. Presentando un crecimiento de grano menor al de un acero al carbono bajo condiciones similares de recocido.
2. El valor de n no es constante con la temperatura y muestra una variación inversa a la temperatura de tratamiento. Este cambio de valor de n puede estar asociado con el mecanismo que controla el crecimiento de grano a cada temperatura.
3. Evaluar cuantitativamente el tipo de crecimiento de grano presenta dificultades. La evaluación cualitativa es más sencilla de realizar sobre las fotomicrografías y se requiere analizar por diferentes medios para tener una mejor visión de este fenómeno.
4. El acero microaleado estudiado presenta periodos de crecimiento de grano normal. A 900 °C es más amplio que a temperaturas superiores. A 1000 °C el periodo de crecimiento de grano anormal es mayor que a las otras dos temperaturas. La diferencia en la duración de los periodos de crecimiento de grano anormal se relacionan con los fenómenos de disolución/crecimiento de los precipitados.
5. Los modelos para el crecimiento de grano normal no permiten definir en que momento se presenta el crecimiento de grano anormal, aunque si pueden detectar desviaciones de comportamiento normal. Además, el criterio de invariancia de las distribuciones de tamaño de grano tampoco logra definir cuando se presenta el crecimiento de grano anormal.
7. El mapa de mecanismo de crecimiento de grano desarrollado por P. Rios coincide bastante bien con nuestros resultados experimentales.

LISTA DE FIGURAS

CAPITULO I

Figura 1.1 Ilustración esquemática de los procesos de recuperación y recristalización. a) Microestructura deformada. b) Estructura recuperada. c) Estructura parcialmente recristalizada y d) Estructura totalmente recristalizada.

Figura 1.2 Ilustración esquemática del traslape de las etapas de recuperación y recristalización.

Figura 1.3 a) Relación entre los ángulos y las tensiones superficiales en un punto triple, b) Estructura idealizada de granos poligonales.

Figura 1.4 Crecimiento de grano de una estructura en dos dimensiones. a) El arreglo de granos hexagonales es estable. b) En un arreglo de granos irregulares los límites se curvan y c) Recristalización secundaria.

Figura 1.5 Velocidad reducida como función de $\rho = \frac{R}{R_{cr}}$ para varias distribuciones.

CAPITULO II

Figura 2.1 Diagrama esquemático del proceso de fabricación del acero.

Figura 2.2 Tratamiento térmico de las muestras.

CAPITULO III

Figura 3.1 Diagrama de carbono-carbono equivalente indicando las zonas de soldabilidad A (riesgosa), B (con precalentamiento) y C (óptima). El acero que aquí se reporta se ubica en la zona B.

Figura 3.2 Vista de la microestructura del acero. En general es una microestructura limpia.

- Figura 3.3 Sulfuro de manganeso alargado.
- Figura 3.4 Los granos de la ferrita marcan el contorno de los granos de la perlita que cubre la mayor parte de la microestructura.
- Figura 3.5 Diagrama EDAX tomado globalmente sobre la microestructura. Aparecen intensidades correspondientes a Fe, Mn, Si y V.
- Figura 3.6 Sulfuro de manganeso y aluminosilicato donde se practicaron análisis EDAX.
- Figura 3.7 Diagrama EDAX del sulfuro de manganeso marcado en la figura 3.6.
- Figura 3.8 Diagrama EDAX de la partícula de alúmina mostrada en la figura 3.6.
- Figura 3.9 Campo claro de microscopía electrónica de transmisión sobre un grano de perlita.
- Figura 3.10 Partículas facetadas en un grano de ferrita (Campo claro en microscopía electrónica de transmisión).
- Figura 3.11 Diagrama EDAX de una de las partículas facetadas de la figura 3.10.
- Figura 3.12 Campo claro(a) y campo oscuro(b) de un contorno de doblez en un grano de ferrita con abundante precipitación fina. El campo oscuro fué tomado empleando un punto del patrón de difracción correspondiente a los precipitados.
- Figura 3.13 Patrón de difracción tomado sobre el campo de la figura 3.12. Los puntos gruesos del diagrama son de la matriz ferrita y los más chicos son de los precipitados que tienen una orientación muy definida.
- Figura 3.14 Detalle de la precipitación en un grano de ferrita.
- Figura 3.15 Campo claro de un grano de ferrita con precipitación abundante que fué tomado con diferente orientación cristalográfica al de la figuras 3.12 y 3.14.

Figura 3.18 Patrón de difracción sobre el campo claro de la figura 3.15. En este caso tanto la ferrita (puntos gruesos) como los precipitados (puntos pequeños) aparecen con un arreglo geométrico diferente. Sin embargo pudo verificarse que se trata del mismo arreglo cristalino que el de las figuras 3.12 y 3.14.⁹

Figura 3.17 Curvas de esfuerzo contra deformación con velocidades de cabezal de a) 0.5 mm/min., b) 5 mm/min. y c) 20 mm/min.

Figura 3.18 Estructuras obtenidas con diferentes reactivos de ataque. a) Nital, b) Ataque electrolítico, ácido perclórico- ácido fluorhídrico y c) Solución acuosa saturada de ácido pícrico.

Figura 3.19 Estructuras esencialmente limpias donde se muestra que los granos son de forma variada a) y b) se observa bandas de granos finos asociadas con la textura de deformación del material.

Figura 3.20 Estructura donde se muestra un sulfuro de manganeso y que aparentemente no muestra asociación con los límites de grano.

Figura 3.21 Imagen obtenida en el TEM donde se muestra la precipitación a lo largo del límite de grano y en la matriz.

Figura 3.22 Estructura y distribución de tamaños de grano inicial.

Figura 3.23 Estructuras obtenidas con $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$, con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal. 3.23.1) $t=5\text{ min.}$ 3.23.2) $t=10\text{ min.}$ 3.23.3) $t=30\text{ min.}$ 3.23.4) $t=60\text{ min.}$ 3.23.5) $t=120\text{ min.}$ y 3.23.6) $t=480\text{ min.}$

Figura 3.24 Estructuras obtenidas con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal. 3.24.1) $t=2\text{ min.}$ 3.24.2) $t=3\text{ min.}$ 3.24.3) $t=5\text{ min.}$ 3.24.4) $t=10\text{ min.}$ 3.24.5) $t=30\text{ min.}$ 3.24.6) $t=60\text{ min.}$ 3.24.7) $t=121\text{ min.}$ y 3.24.8) $t=480\text{ min.}$

Figura 3.25 Estructuras obtenidas con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal. 3.25.1) $t=2\text{ min.}$ 3.25.2) $t=3\text{ min.}$ 3.25.3) $t=5\text{ min.}$ 3.25.4) $t=10\text{ min.}$ 3.25.5) $t=30\text{ min.}$ 3.25.6) $t=60\text{ min.}$ 3.25.7) $t=120\text{ min.}$ y 3.25.8) $t=480\text{ min.}$

Figura 3.26 Fotografía mostrando granos con un tamaño comparativamente mayor al promedio, indicio de crecimiento de grano anormal, a) M. óptico y b) MEB.

Figura 3.27 Diagrama mostrando los periodos de crecimiento de grano anormal.

Figura 3.28 Porcentaje de anormalidad calculado en base a los criterios de Hillert y Srolovitz, a) $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y c) $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.29 Ajuste de la curva del tamaño de grano vs tiempo a $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.30 Gráfica del tamaño de grano vs temperatura a tiempo constante.

Figura 3.31 Comparación del crecimiento de grano entre el acero estudiado y otros estudios reportados en la literatura.^{14,15}

Figura 3.32 Comparación del crecimiento de grano entre el acero estudiado y otros estudios reportados en la literatura.^{14,15}

Figura 3.33 Comparación del crecimiento de grano entre el acero estudiado y otros estudios reportados en la literatura.^{14,15}

Figura 3.34 Procedimiento para calcular las velocidades de crecimiento de grano como función del tamaño de grano.

Figura 3.35 Velocidad de crecimiento de grano como función del tamaño de grano, $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.36 Velocidad de crecimiento de grano como función del tamaño de grano, $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.37 Velocidad de crecimiento de grano como función del tamaño de grano,
 $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.38 Velocidades de crecimiento de grano calculadas de los datos experimentales.
a) $900\text{ }^{\circ}\text{C}$. b) $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y c) $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.39 Precipitados sobre el límite de grano en las muestras tratadas a $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$
durante 3 y 5 minutos respectivamente.

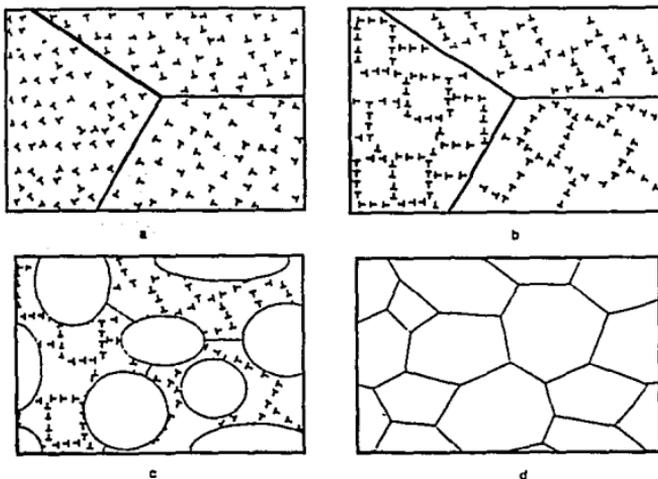


Figura 1.1 Ilustración esquemática de los procesos de recuperación y recristalización. a) Microestructura deformada, b) Estructura recuperada, c) Estructura parcialmente recristalizada y d) Estructura totalmente recristalizada.



Figura 1.2 Ilustración esquemática del trasape de las etapas de recuperación y recristalización.

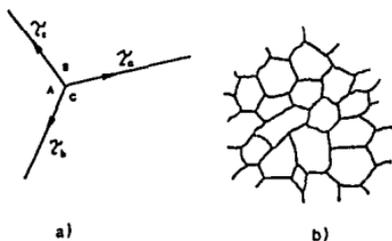


Figura 1.3 a) Relación entre los ángulos y las tensiones superficiales en un punto triple, b) Estructura idealizada de granos poligonales.

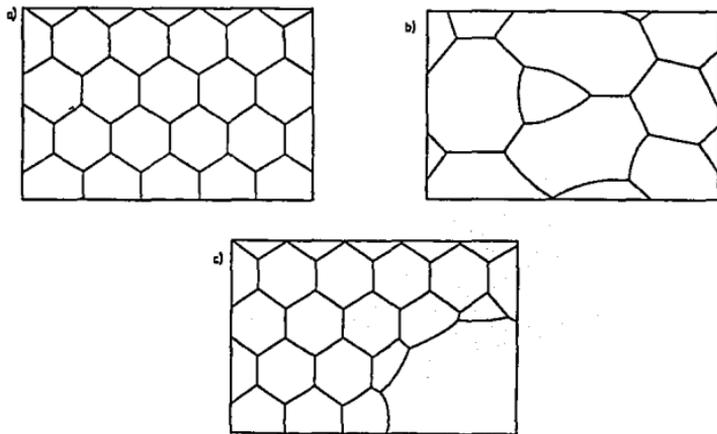


Figura 1.4 Crecimiento de grano de una estructura en dos dimensiones. a) El arreglo de granos hexagonales es estable. b) En un arreglo de granos irregulares los límites se curvan y c) Recristalización secundaria.

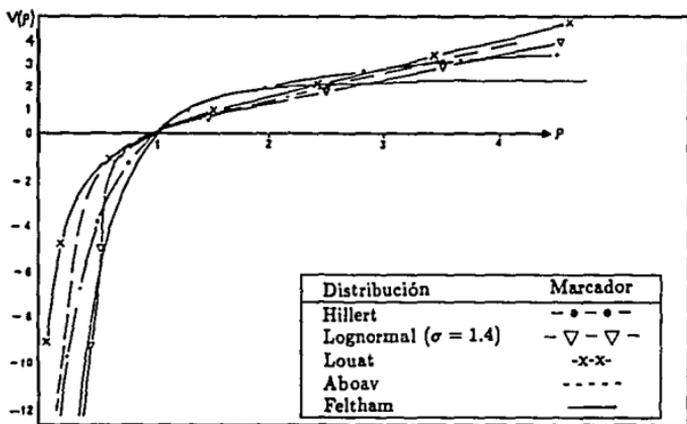


Figura 1.5 Velocidad reducida como función de $\rho = \frac{R}{R_{cr}}$ para varias distribuciones.

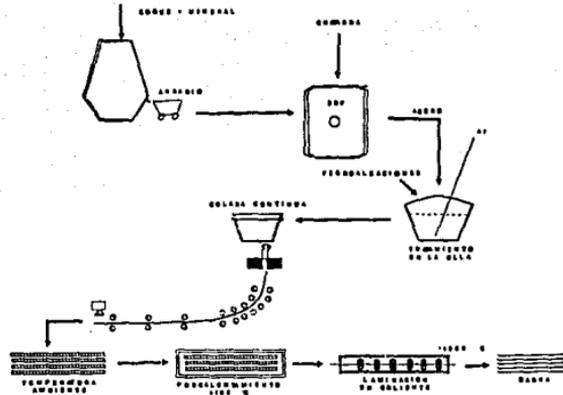


Figura 2.1 Diagrama esquemático del proceso de fabricación del acero.

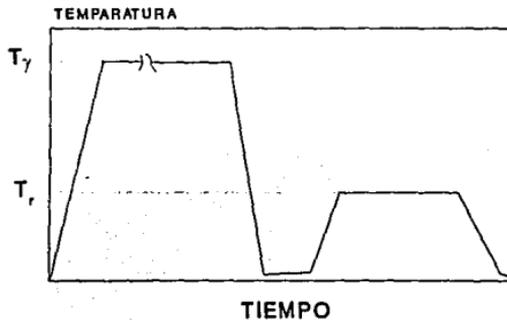


Figura 2.2 Tratamiento térmico de las muestras.

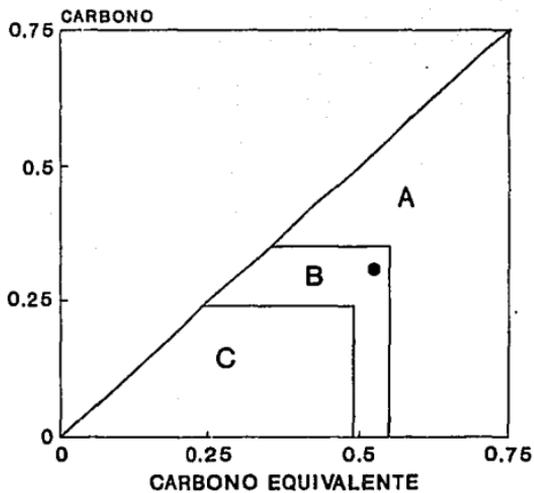


Figura 3.1 Diagrama de carbono-carbono equivalente indicando las zonas de soldabilidad A (riesgosa), B (con precalentamiento) y C (óptima).
 El acero que aquí se reporta se ubica en la zona B.

