

UNIVERSIDAD DE NAVARRA
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIEROS
SAN SEBASTIÁN



**Evolución del estado macroscópico,
microestructural y cristalográfico durante el
conformado en caliente de aceros resulfurados**

MEMORIA
que para optar al Grado de Doctor
presenta

NAIARA GONZALEZ CIA

bajo la dirección de

Dr. Jose M^a Rodriguez Ibabe

Donostia-San Sebastián, Marzo de 2013

Servicio de Publicaciones de la Universidad de Navarra

ISBN 978-84-8081-377-8

A mis padres Petri y Jose y a Oier, mi futuro marido

AGRADECIMIENTOS

Cuando un día hace ya más de 3 años supe que el CEIT y la Universidad de Navarra me daban la oportunidad de continuar mi carrera no me lo podía creer después de unos meses de mucha frustración, de modo que les agradezco enormemente que lo hicieran.

Todo ese crecimiento profesional que he tenido en el CEIT se lo debo a Jose Mari, mi director de tesis, que siempre ha estado ahí para transmitirme todos sus conocimientos para que algún día, ya parece que lo toco con la punta de los dedos, llegara a ser doctora. Pero junto a el y siempre ayudándome en todo ha estado, exceptuando el último año, Cristina. Sin ella y sin su ayuda soy consciente que todo este trabajo no habría sido posible. Gracias Cris!!

Mi gente del café y mis compis del CEIT sobretodo, Ane, Laura y Ernesto, gracias por haber estado ahí cuando os he necesitado. En especial a Ane quiero darle las gracias porque muchas veces juntas hemos superado rachas con algunos momentos malos y también nos los hemos pasado muy bien. Gracias coffeteam!!

Despacho!!!! Que ya estoy cerca de conseguirlo!!! La verdad que he visto pasar a tanta gente por el despacho 2220 y pecera incluida que es hasta raro pensar que mi hora también llegó. Sólo quiero deciros que me ha encantado compartir este tiempo con todos vosotros (o casi casi debería decir vosotras, jeje), que siempre ha habido una alegría especial en el y que prometo no olvidarme de ello.

Resto de compis del CEIT...os agradezco mucho vuestra ayuda que seguro que en todo este tiempo me habéis prestado. A ver ahora quien os va a picar tanto con el Athletic!!!

No me puedo olvidar en todo este tiempo en el CEIT de mis antiguos compañeros de piso: Jaione, Miguel, Max, Maca, Tobi... y todo el resto de gente que pasó por Zubiaurre 17. Siempre estuvisteis cuando todo lo demás me faltaba y siempre recordaré todos los buenos momentos, barbacoas, cenas...gracias por cuidarme tanto. ¡Os quiero mucho!

Mis chicas del coche, Bea, Zalo!! A ver ahora quien va hacer la llamada a las alturas. Que os voy a echar mucho de menos, de verdad. Gracias por haberme conocido tal y como soy y haberme hecho sentir vuestra super woman. Tenemos muchas cosas pendientes todavía...echarme de menos, eh??

Cuadri que termino!! Dartakana está a punto de resurgir y volveros a todos locos que a partir de ahora no pienso pasar un segundo en casa, jeje. Mosketeros y resto de mis pichinas, que os adoro, gracias por vuestro apoyo incondicional, que anda que no me habéis aguantado. Prepararos porque el 2013 va a ser un gran año!!!

Aldo que termino por fin!! Anda que no te he mareado, bichejo. Gracias por haber estado ahí siempre y haberme ayudado tanto en todas las difíciles situaciones y decisiones por las que he tenido que pasar. Eres mi mejor amigo y espero que siempre estés ahí, gracias por todo!!

Mi familia, todos y cada uno de vosotros. Siempre me habéis dado absolutamente todo y nunca os podré devolver todo lo que me queréis, da igual que sea como hija, nieta sobrina o prima. Nos quedan muchos buenos momentos que compartir y muchas cenas en nuestro Mirador de Monte Pinar. No podía ser de otra manera, os quiero.

Ama, papito, gracias por haber estado ahí pase lo que pase, que os debo todo lo que soy y esta tesis os la dedico de todo corazón. Seguramente no habrá en el mundo padres tan orgullosos de su hija pero os aseguro que no hay hija en todo el planeta tan orgullosa de sus padres.

Oier, mi vida entera, gracias por todo este tiempo de apoyo, sin ti no habría sido posible. Nuestro año comienza después de casi 12 años juntos y no tengo palabras para decirte todo lo que te quiero. A partir de ahora tenemos muchas cosas que retomar, paseitos incluidos. Gracias pich. Esta tesis también va dedicada a ti, a Oier, mi futuro marido. Te quiero.