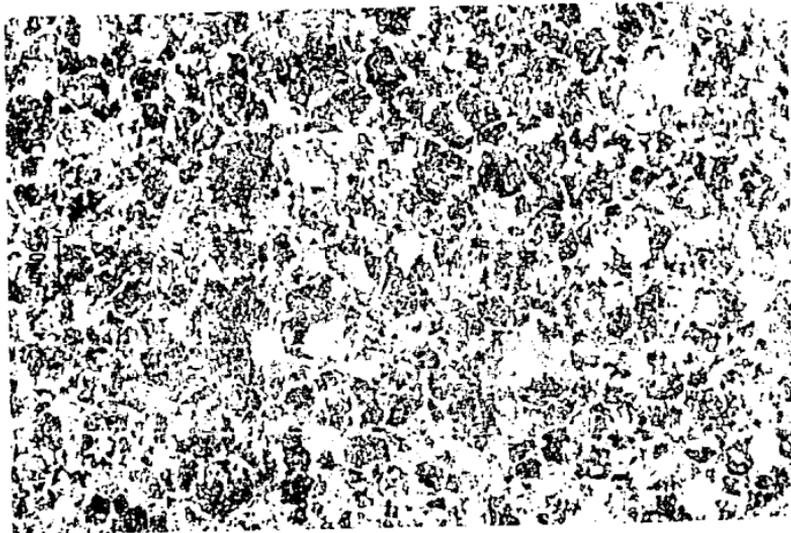


Figura 3.2 Vista de la microestructura del acero. En general es una microestructura limpia.

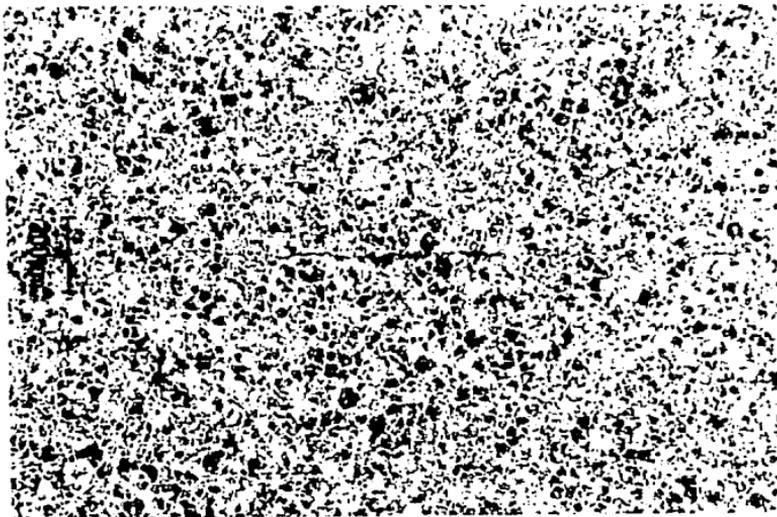


Figura 3.3 Sulfuro de manganeso alargado.

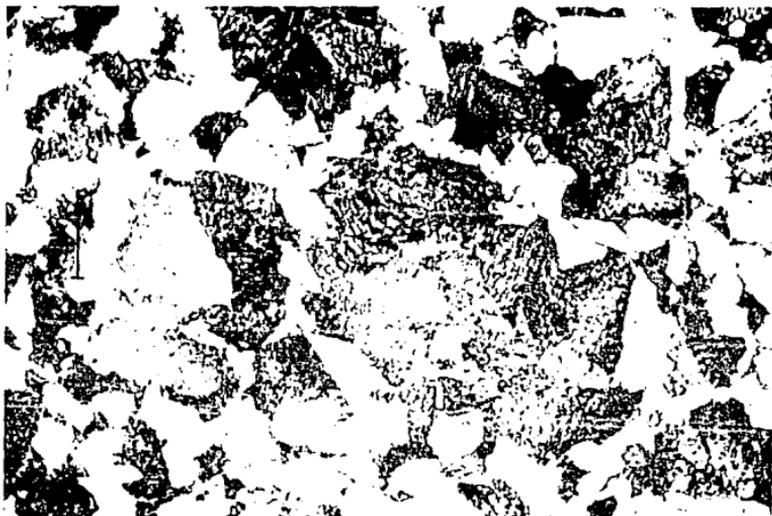


Figura 3.4 Los granos de la ferrita marcan el contorno de los granos de la perlita que cubre la mayor parte de la microestructura.

INTENSIDAD, (u. a.)

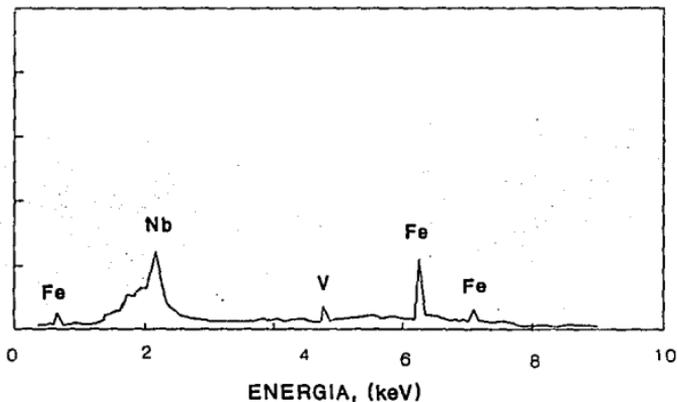


Figura 3.5 Diagrama EDAX tomado globalmente sobre la microestructura. Aparecen intensidades correspondientes a Fe, Mn, Si y V.

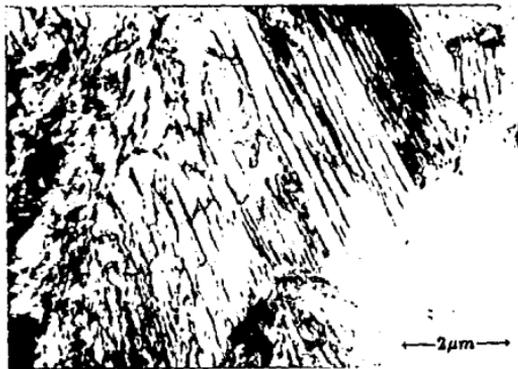


Figura 3.9 Campo claro de microscopía electrónica de transmisión sobre un grano de perlita.

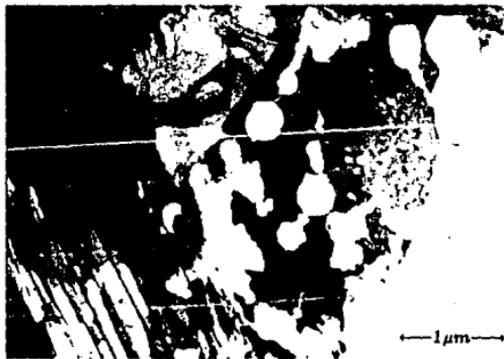


Figura 3.10 Partículas facetadas en un grano de ferrita (Campo claro en microscopía electrónica de transmisión).

INTENSIDAD, (u. a.)

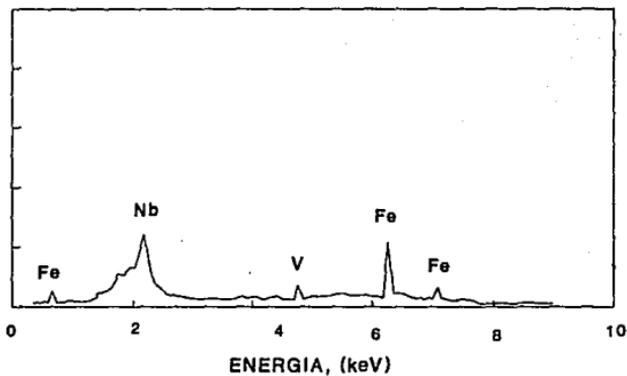
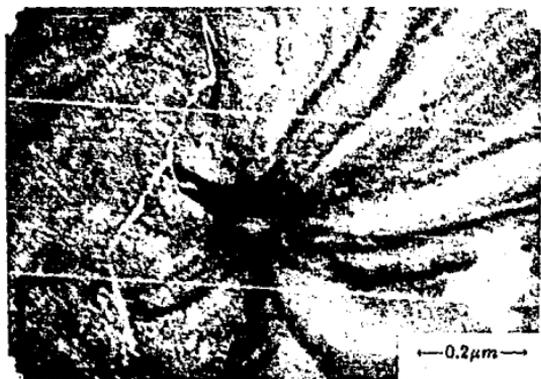


Figura 3.11 Diagrama EDAX de una de las partículas facetadas de la figura 3.10.



a)



b)

Figura 3.12 Campo claro(a) y campo oscuro(b) de un contorno de doblez en un grano de ferrita con abundante precipitación fina. El campo oscuro fué tomado empleando un punto del patrón de difracción de los precipitados.

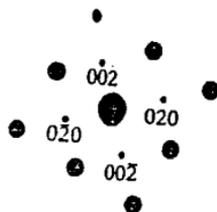
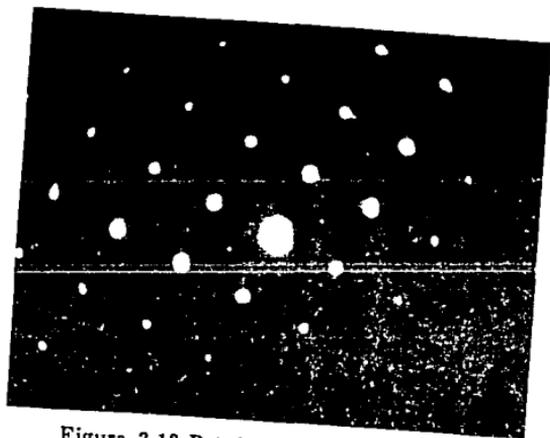


Figura 3.13 Patrón de difracción tomado sobre el campo de la figura 3.12. Los puntos gruesos del diagrama son de la matriz ferrita y los más chicos son de los precipitados que tienen una orientación muy definida.

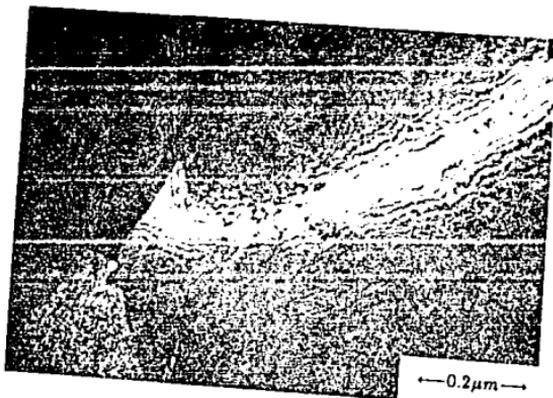


Figura 3.14 Detalle de la precipitación en un grano de ferrita.

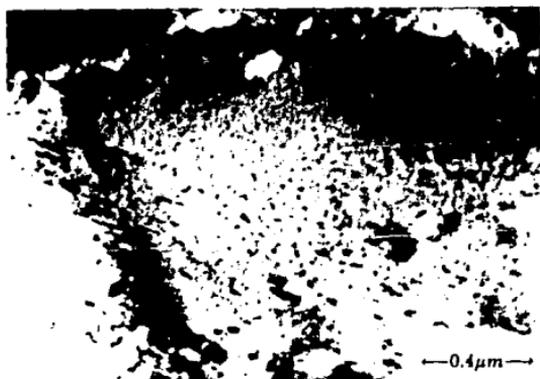


Figura 3.15 Campo claro de un grano de ferrita con precipitación abundante que fué tomado con diferente orientación cristalográfica al de las figuras 3.12 y 3.14.

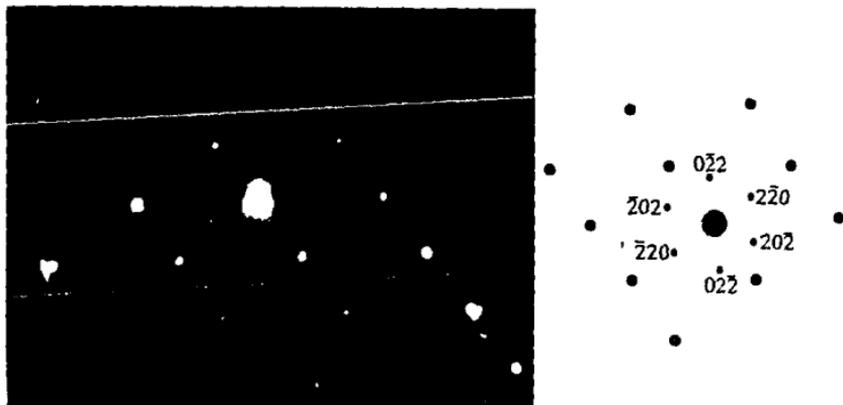


Figura 3.16 Patrón de difracción sobre el campo claro de la figura 3.15. En este caso tanto la ferrita (puntos gruesos) como los precipitados (puntos pequeños) aparecen con un arreglo geométrico diferente. Sin embargo pudo verificarse que se trata del mismo arreglo cristalino que el de las figuras 3.12 y 3.14.⁹

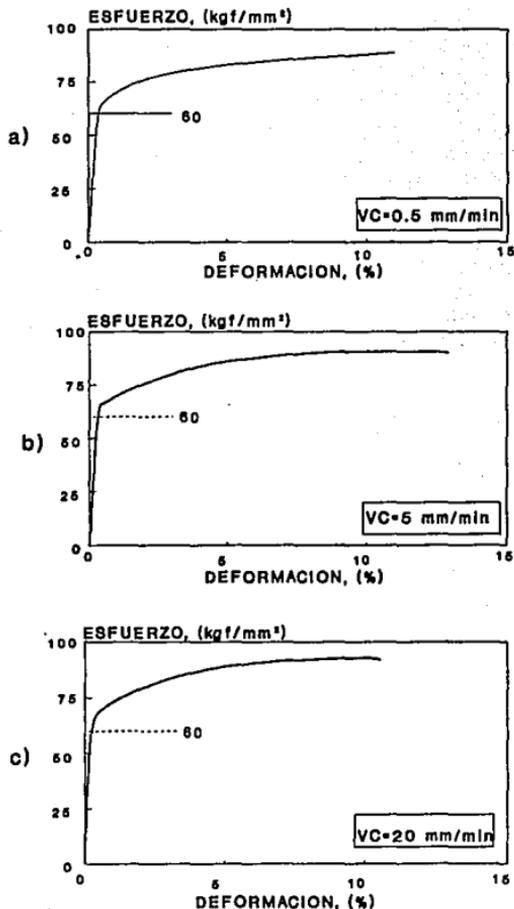


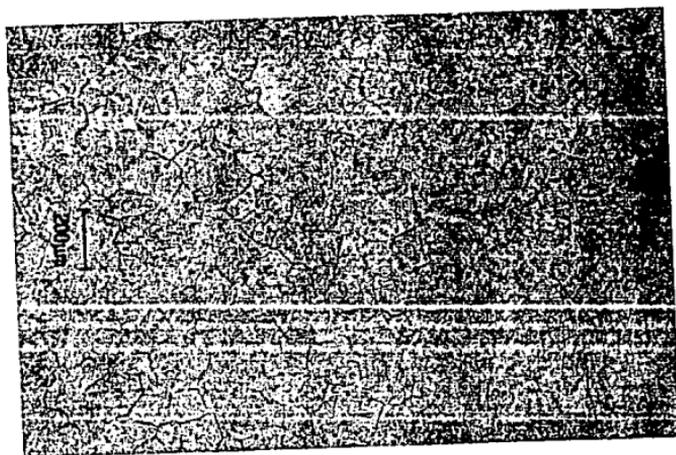
Figura 3.17 Curvas de esfuerzo contra deformación medida con velocidades de deformación de: a) 0.5 mm/min., b) 5 mm/min. y c) 20 mm/min.



a)

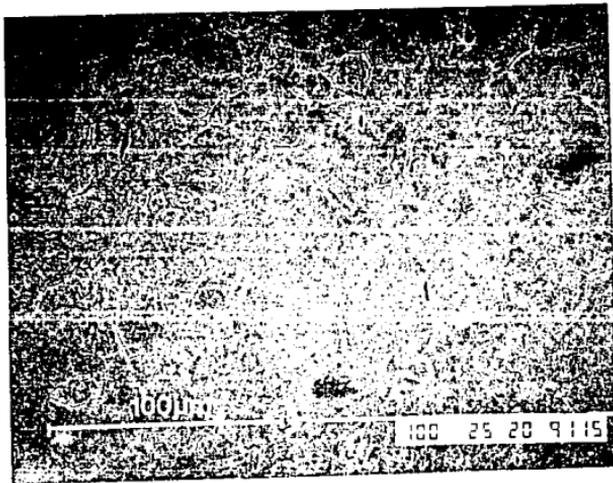


b)

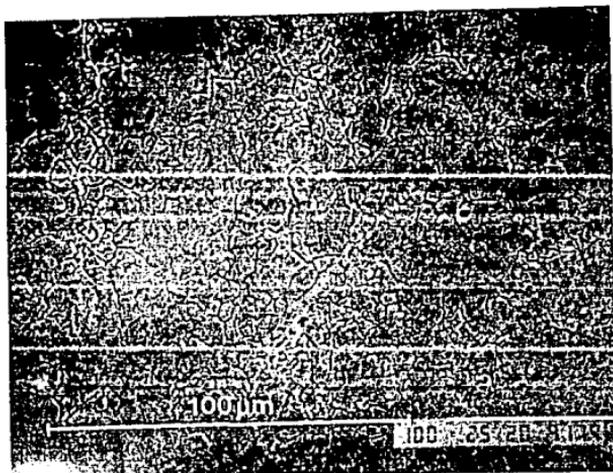


c)

Figura 3.18 Estructuras obtenidas con diferentes reactivos de ataque.
a) Nital , b) Ataque electrolítico, ácido perclórico- ácido fluorhídrico
y c) Solución acuosa saturada de ácido pícrico.



a)



b)

Figura 3.19 Estructuras esencialmente limpias, donde se muestra que los granos son de forma y tamaños variados a) y b) se observan bandas de granos finos asociadas con la textura de deformación.

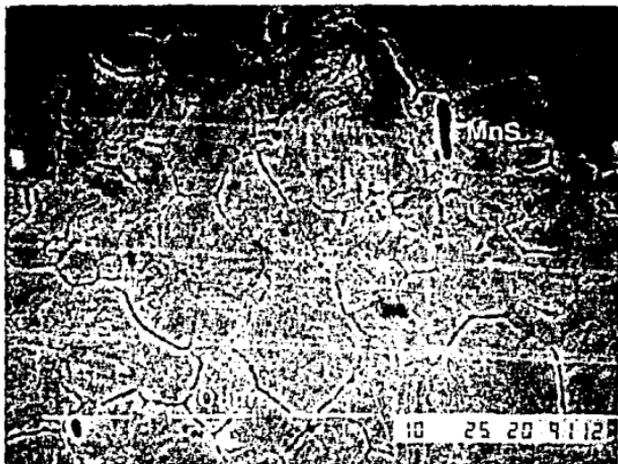


Figura 3.20 Estructura donde se muestra un sulfuro de manganeso y que aparentemente no muestra asociación con los límites de grano.



Figura 3.21 Imagen obtenida en el TEM, donde se muestra la precipitación a lo largo del límite de grano y en la matriz.

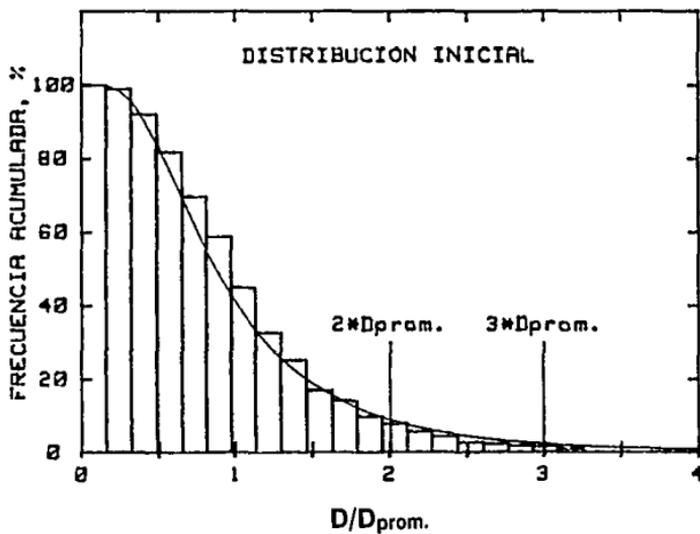
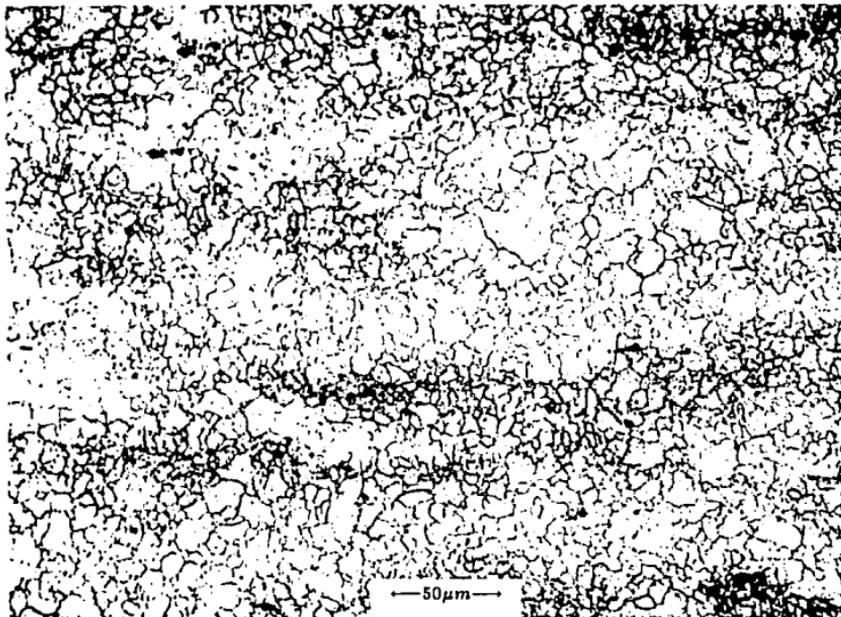


Figura 3.22 Estructura y distribución de tamaños de grano inicial.

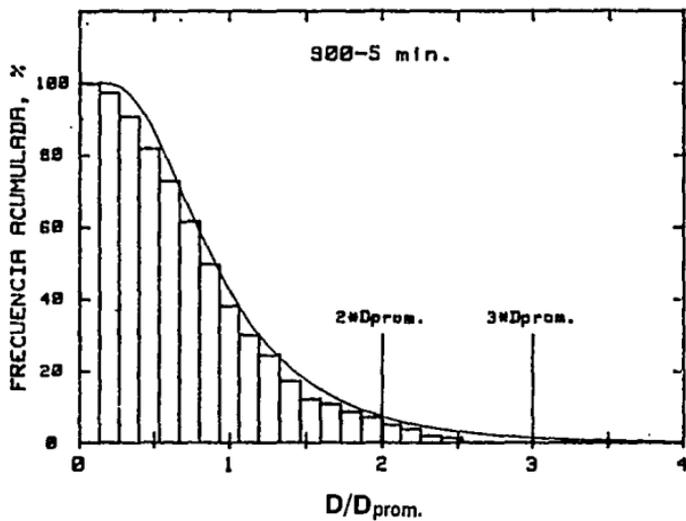
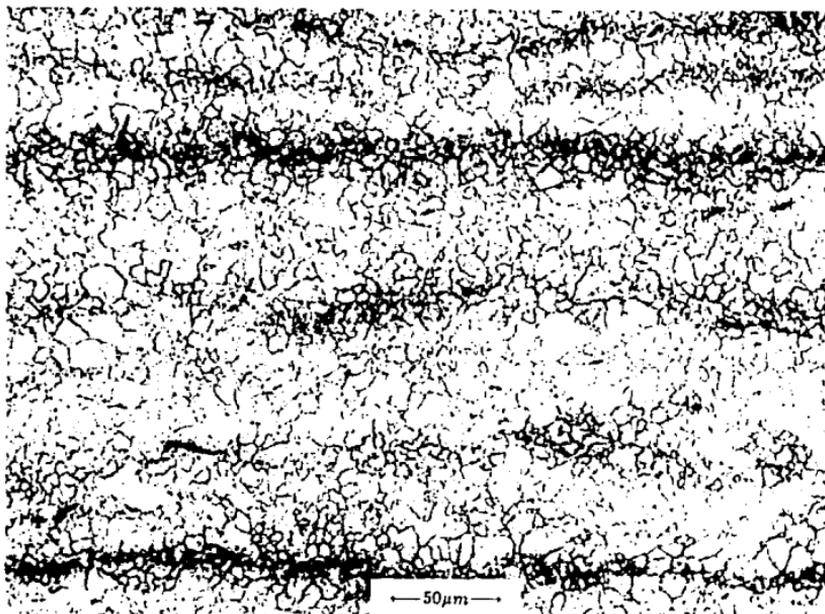


Figura 3.23.1 Estructura obtenida con $T=900^{\circ}\text{C}$ y $t=5$ min. con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

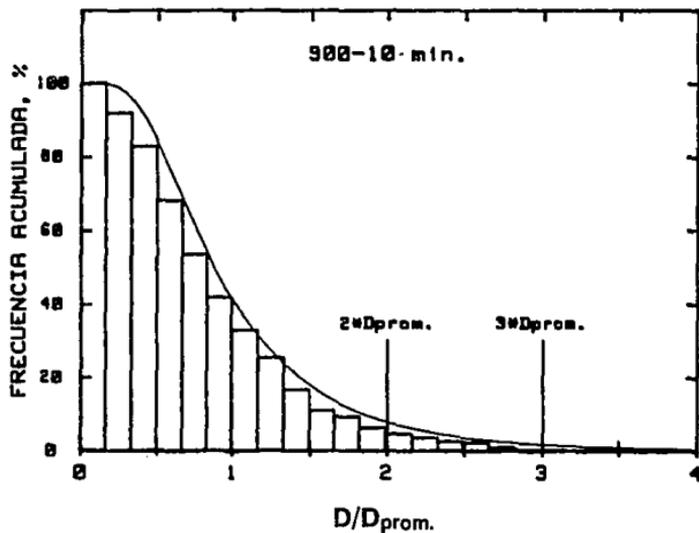


Figura 3.23.2 Estructura obtenida con $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=10\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

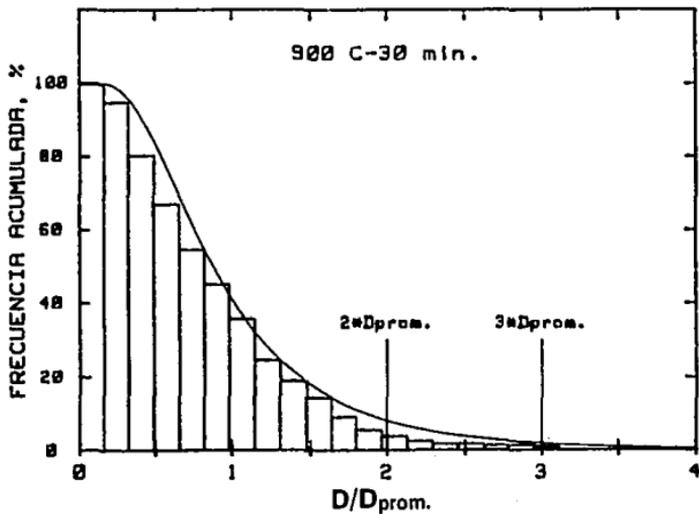
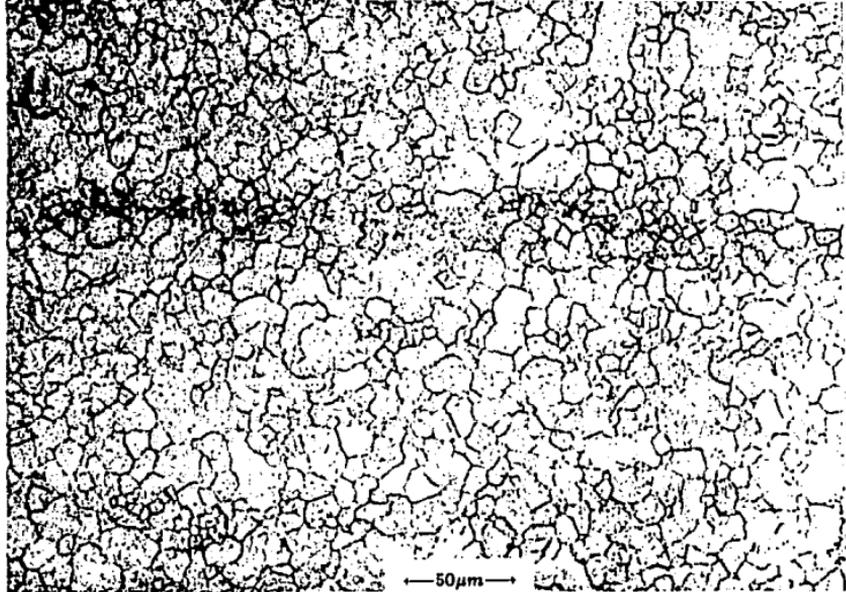


Figura 3.23.3 Estructura obtenida con $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=30\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

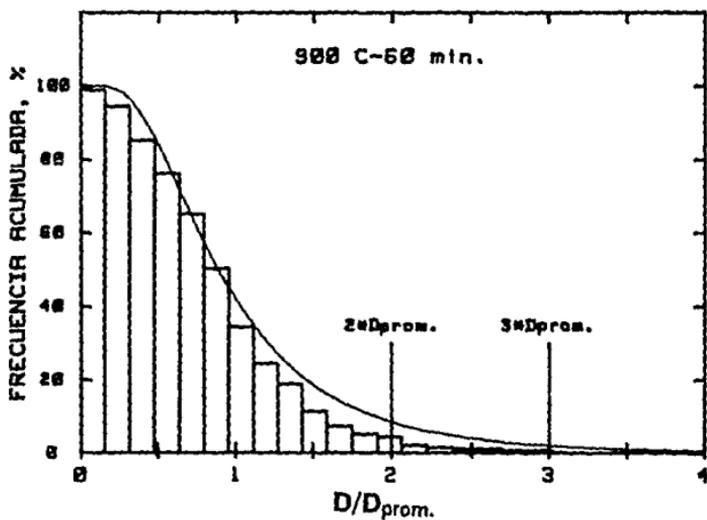


Figura 3.23.4 Estructura obtenida con $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=60\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