RESUMEN

Una calidad superficial alta de los aceros es fundamental en los procesos de obtención del acero durante la colada continua con el fin de evitar rechazos del material lo cual supone un aumento del coste de la producción. En este sentido, los aceros con maquinabilidad mejorada o de fácil mecanizado como los aceros resulfurados presentan algunas singularidades que pueden afectar a la calidad de los aceros y junto con el problema que presentan de su baja ductilidad en caliente, son susceptibles a la formación de grietas tanto en la superficie como en el interior. La posible aparición de las mismas resulta crítica durante las operaciones de enderezado y las primeras pasadas de laminación.

La baja ductilidad en caliente de estos aceros es debido por un lado, a la alta fracción en volumen de inclusiones de sulfuro de manganeso que durante los procesos de deformación en caliente actúan como puntos de nucleación de cavidades por decohesión de la intercara matriz-inclusión, facilitando la propagación de grietas. Este problema se agudiza además con la inevitable presencia de segregaciones. Por otro lado, la presencia de compuestos, tales como el FeS, de bajo punto de fusión ($<1000^{\circ}\text{C}$) causan el “quemado del acero” con la consiguiente pérdida de ductilidad por la aparición de grietas intergranulares.

En el contexto de la deformación del acero los procesos de recristalización dinámica existentes, que varían la naturaleza de la matriz, también influyen en la deformabilidad de las inclusiones. En este sentido, es importante la resistencia relativa existente entre la

matriz y la inclusión. Además la naturaleza cristalográfica de las propias inclusiones junto a las relaciones de orientación de las mismas con respecto a la matriz también determinan el grado de deformabilidad de las inclusiones.

Este trabajo se ha centrado en los factores, tanto micro y macroestructurales así como cristalográficos, que pueden afectar al proceso de laminación y a la aparición de grietas superficiales. Para la determinación de estos factores se han tenido en cuenta todos los aspectos que forman parte en el proceso de colada continua, en el horno de recalentamiento y en las primeras pasadas de la laminación. Para ello, se han realizado ensayos de torsión, compresión en caliente monótonos, es decir, incluyendo diferentes modos de deformación y a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, con el objetivo de simular algunas de las condiciones que se dan durante las primeras pasadas de la laminación (desbaste). La evolución del daño se ha estudiado mediante la realización de ensayos monótonos interrumpidos.

Se ha realizado un estudio microestructural de la superficie del material bruto de colada y del mismo sometido a diferentes procesos de oxidación, simulando las condiciones que se dan en el horno de recalentamiento previo a la laminación. La presencia de marcas de oscilación, oxidación, grietas, alineación de inclusiones y otro tipo de defectos pueden facilitar la aparición o propagación de grietas ya existentes durante el desbaste. También se ha realizado un detallado estudio de la distribución y deformabilidad de las inclusiones de sulfuro de manganeso en diferentes zonas del material. La presencia de aglomeraciones y alineaciones de inclusiones afectan negativamente en la ductilidad puesto que favorece la formación y propagación de grietas. Por otro lado, factores como el tamaño, forma, fracción en volumen, composición química, plasticidad y naturaleza cristalográfica de las inclusiones influyen de forma intrínseca en su deformabilidad.

La realización de ensayos mecánicos monótonos interrumpidos ha permitido el estudio de la influencia de las inclusiones y su deformación en los mecanismos de nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades

ABSTRACT

The steels superficial quality plays an important role during continuous casting in the steel obtaining processes, in order to avoid material rejections which suppose an increase in the production costs. In this context, Free Cutting (FCS) or improved machinability steels such as those resulfurised present some characteristics that may affect the steels superficial quality. This, in combination with the low ductility these steels exhibit are responsible for the cracks formation both in the steel surface and interior. The latter appearance is critical during straightening operations and rolling processes.

The low ductility these steels show during hot rolling is caused on one hand by the high volume fraction of manganese sulphide inclusions. They act as cavitation nucleation sites because of the inclusion-matrix interface decohesion during hot deformation processes, leading to cracks propagation. In addition, alloying element segregations deteriorate it even more. On the other hand, the presence of compounds such as FeS with low melting points ($<1000^{\circ}\text{C}$) produce the steel embrittlement through the “hot-shortness” phenomenon, with the consequent loss of ductility related to the appearance of intergranular cracks.

During the steel deformation, dynamic recrystallization processes change the matrix nature and influence the inclusions deformability. Hence, the relative resistance between the matrix and the inclusion is an important parameter to take into account. In addition, the inclusions

crystallographic nature as well as the orientation relationship between these inclusions and the matrix also determines their deformability degree.