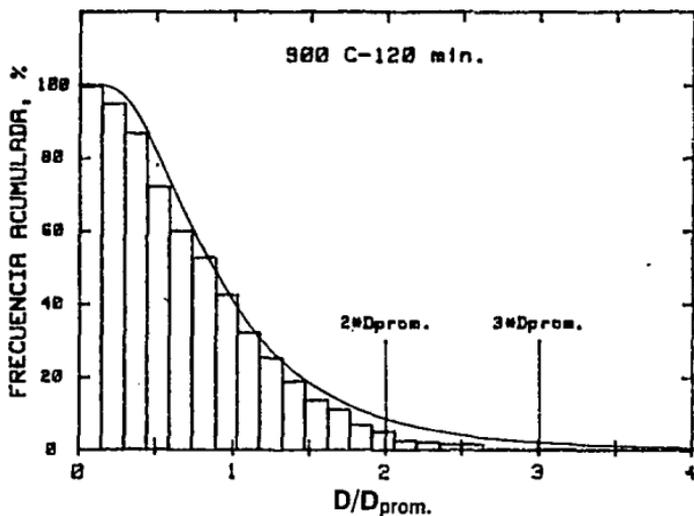
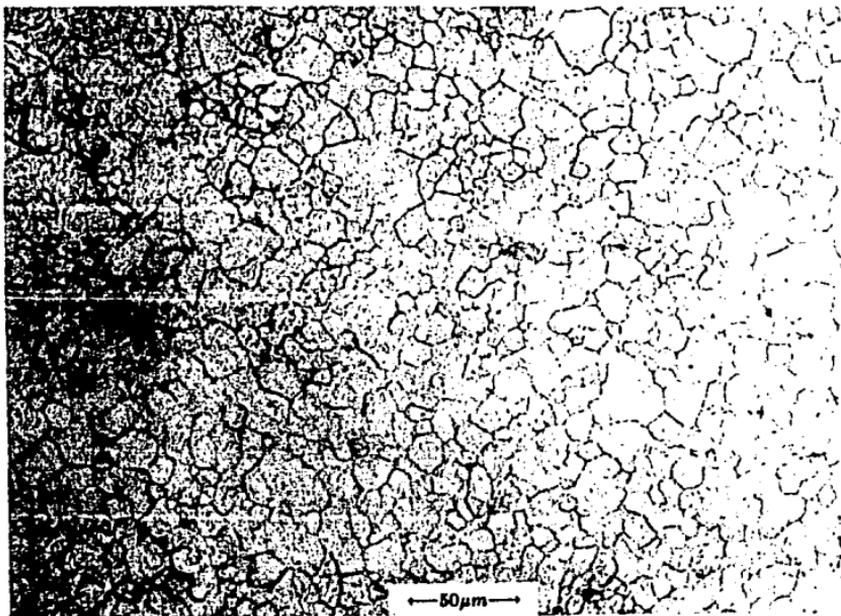


Figura 3.23.5 Estructura obtenida con $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=120\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

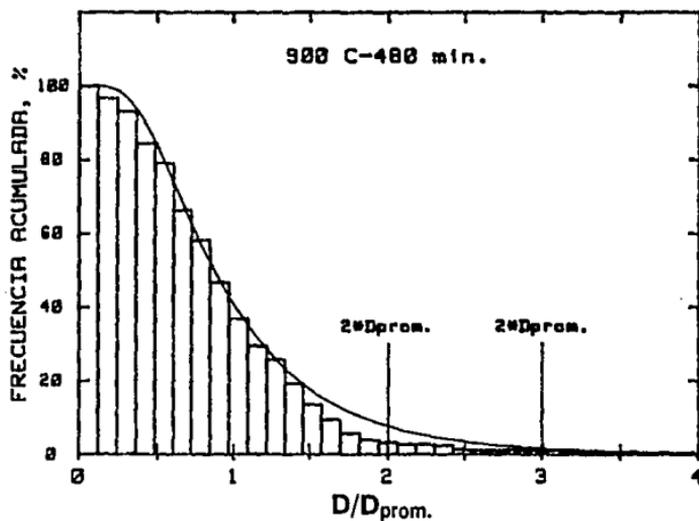
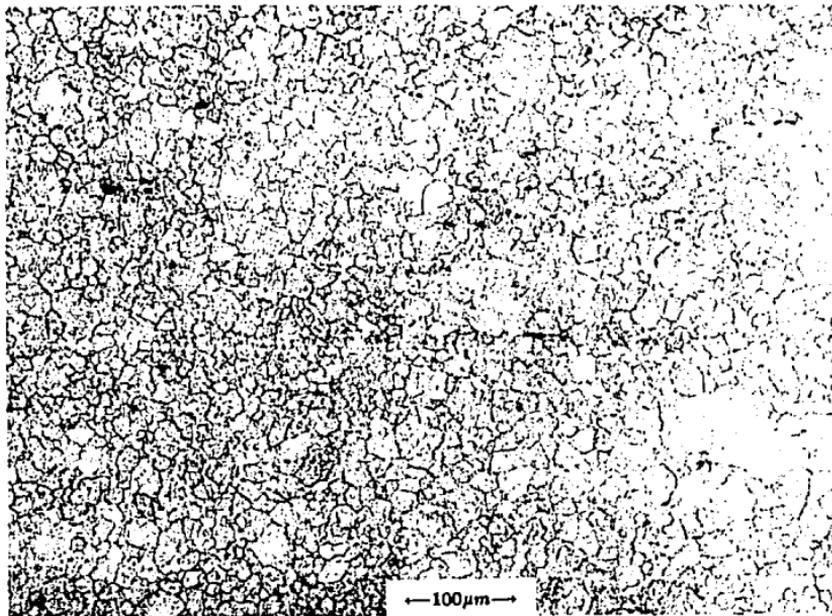


Figura 3.23.6 Estructura obtenida con $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=480\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

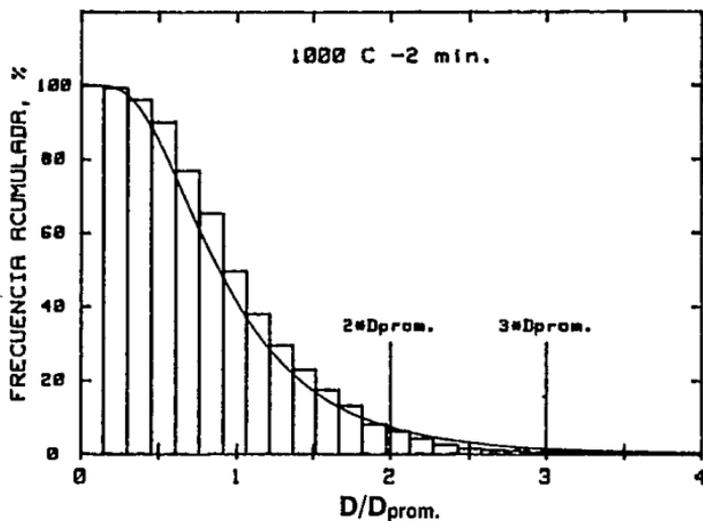


Figura 3.24.1 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=2\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

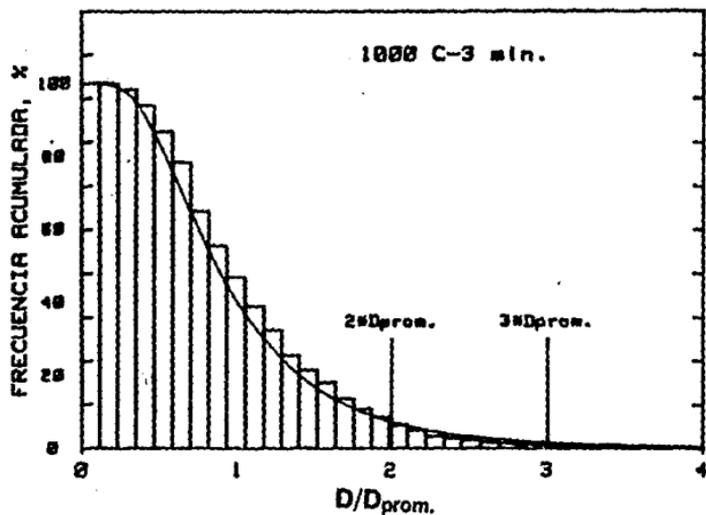
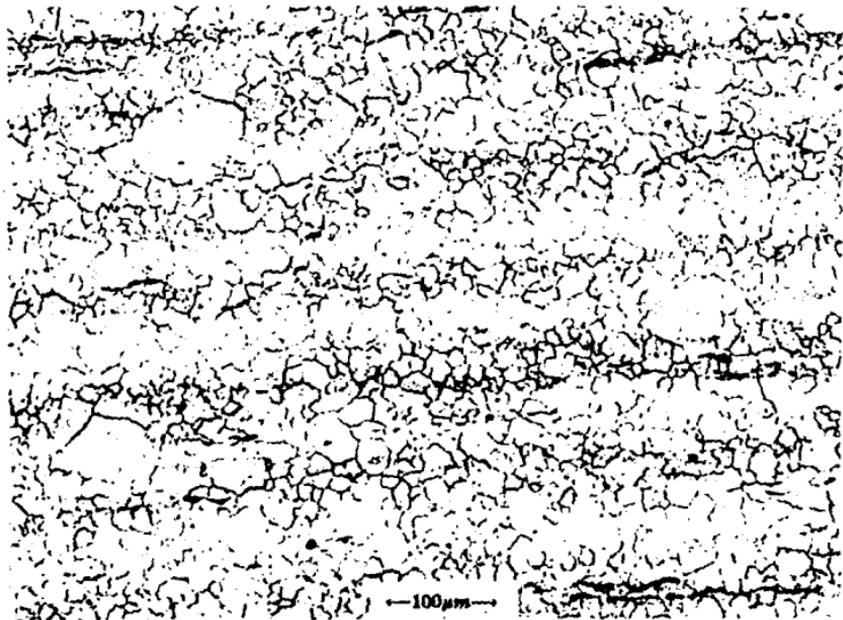


Figura 3.24.2 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=3\text{ min}$. con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

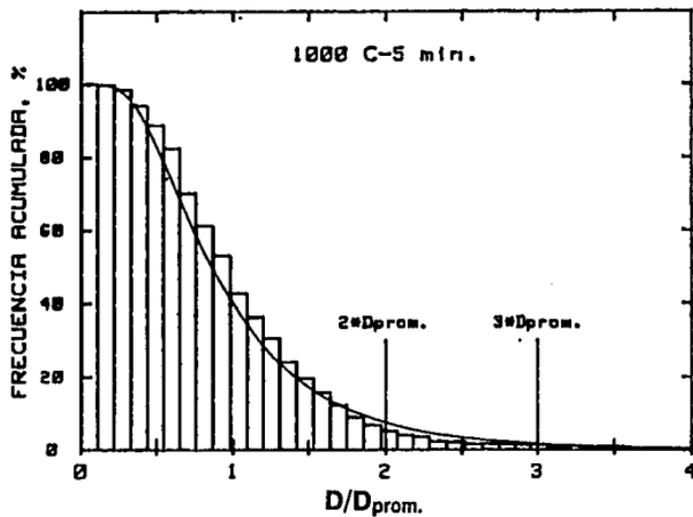
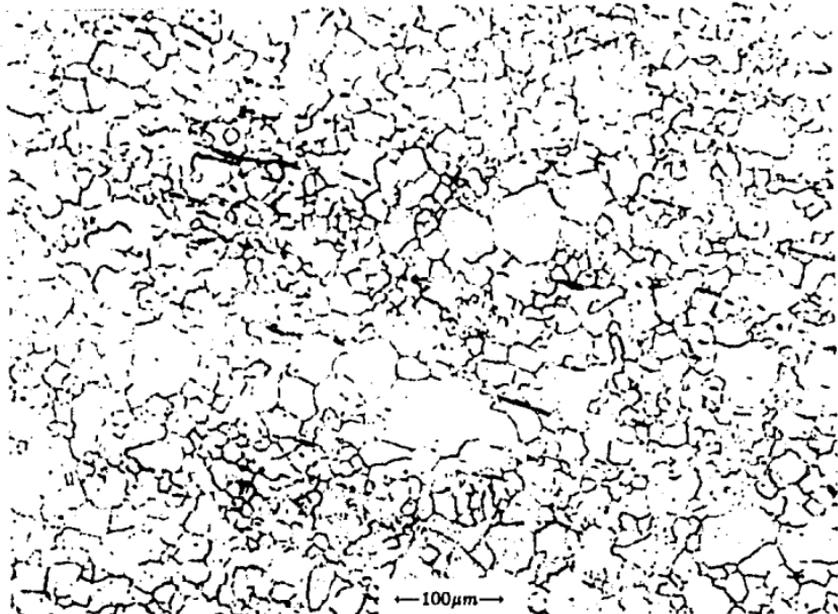


Figura 3.24.3 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=5\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

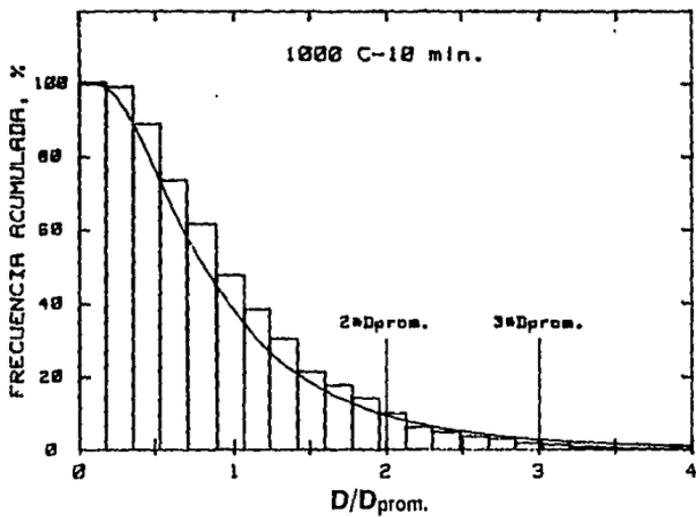
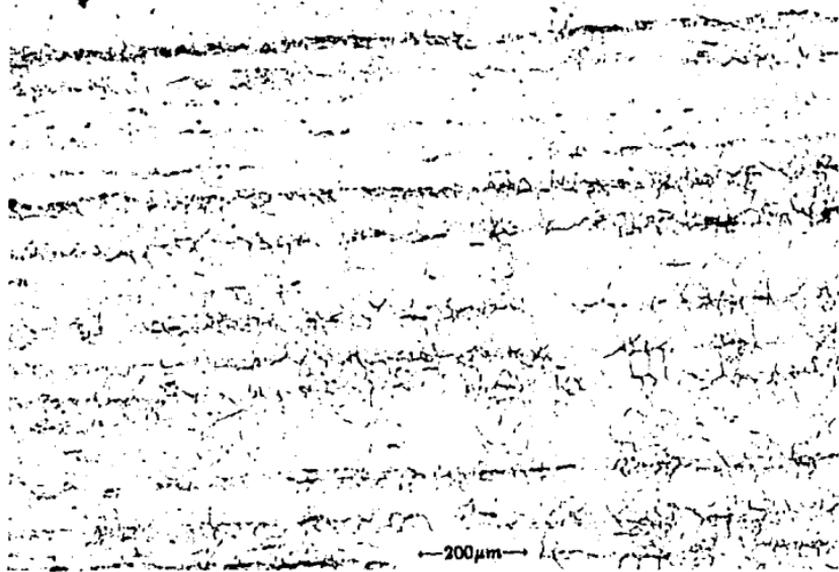


Figura 3.24.4 Estructura obtenida con T=1000 °C y t=10 min. con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