This work has been focused on the study of microstructural and crystallographic evolution during rolling processes, with the aim of better understanding the mechanisms associated with superficial cracks appearance. In order to do that, all the phenomena that may occur during continuous casting, reheating at the furnace and first rolling passes have been considered. Torsion and compression techniques have been used to simulate rolling processes at the roughing stage. The tests have been performed at different strain conditions (strain, strain rate) and temperatures, and the damage appearance and evolution have been studied through interrupted tests.

The microstructural analysis has been carried out on the surface of the as-cast material directly obtained after continuous casting and after oxidation processes that simulate the furnace reheating conditions before rolling. The presence of oscillation marks, oxidation, cracks, aligned inclusions and other damages may facilitate the initiation of cracks or contribute to their propagation during roughing if they already exist. A detailed analysis of the manganese sulphide inclusions have been carried out at the material different areas, which has included their size distributions and deformability degree. It has been observed that the presence of inclusions agglomeration and alignment might affect negatively to the ductility, as they make easier the initiation and propagation of cracks. On the other hand, other factors such as their size, shape, volume fractions, chemical composition, plasticity and crystallographic nature have an influence on their deformability.

By interrupted tests the effect that the inclusions and their deformation have on nucleation, growth and cavities coalescence has been study.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

AGRADECIMIENTOS	i
RESUMEN	v
ABSTRACT	vii
INDICE DE CONTENIDOS	ix
1. INTRODUCCIÓN	15
1.1. Estructura de la tesis	15
1.2. Antecedentes y objetivos de la tesis	18
1.3. Antecedentes del proyecto PACROLP	22
1.4. Referencias Bibliográficas	27
2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA GENERAL	29
2.1. PROCESOS INDUSTRIALES PARA LA OBTENCIÓN DEL ACERO	29
2.1.1. Colada Continua	32
2.1.2. Laminación en caliente	35
2.1.3. Rutas empleadas en la producción de acero	37
2.2. RESISTENCIA Y DUCTILIDAD DE LOS ACEROS RESULFURADOS	40
2.2.1. Características generales de los aceros inoxidables	40
2.2.2. Características de los aceros resulfurados. Influencia de la presencia de inclusiones en la ductilidad del acero	44
2.2.3. Influencia de elementos de aleación en la maquinabilidad de los aceros	48
2.2.4. Comportamiento y papel de los sulfuros durante el conformado en caliente de los aceros	51

2.2.4.1. “Quemado del acero” (Hot shortness)	52
2.2.5. Formación de los sulfuros de manganeso durante la etapa de solidificación	54
2.2.6. Mecanismos de fractura dúctil	57
2.3. MECANISMOS DE ABLANDAMIENTO DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE	59
2.3.1. Restauración dinámica	62
2.3.2. Recristalización dinámica	64
2.3.2.1. Relación entre tensión, velocidad de deformación y temperatura	66
2.3.3. Evolución de la microestructura de materiales que recristalizan dinámicamente	68
2.3.3.1.1. Los procesos de nucleación	68
2.3.3.1.2. El proceso de crecimiento	70
2.4. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	72
3. MATERIAL Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES	79
3.1. MATERIAL	79
3.1.1. Composición Química	79
3.2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES	84
3.2.1. Ensayos de deformación en caliente	86
3.2.1.1. Ensayos monótonos de torsión	86
3.2.1.1.1. Características de los equipos de deformación	86
3.2.1.1.2. Tratamiento de los datos tras los ensayos de torsión	90
3.2.1.2. Ensayos de compresión	92
3.2.1.3. Condiciones de deformación en los ensayos	94
3.2.2. Preagrietamiento por fatiga y Tratamientos térmicos	95
3.2.2.1. Metodología para la generación de grietas por fatiga	95
3.2.2.2. Metodología para la realización de tratamientos térmicos	97
3.2.3. Técnicas de caracterización microestructural	100
3.2.3.1. Preparación Metalográfica	100
3.2.3.2. Sección de observación para la caracterización de probetas	102