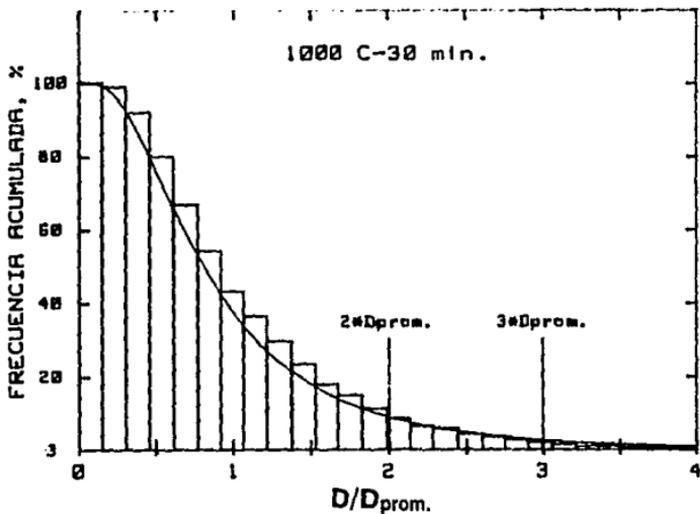
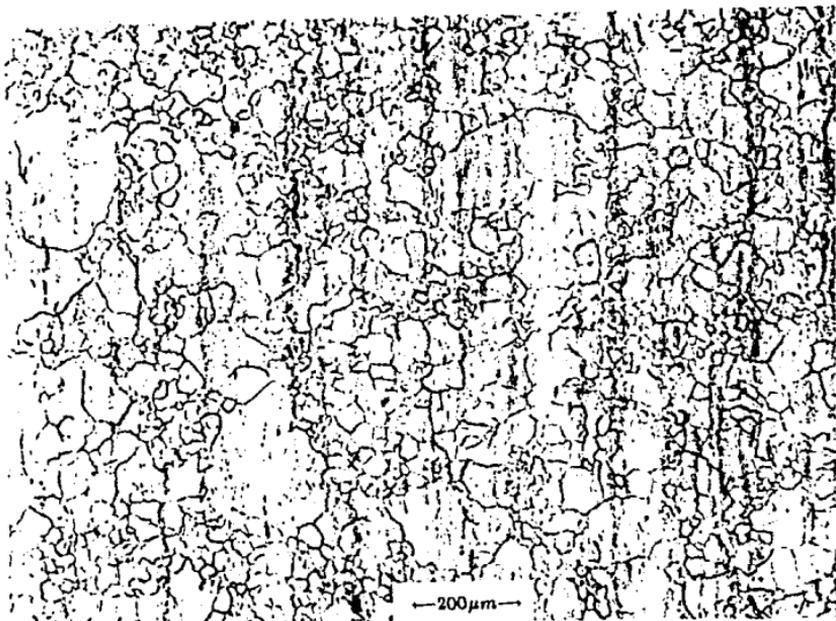


Figura 3.24.5 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=30\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

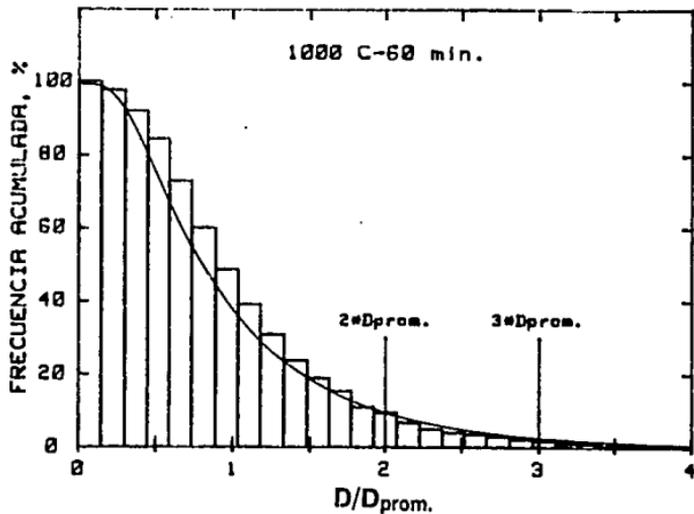
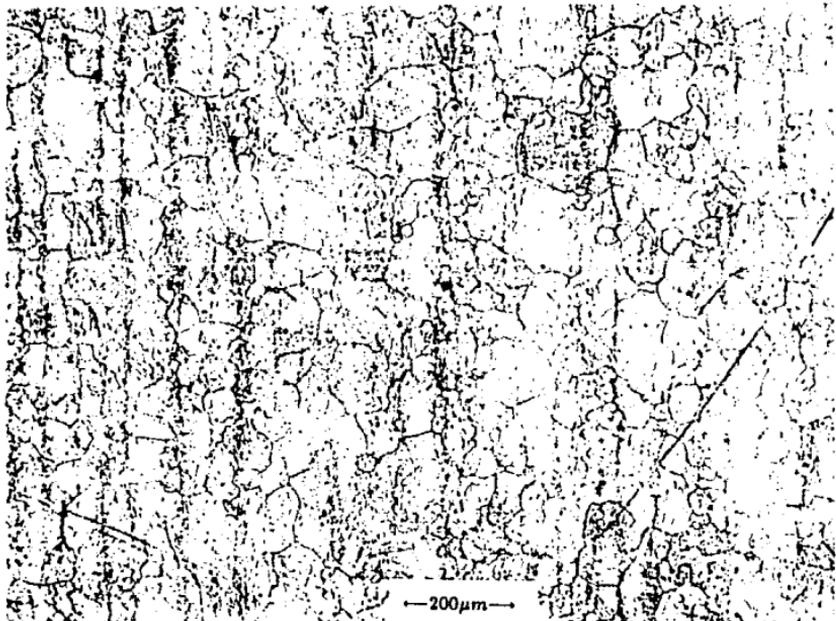


Figura 3.24.6 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=60\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

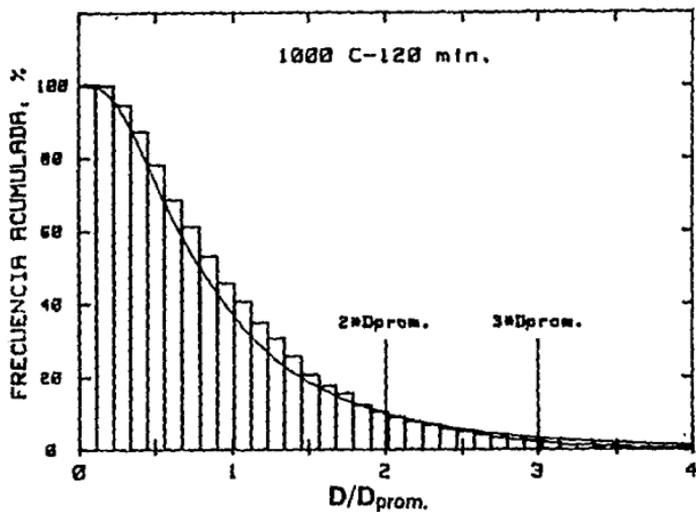


Figura 3.24.7 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=120\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

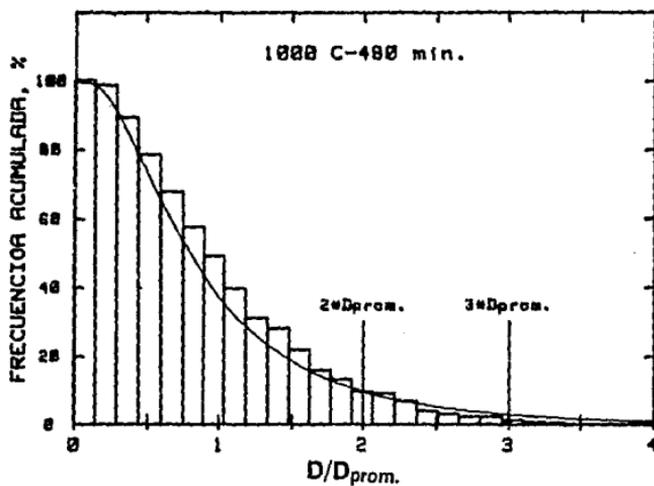
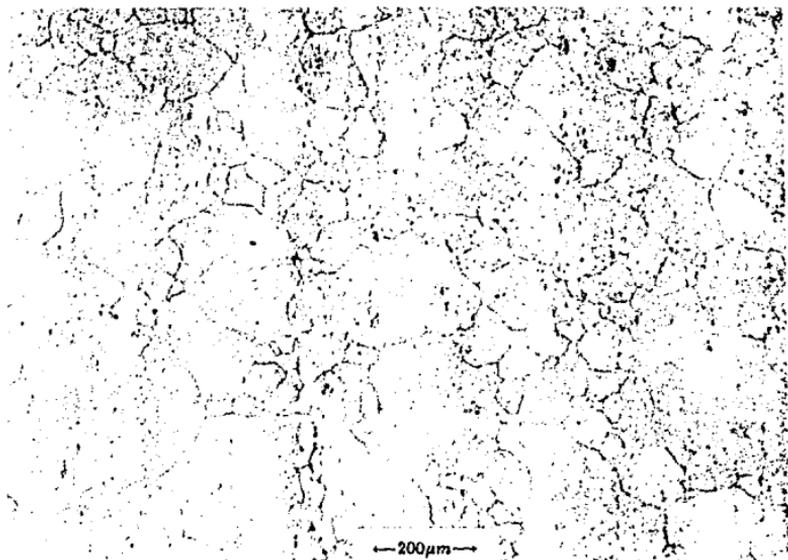


Figura 3.24.8 Estructura obtenida con $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=480\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

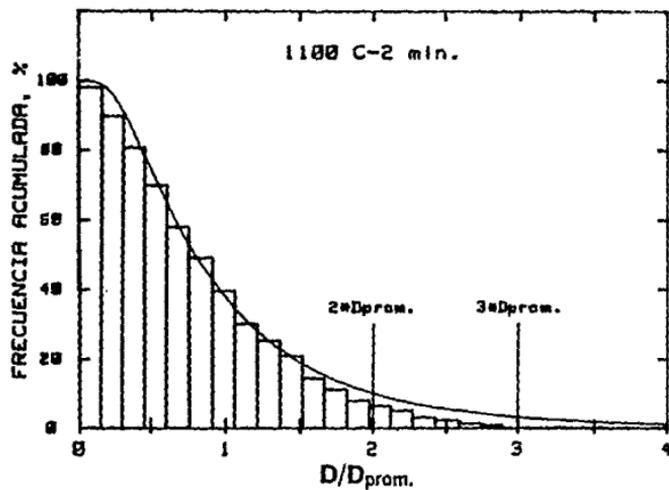
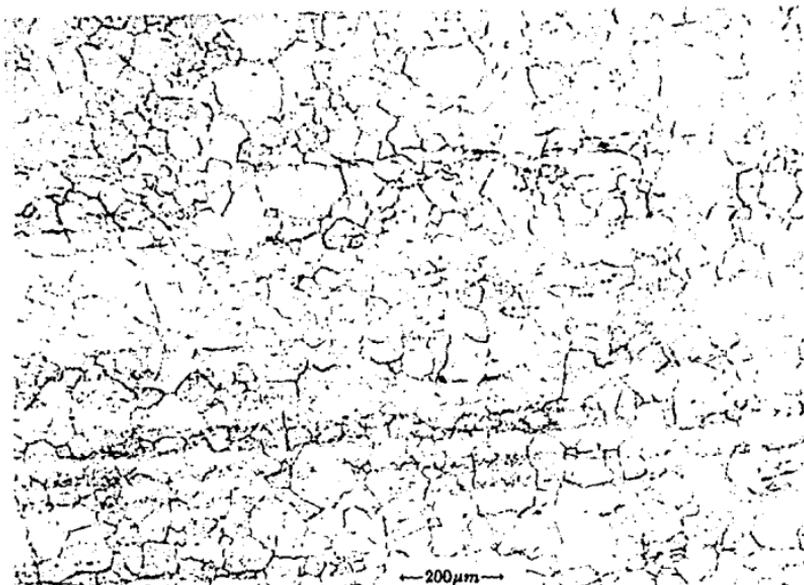


Figura 3.25.1 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=2\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

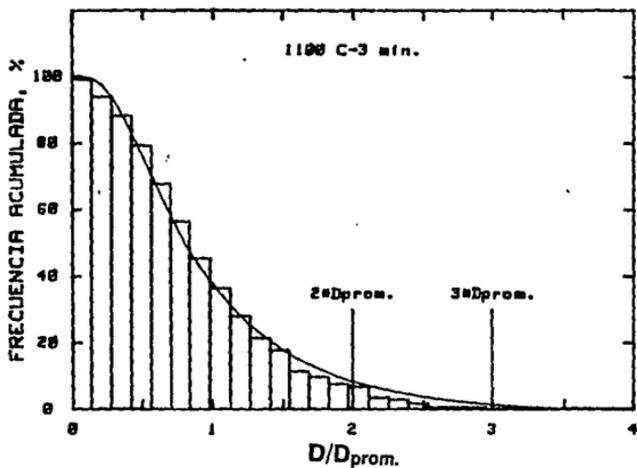
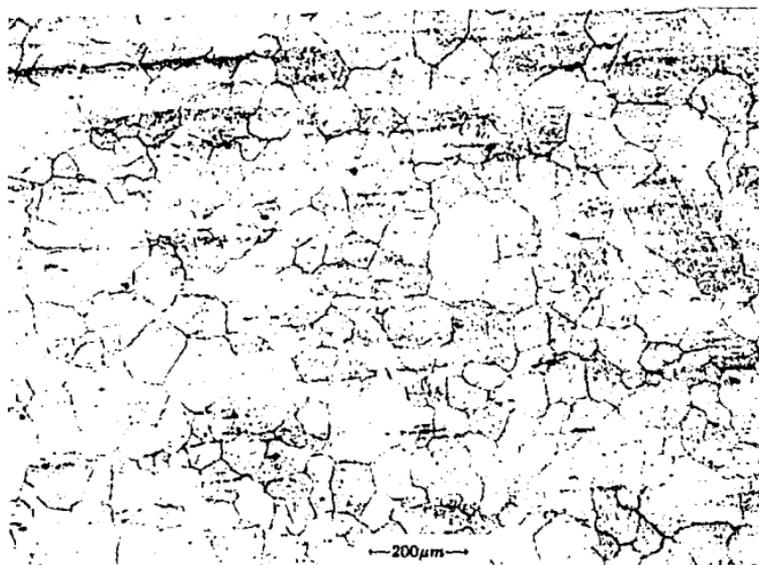


Figura 3.25.2 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=3\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

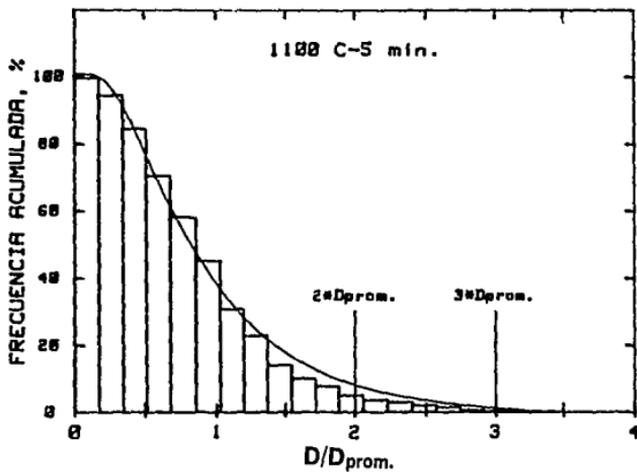
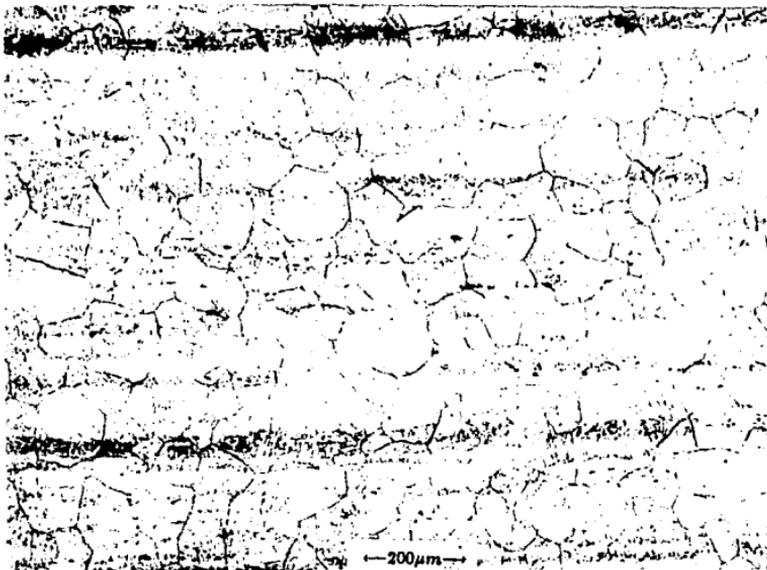


Figura 3.25.3 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=5\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

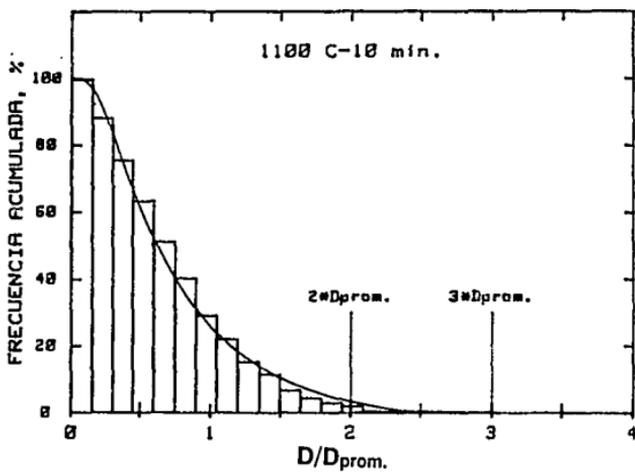


Figura 3.25.4 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=10\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

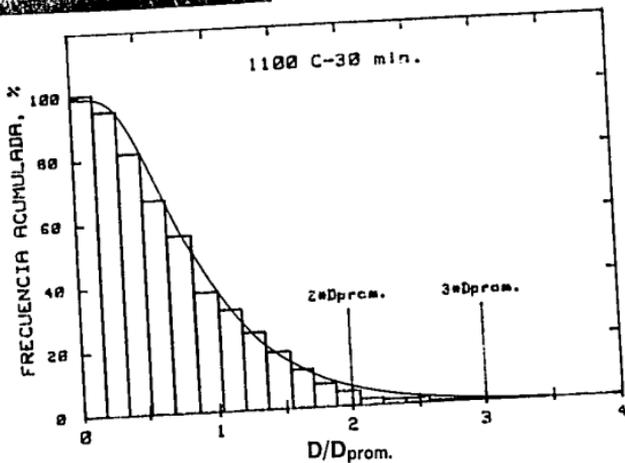
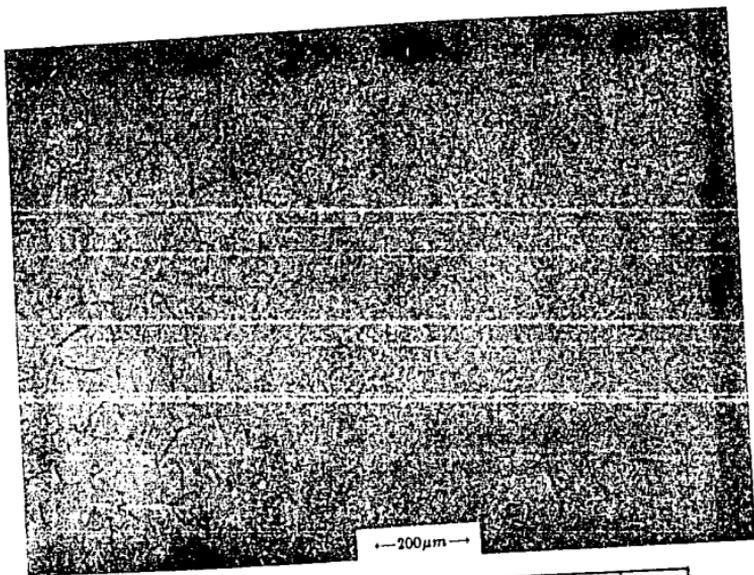


Figura 3.25.5 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=30\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

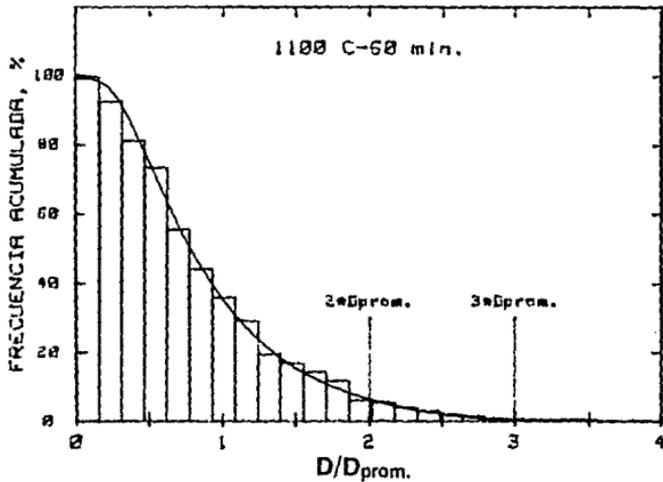
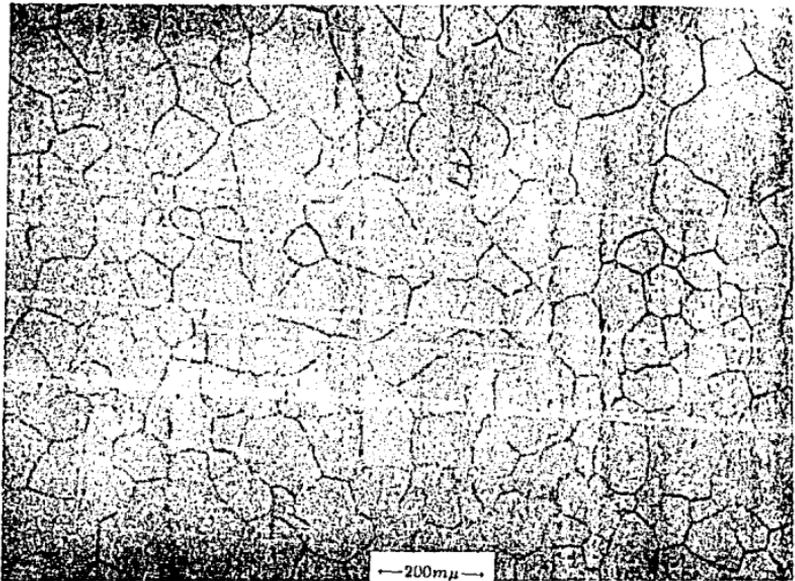


Figura 3.25.6 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=60\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.

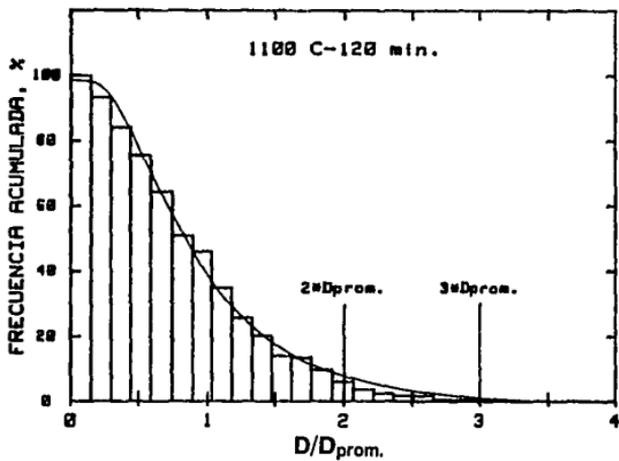
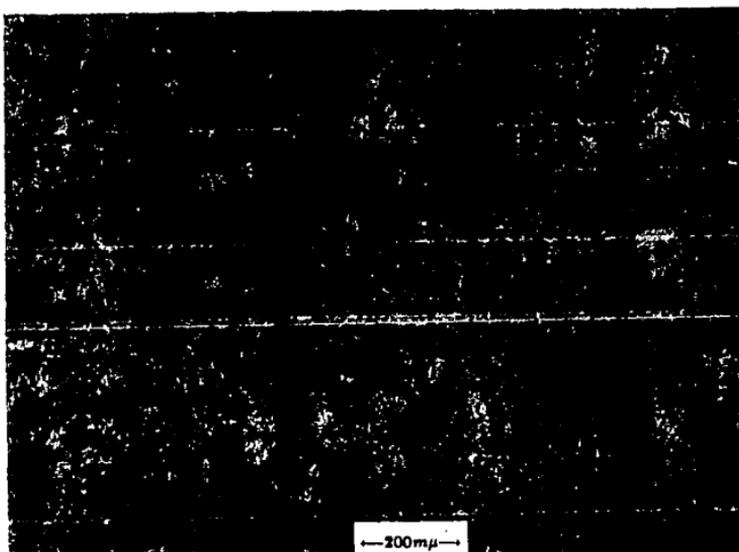
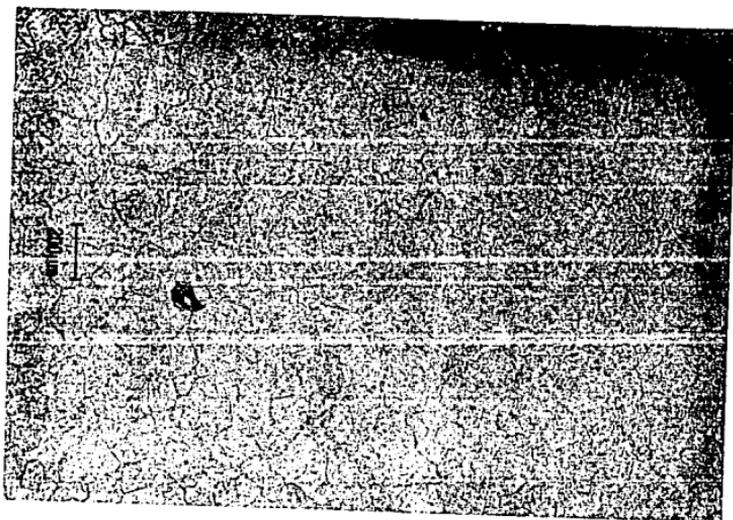
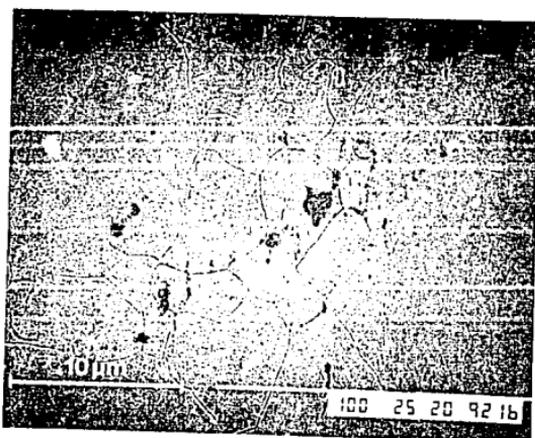


Figura 3.25.7 Estructura obtenida con $T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $t=120\text{ min.}$ con su correspondiente histograma acumulado y ajuste lognormal.



a)



b)

Figura 3.26 Fotografía mostrando granos con un tamaño comparativamente mayor al promedio, indicio de crecimiento de grano anormal.
a) M. óptico, b) MEB.

ZONAS DE CRECIMIENTO DE GRANO ANORMAL

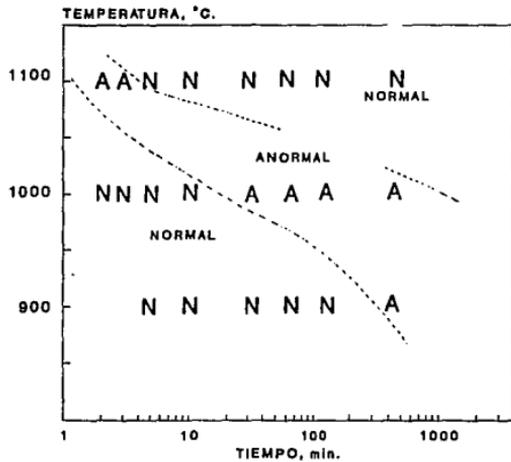


Figura 3.27 Diagrama mostrando los periodos de crecimiento de grano anormal.

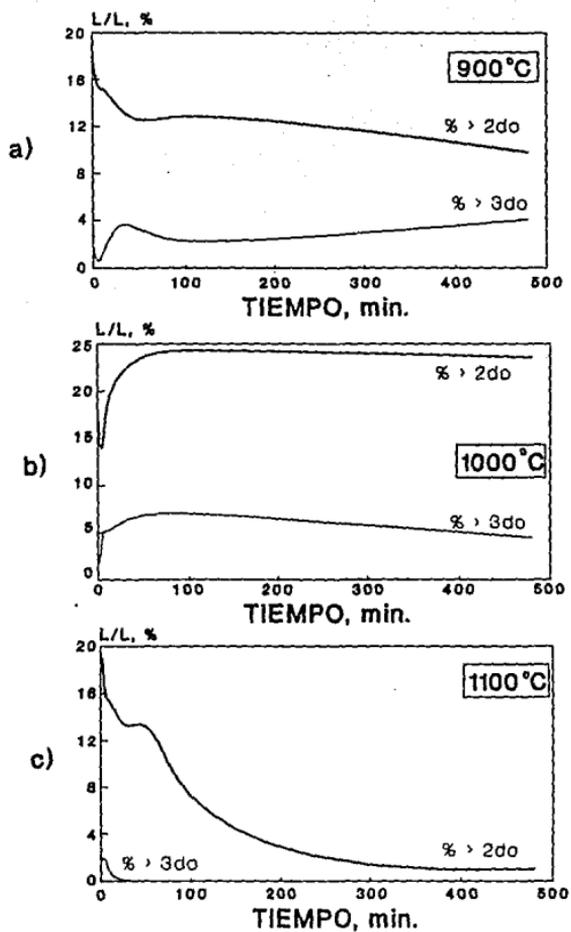


Figura 3.28 Porcentaje de anomalía calculado en base a los criterios de Hillert y de Srolovitz. a) 900 °C, b) 1000 °C y c) 1100 °C.

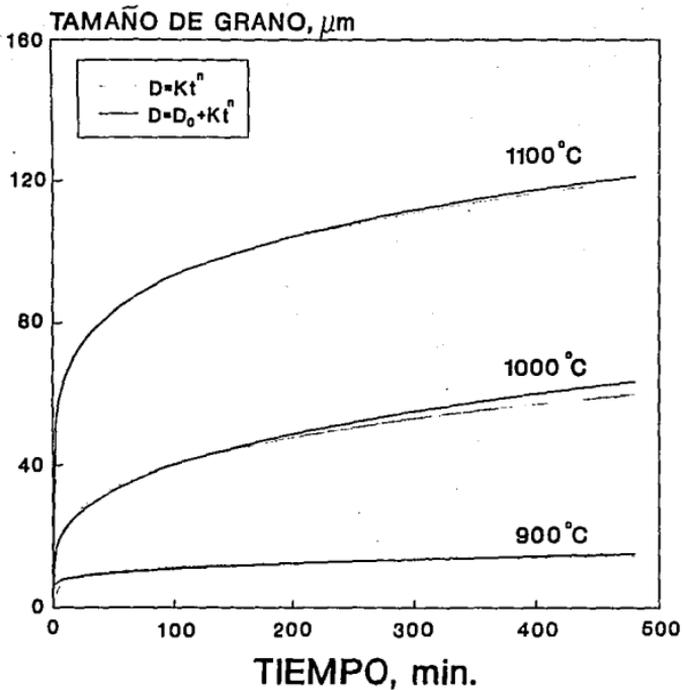


Figura 3.29 Ajuste de la curva del tamaño de grano vs tiempo a 900 °C, 1000 °C y 1100 °C.

Tamaño de grano vs Temperatura

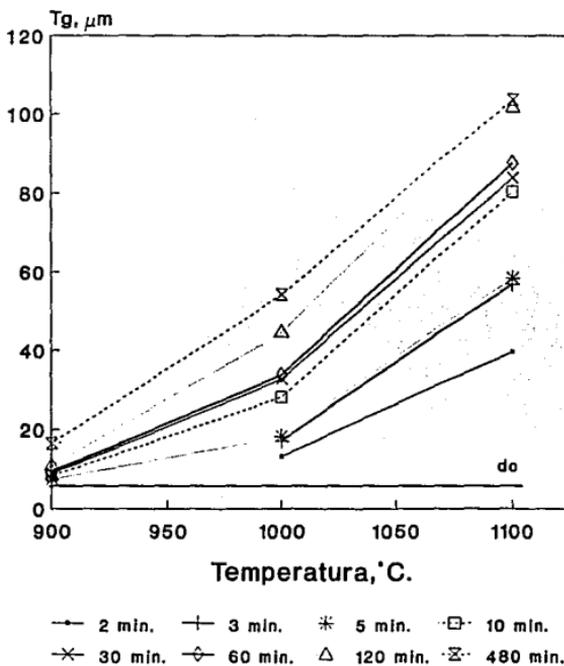


Figura 3.30 Gráfica del tamaño de grano vs temperatura a tiempo constante.

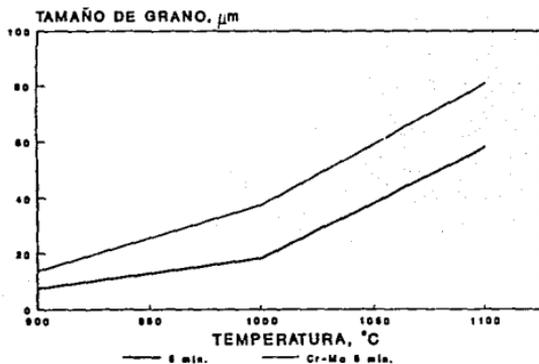


Figura 3.31 Comparación del crecimiento de grano entre el acero estudiado y otros estudios reportados en la literatura.^{51,52}

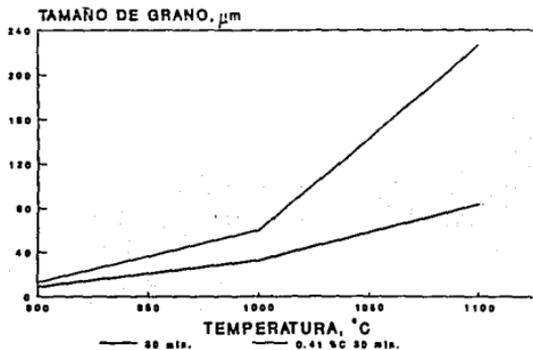


Figura 3.32 Comparación del crecimiento de grano entre el acero estudiado y otros estudios reportados en la literatura.^{51,52}

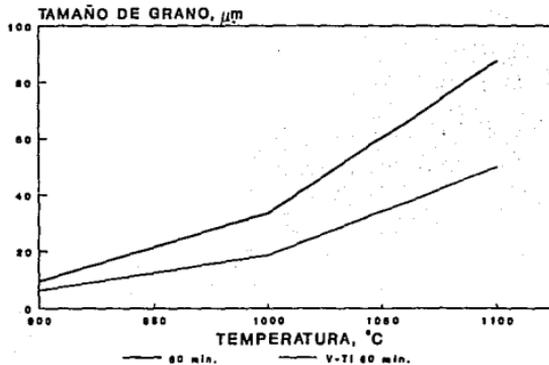


Figura 3.33 Comparación del crecimiento de grano entre el acero estudiado y otros estudios reportados en la literatura.^{51,52}

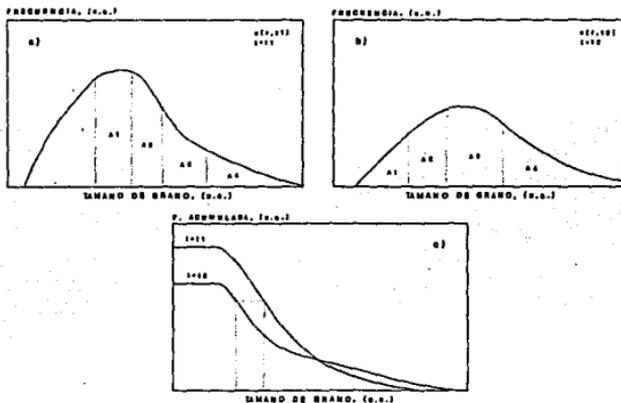


Figura 3.34 Procedimiento para calcular las velocidades de crecimiento de grano como función del tamaño de grano.

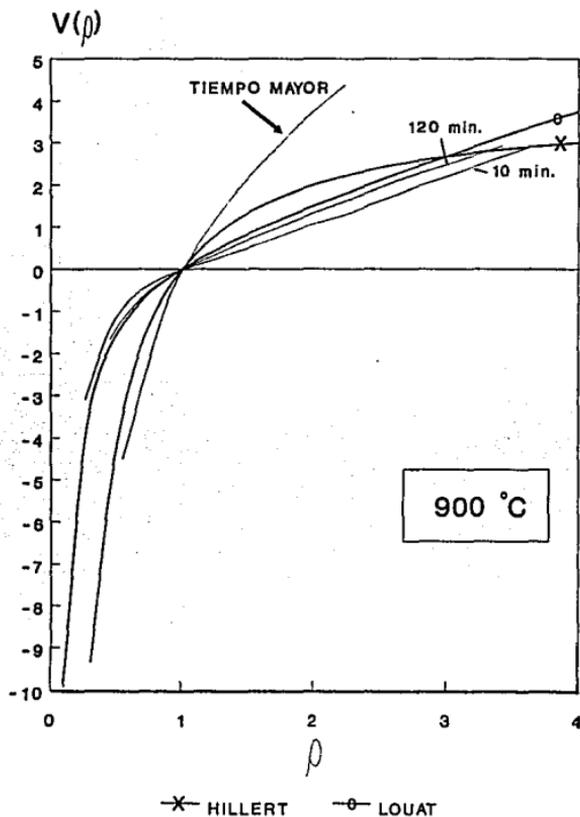


Figura 3.35 Velocidad de crecimiento de grano como función del tamaño de grano, $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$.

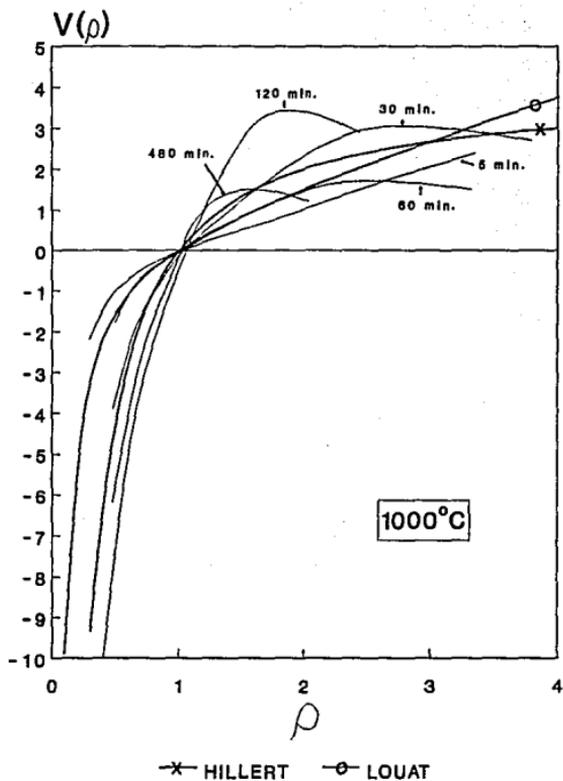


Figura 3.36 Velocidad de crecimiento de grano como función del tamaño de grano, $T=1000^\circ\text{C}$.

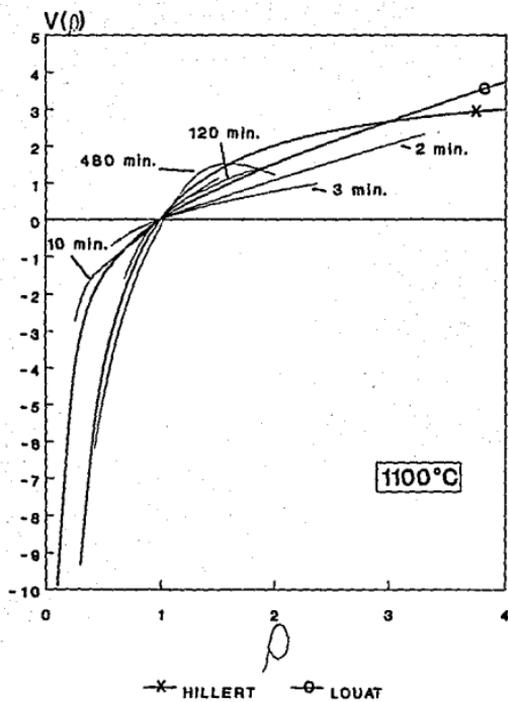


Figura 3.37 Velocidad de crecimiento de grano como función del tamaño de grano, $T=1100^{\circ}\text{C}$.

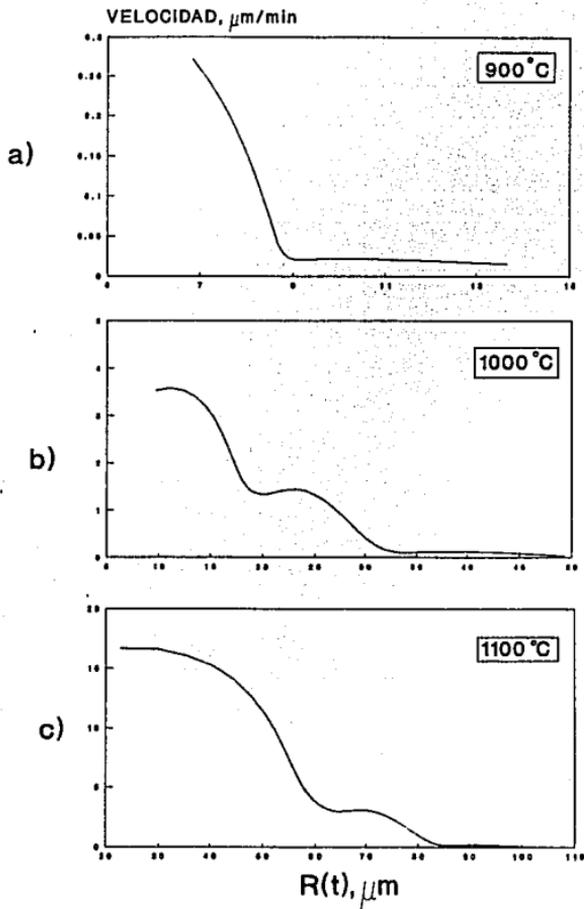


Figura 3.38 Velocidades de crecimiento de grano calculadas de los datos experimentales.

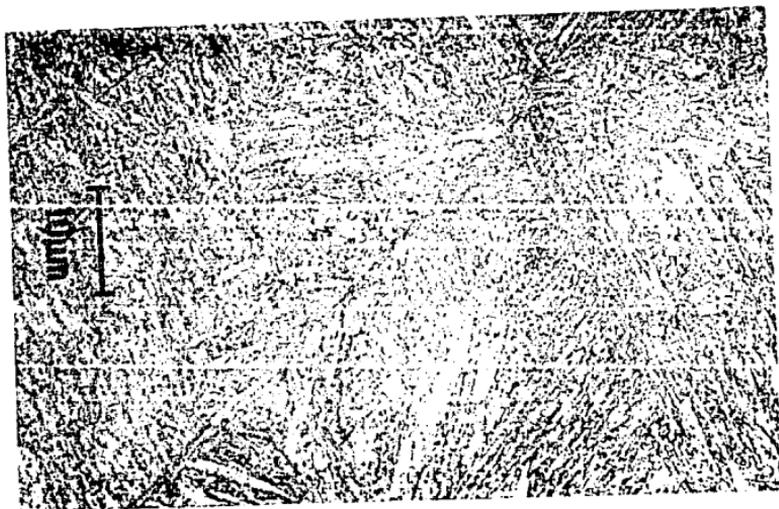
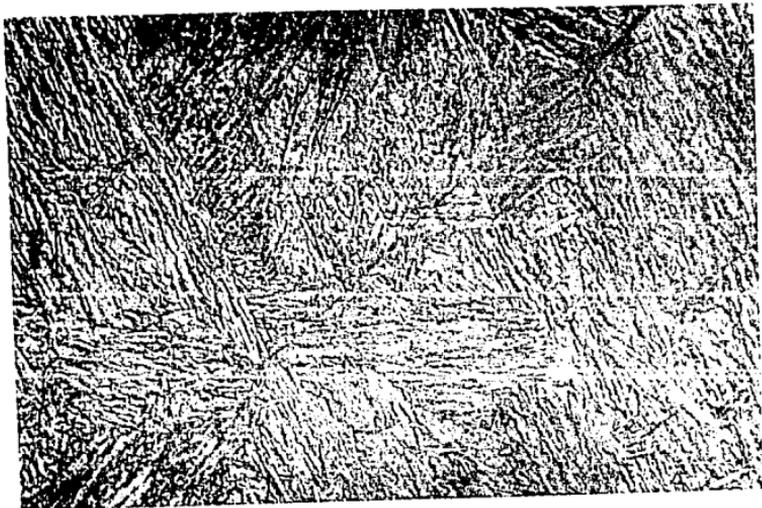


Figura 3.39 Precipitados sobre el límite de grano en las muestras tratadas a 1100 °C durante 3 y 5 minutos respectivamente.

BIBLIOGRAFIA

1. *Materials Science and Technology*. Edited by R. W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer. New York, Basel; Cambridge. Vol. 15 Processing of Metals and Alloys, 371-480 (1991).
2. R. E. Smallman. *Modern Physical Metallurgy*. 4th. Ed. Butterworth & Co. (Publishers) Ltd., 335-379 (1985).
3. J. G. Byrne, *Recovery, Recrystallization and Grain Growth*. Mc. Millan Co. N. Y. (1965).
4. Hsun Hu. *Recovery, Recrystallization and Grain Growth*. Metallurgical Treatises. Edited by J. K. Tier, (1981) AIME.
5. M. Hillert. On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 13, March (1965), 227-238.
6. D. J. Srolovitz, G. S. Grest and M. P. Anderson. Computer Simulation of Grain Growth-V. Abnormal Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 33, 12 (1985), 2233-2247.
7. A. D. Rollet, D. J. Srolovitz and M. P. Anderson. Simulation and Theory of Abnormal Grain Growth-Anisotropic Grain Boundary Energies and Mobilities. *Acta Metallurgica*, 37, 4 (1989), 1227-1240.
8. M. F. Ashby and K. E. Easterling. A First Report on Diagrams for Grain Growth in Welds. *Acta Metallurgica*, 30, (1982), 1969-1978.
9. L. J. Cuddy and J. C. Raley. Austenite Grain Coarsening in Microalloyed Steels. *Metallurgical Transactions A*, 14A, October (1983), 1989-1993.
10. L. J. Cuddy. Grain Refinement of Nb Steels by Control of Recrystallization during Hot Rolling. *Metallurgical Transactions A*, 13A, January (1984), 87-93.
11. E. Ruibal, J. J. Urcola and M. Fuentes. Recrystallized Grain Size and Grain Growth in a Low-Alloy Steel After Hot Deformation in Torsion. *Materials Science and Technology*, 1, September (1985), 732-736.
12. O. M. Akselsen, Ø. Grong, N. Ryum and N. Christensen. Haz Grain Growth Mechanisms in Welding of Low Carbon Microalloyed Steels. *Acta Metallurgica*, 34, 9 (1986), 1807-1815.
13. R. M. Miranda and M. A. Fortes. Austenite Grain Growth, Microstructure and Hardness in the Heat-Affected Zone of a 2.25Cr-1Mo Steel. *Materials Science and Engineering*, A108 (1989), 1-8.
14. H. Adrian and F. B. Pickering. Effect of Titanium Additions on Austenite Grain Growth Kinetic of Medium Carbon V-Nb Steels Containing 0.008-0.018 %N. *Materials Science and Technology*, 7, February (1990), 176-182.

15. R. Kaspar and N. Mahmoud. Austenite Grain Growth During Hot Forging of Medium Carbon Engineering Steels with or without V-Ti Microalloying. *Materials Science and Technology*, 7, March (1990), 249-254.
16. O. Hunderi and N. Ryum. On the Stagnation of Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 30 (1982), 739-742.
17. G. Abbruzzese. Computer Simulated Grain Growth Stagnation. *Acta Metallurgica*, 33, 7 (1985), 1329-1337.
18. P. R. Rios. OVERVIEW NO. 62. A Theory for Grain Boundary Pinning by Particles. *Acta Metallurgica*, 35, 12 (1987), 2805-2814.
19. C. H. Wörner and A. Cabo. On the Grain Growth Inhibition by Second Phases Particles. *Acta Metallurgica*, 35, 11 (1987), 2801-2804.
20. T. O. Saetre, N. Ryum and O. Hunderi. The Effect of Grain Boundary Edges on Grain Growth and Grain Growth Stagnation. *Materials Science and Engineering*, A108 (1989), 33-36.
21. B. Ralph. Grain Growth. *Materials Science and Technology*, 8, November (1990), 1139-1144.
22. C. H. Wörner and P. M. Hazzledine. Grain Growth Stagnation by Inclusions or Pores. *JOM*, September (1992), 16-20.
23. T. Gladman. Abnormal Grain Growth in Steels. *JOM*, September (1992), 21-24.
24. H. V. Atkinson. Theories of Normal Grain Growth in Pure Single Phase Systems. *Acta Metallurgica*, *JOM*, 36, No. 3 (1988), 469-491.
25. V. Yu. Novikov. On Computer Simulation of Texture Development in Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 27, February (1979), 1461-1466.
26. P. Feltham. Grain Growth in Metals. *Acta Metallurgica*, 5, February (1957), 97-105.
27. M. M. Bepari. Effects of Precipitates on Strength and Toughness of Vanadium Structural Steels. *Materials Science and Technology*, 6, April (1990), 338-348.
28. L. Jian, S. Fuyu and X. WenChong. On the Evaluation of Yield Strength for Microalloyed Steels. *Scripta Metallurgica*, 24, 1393-1398 (1990).
29. E. E. Wiczorek-Lubuska. Strengthening Nb-V Microalloyed Steel. *Material Science and Technology*, 7, January (1991), 83-84.
30. D. T. Gawne and G. M. H. Lewis. Strengthening Mechanisms in High-Strength Microalloyed Steels. *Material Science and Technology*, 1, March (1985), 183-191.
31. M. M. A. Bepari. Effects of Precipitates on Ferrite Grain Size in 0.15%C Steels. *Material Science and Technology*, 5, January (1989), 13-19.

32. J. R. Michael, J. G. Speer and S. S. Hansen. Austenite Recrystallization in Nb/V Microalloyed Steels. *Metallurgical Transactions A*, 18A, March (1987), 481-482.
33. C. V. Thompson, H. J. Frost and F. Spaepen. The Relative Rates of Secondary and Normal Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 35, 4 (1987), 887-890.
34. G. S. Grest, M. P. Anderson, D. J. Srolovitz and A. D. Rollet. Abnormal Grain Growth in Three Dimensions. *Scripta Metallurgica*, 24 (1990), 661-665.
35. N. P. Louat. On the Theory of Normal Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 22, June (1974), 721-724.
36. O. Hunderi and N. Ryum. The Kinetics of Normal Grain Growth. *Journal of Materials Science*, 15 (1980), 1104-1108.
37. M. P. Anderson, D. J. Srolovitz, G. S. Grest and P. S. Sahni. Computer Simulation of Grain Growth-I. Kinetics. *Acta Metallurgica*, 32, 3 (1984), 783-791.
38. T. Ta Kasugi and O. Izami. *Acta Metallurgica*, 33, 49-58 (1985).
39. N. Ryum and O. Hunderi. On the Analytic Description of Normal Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 37, 5 (1989), 1375-1379.
40. D. J. Srolovitz, M. P. Anderson, P. S. Sahni and G. S. Grest. Computer Simulation of Grain Growth-II. Grain Size Distribution, Topology and Local Dynamics. *Acta Metallurgica*, 32, 5 (1984), 793-802.
41. D. J. Srolovitz, M. P. Anderson, G. S. Grest and P. Sahni. Computer Simulation of Grain Growth-III. Influence of a particle Dispersion. *Acta Metallurgica*, 32, 9 (1984), 1429-1438.
42. C. M. Sellars. Options and Constraints for Thermomechanical Processing of Microalloyed Steel. In *HSLA Steels: Metallurgy and Applications*. Proceedings of an International Conference on HSLA Steels '85. 4-8 November 1985. Beijing, China.
43. J. G. Speer, J. R. Michael and S. S. Hansen. Carbonitride Precipitation in Niobium/Vanadium Microalloyed Steels. *Metallurgical Transactions A*, 18A, february (1987), 211-222.
44. M. Cohen and S. S. Hansen. On the Fundamentals of HSLA Steels. *HSLA Steels: Metallurgy and Applications*. Proceedings of an International Conference on HSLA Steels '85. 4-8 November (1985). Beijing, China, .
45. N. K. Ballinger and R. W. K. Honeycombe. Coarsening of Vanadium Carbide, Carbonitride and Nitride in Low Alloy Steels. *Metal Science*, april (1980), 121-133.
46. J. G. Speer and S. S. Hansen. Austenite Recrystallization and Carbonitride Precipitation in Niobium Microalloyed Steels. *Metallurgical Transactions A*. 20A, January (1989), 25-38.

47. J. Strid and K. E. Easterling. On the Chemistry and Stability of Complex Carbides and Nitrides in Microalloyed Steels. *Acta Metallurgica*, 33, 11 (1985), 2057-2074.
48. K. J. Irvine, F. B. Pickering and T. Gladman. *Journal of Iron and Steel Institute*. 205, 161 (1967).
49. T. H. Hoogendoorn. *Microalloying '75*. Bureau of Standards. Washington D. C. (1975), 61-75.
50. L. Luyckx, J. R. Bell, A. Mc Lean and M. Korczyk. *Metallurgica Transactions*, 1 (1970), 3341.
51. M. J. Crooks, A. T. Gerratt-Reed, J. B. VanderSande and W. S. Owen. *Metallurgica Transaction*, 12A (1981), 1999-2013.
52. M. J. White and W. S. Owen. *Metallurgica Transactions*, 11A (1980), 597-604.
53. Najma Shams. Austenite Grain Size in HSLA. *Journal of Metals*, March (1987), 39-41.
54. CEB-FIP Code for Concrete Structures. European Committee for Concrete. Rome, Italy, Third Edition, 241 (1978).
55. V. Castaño y L. Martínez, *Journal of Materials Research* 5, 3 (1990), 658-661.
56. L. Martínez, J. L. Albarran and J. Fuentes. *Welding Journal*, 66, 3 (1987), 23-27.
57. L. Martínez and F. Estevez, A Study of Rebar Steels After the 1985 Mexico City Earthquake, Proc. of the Interamerican Materials Technology Conference, Southwest Research Institute, Vol. II, p. 24 (1989).
58. R. W. Andrews and D. J. Dyson and S. R. Keown, Interpretation of Electron Diffraction Patterns, Plenum Press, p.245 (1971).
59. J. L. Krikorian, *Journal of the Electrochemical Society*, 110, 560 (1963).
60. Norma Oficial Mexicana B-294, Varillas corrugadas de Acero Torcidas en Frío Procedentes de Lingote o Palanquilla para Refuerzo de Concreto, Dirección General de Normas (1972).
61. Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite. TMS-AIME, N. York (1980), 129-139 and 613-638.
62. M. Windhager, A. Kneissl, F. Jeglitsch, et. al. Evolution of Microstructure During the Thermomechanical Processing of HSLA Steels. Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels. Edited by A. J. DeArdo. (1988), p. 105.
63. J. R. Michael, J. G. Speer and S. S. Hansen. Communications: Austenite Recrystallization Nb/V Microalloyed Steels. *Metallurgical Transactions A*. 18A, March (1987), 481-485.

64. K. Tiito, G. Fitzsimon and A. J. De Ardo. The Effect of Dynamic Precipitation and Recrystallization on the Hot Flow Behavior of a Nb-V Microalloyed Steel. *Acta Metallurgica*, **31**, 8 (1983), 1159-1168.
65. R. C. Cochrane, B. Mintz and J. L. Ward. Influence of Prior Microstructure on Normalising Response of C-Mn-Al-Nb Steels. *Materials Science And Technology*, **5**, January (1989), 20-28.
66. O. R. Arzate and L. Martinez. Creep Cavitation in Type 321 Stainless Steel. *Materials Science and Engineering A*, **101** (1988), 1-6.
67. R. C. Cochrane, B. Mintz and J. C. Ward. Influence of C-Mn-Al-Nb Steels. *Materials Science and Technology*, **5**, January (1989), 20-28.
68. J. Aitchison and J. A. C. Brown. *The Lognormal Distribution*. Cambridge at the University Press (1989).
69. C. S. Pande. On Stochastic Theory of Grain Growth. *Acta Metallurgica*, **35**, 11 (1987), 2671-2678.
70. O. Flores. Efecto del Niobio y el Nitrógeno en un Acero HSLA. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química, U.N.A.M. (1990).
71. J. H. Schneibel and L. Martinez. Determination of cavity growth rate from Cavity-Size Distributions. *Philosophical Magazine A*, **54**, 4 (1986), 489-500.

Resúmenes encontrados en el METADEX de artículos relacionados con el tema en los últimos ocho años:

Artículos reportados en el METADEX.

1. Z. Gao and F. Sun. An Investigation on Austenite Grain Growth in Medium Carbon Steel. *Heat Treat. Met.* (China) **4**, 10-13 (1989).
2. P. R. Mei. Effects of Niobium Additions on Austenitic Grain Growth of Carbon Steels. I. Retroactive Coverage. 40th Congress of Brazilian Association of Metals, Rio de Janeiro, Brasil, 30 June-5 July (1985).
3. P. R. Mei. Effects of Niobium Additions on Austenitic Grain Growth of Carbon Steels. II. Retroactive Coverage. 40th Congress of Brazilian Association of Metals, Rio de Janeiro, Brasil, 30 June-5 July (1985).
4. D. Hu and Z. Liu. The migration of Austenite Grain Boundary. *Acta Metall.* Sin. (China) **22**, **4**, A334-A336 (1986)
5. Ya. N. Malinochka, T. M. Titova and L. P. Litvinenko. Effect of Titanium additives and Nitrogen on Austenite Grain Growth. *Met. Sci. Heat Treat.* (USSR) **28**, **5-8**, 342-347 May-June (1986).

6. J. Hartel, U. Lotter and H. Pircher. Austenitic Grain Growth of Normalized and Quenched and Tempered Fine-Grained Structural Steels in the Heat-Affected Zone of Welded Joints. *Steel Res.* 57, 5, 216-225 (1986).
7. A. Kern and W. Reif. Explanation of Abnormal Grain Growth in the Austenite Range of Microalloyed Steels. *Steel Res.* 57, 85, 377-384 (1986).
8. H. P. Hougardy and E. Sachova. Ways to Influence the Size of Austenite Grains. *Steel Res.* 57, 5, 188-198 (1986).
9. O. S. Rinkevich and V. I. Zeldovich. Growth Kinetics of New Austenite Grains During the $\alpha \rightarrow \gamma$ Transformation in an Iron-Nickel Alloy. *Phys. Met. Metallogr. (USSR)* 58, 1, 125-131 July (1984).
10. Z. Qi, Y. Wang, H. Gao and C. Wang. The Growth of Austenite Grain. Conference: 4th International Congress on Heat Treatment of Materials. Vol. I. Berlin, Frg, 3-7 June (1985).
11. B. B. Vinokur, V. L. Pilyushenko and O. G. Kasatkin. Influence of Alloying on the Austenite Grain Growth of Low-Carbon Steel. *Russ. Metall.* 2, 102-106 (1984).
13. M. A. Shumilov, L. N. Kudryavtseva, L. V. Matvienko and Z. V. Avramova. The Effect of Prior Treatment on the Growth Rate of Austenitic and Ferritic Grains in St3sp Killed Steel. *Izv. Akad. Nauk Sssr. Met.* (5), 104-108 (1984).
14. O. S. Rinkevich and V. I. Zeldovich. An Analysis of the Growth Kinetics of New Austenite Grains During the $\alpha \rightarrow \gamma$ Transformation in an Iron-Nickel Alloy. *Fiz. Met. Metalloved.* 58, (1), 142-148 July (1984).
15. G. Zouhar and H. Hofgen. Computer Simulation of the Microstructural Evolution During Hot Working (Retroactive Coverage). Process Technology Conference Proceedings. Vol. 8, Dearborn, Michigan, U.S.A., 23-26 October (1988).
16. C. Devasdas, I. V. Samarasekera and E. B. Hawbolt. Modelling Microstructural Evolution During Hot Strip Rolling (Retroactive Coverage). Steel Product-Process Integration, Halifax, Nova Scotia, Canada, 20-24 August (1989).
17. V. K. Florov, G. N. Basova and S. K. Kalinovskii. Inclusions and Austenite Grain Size of Structural Steels. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Chernaya Metallurgiya* (6), 64-66 June (1991).
18. Z. Xu and T. Sakai. Static Recovery and Recrystallization of Hot-Worked Austenite in Carbon Steel. *Tetsu-To-Hogane (Journal of the Iron And Steel Institute of Japan)* 77, (3), 462-469 March (1991).
19. Z. Qi and C. Chang. The Relation Between Abnormal Grain Growth of Austenite and Non-Uniform Factor Z and Others. *Transaction of Metal Heat Treatment (China)* 11, (4), 51-60 December (1990).

20. X. Zhang and W. Li. Study on the Precipitated Phases Inhibiting Growth of Austenite Grain in Medium Carbon Steels. Heat Treatment of Metals (China) (11), 20-25 November (1990).
21. Z. F. Qi. Transformation During Heating (Retroactive Coverage). Technical Seminar of the Heat Treatment Institute of CMES, Beijing, China, 12-20 October (1988).
22. T. Senuma, H. Yada, S. Akamatsu, S. Hamazu, A. Yoshie and G. Matsumura. Evolution of Austenite Microstructure and Precipitation Behavior of Carbon and Niobium Steels in High Speed Hot Working Processes. 117th ISIJ Meeting, Yokohama, Japan 4-6 April (1989).
23. W. Li, X. Zhang, N. Gao and Y. Wang. The Effect of Aluminium, Titanium, Vanadium and Niobium on the Grain Growth Behavior of Austenite in Medium Carbon Steels. Journal of University of Science and Technology Beijing 12, (5), 437-442 September (1990).
24. O. Dogan. Interactions Between Austenite Grain Boundaries and Aluminum Nitride Precipitates (Dissertation). Dissertation Abstracts International 51, (11), 240 May (1991).
25. D. N. Crowther, R. C. Cochrane and A. J. Rose. Control of Heat Affected Zone Toughness in Structural Steels (Report). Commission of the European Communities. Report Pp. 100 (1990).
26. Z. Gao and F. Sun. Study of Austenite Grain Growth Kinetics in Medium Carbon Steel. Journal of Iron and Steel Research 1, (4), 59-63 November (1989).
27. P. R. Rice and P. L. Schneider. Effect of Previous Heat Treatment on the Grain Growth of Austenite. Recrystallization '90, Wollongong, Australia, 22-26 January (1990).