3.2.3.3. Microscopía Óptica.....	105
3.2.3.4. Microscopía Electrónica de Barrido: SEM y FEG-SEM.....	107
3.2.3.5. Microscopía Electrónica de Transmisión: TEM.....	109
3.2.3.6. Microscopía de Haz de Iones Focalizado: FIB.....	110
3.2.3.7. Difracción de Electrones Retrodispersados: EBSD.....	112
3.2.3.7.1. Método de análisis.....	112
3.2.3.7.2. Análisis de datos mediante OIM™ Análisis 4.6.....	115
3.2.3.8. Análisis de Imagen: Esqueletización por Zona de Influencia (SKIZ).....	120
3.2.4. Ensayos de nanodureza-Microscopía de fuerza atómica.....	124
3.3 ANEXO: Conceptos básicos de cristalografía.....	126
3.4 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	131
4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO.....	133
4.1. INTRODUCCIÓN.....	133
4.2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	134
4.2.1. Estructura de Solidificación.....	134
4.2.2. Marcas de Oscilación.....	137
4.2.3. Influencia de la distribución de inclusiones en el crecimiento de grano de austenita.....	140
4.3. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES.....	142
4.3.1. Generación de grietas.....	142
4.3.2. Tratamientos de recalentamiento.....	143
4.4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	145
4.4.1. Caracterización as-cast de defectos en superficie y región sub-cutanea.....	145
4.4.1.1. Caracterización de la estructura de solidificación.....	145
4.4.1.2. Simulac. del preagrietamiento durante la colada.....	168
4.4.2. Evolución de la superficie durante condiciones de recalentamiento.....	171
4.4.2.1. Caracterización microestructural.....	171

4.4.2.1.1. Distribución de tamaño de grano	173
4.4.2.1.2. Evolución Microestructural de capa de óxido y redes	175
4.4.2.1.3. Quemado del acero y depleción de Mn	186
4.4.2.1.4. Influencia de la segregación de elementos residuales	189
4.4.2.2. Influencia del tratamiento térmico en las grietas previas de la colada continua	192
4.5. CONCLUSIONES	203
4.6. ANEXO	204
4.6.1. Mapas de composición de la superficie as-cast tras los tratamientos térmicos	206
4.6.2. Grietas de superficie antes y después de la oxidación	220
4.6.3. Mapas de composición de grietas tras los tratamientos térmicos	222
4.7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	226
5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS	229
5.1. REVISION BIBLIOGRÁFICA	229
5.1.1. Modificación de la propiedades mecánicas de las inclusiones de MnS debido a elementos de aleación	229
5.1.1.1. Influencia de los elementos de aleación en solución sólida	229
5.1.1.2. Influencia de los elementos adheridos a las MnS	235
5.1.2. Índice de plasticidad relativa de inclusiones deformadas mecánicamente	239
Deformación de inclusiones y su influencia en el daño presente en el material	244
5.2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES	249
5.2.1. Metodología para la realización de los ensayos mecánicos	249
5.2.2. Metodología para el análisis de la deformación de las inclusiones	252

5.2.3. Medición de nanodurezas.....	254
5.3. RESULTADOS Y DISCUSION.....	255
5.3.1. Parámetros macroscópicos as-cast y durante la deformación.....	255
5.3.1.1 Ductilidad en caliente (macroscópica).....	256
5.3.1.2. Influencia de la oxidación en la propagación del daño.....	263
5.3.2. Parámetros microscópicos durante la deformación: Influencia de la naturaleza de las inclusiones.....	265
5.3.2.1. Influencia de la composición química de las inclusiones.....	266
5.3.2.2. Propiedades mecánicas de las inclusiones.....	282
5.3.2.3. Influencia del tamaño de inclusión en las relaciones de plasticidad inclusión-matriz.....	287
5.3.2.4. Distribución geométrica de las inclusiones.....	303
5.3.2.5. Caracterización 3D de las inclusiones de MnS mediante FIB.....	326
5.4. CONCLUSIONES.....	332
5.5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	334
6. INFLUENCIA DE PARÁMETROS CRISTALOGRAFICOS DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS RESULFURADOS.....	341
6.1. INTRODUCCION.....	341
6.2. REVISION BIBLIOGRÁFICA.....	342
6.2.1. Cálculo de la densidad de dislocaciones durante la deformación en caliente.....	342
6.2.1.1. Cálculo de la densidad de dislocaciones a partir de la curva de fluencia del material.....	342
6.2.1.2. Cálculo de la densidad de dislocaciones a partir de parámetros cristalográficos.....	346
6.2.3. Interacción entre recristalización dinámica y distribución de inclusiones.....	348
6.3. MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES.....	349
6.3.1. Obtención de mapas EBSD.....	349
6.3.2. Metodología utilizada en el cálculo de dislocaciones.....	349
6.4. RESULTADOS Y DISCUSION.....	351

6.4.1.	Heterogeneidad en la distribución de deformaciones...	351
6.4.2.	Influencia cristalográfica en el daño presente en el material	363
6.4.3.	Presencia y Deformación de inclusiones durante la recristalización dinámica.....	365
6.4.4.	Relación de orientación entre inclusiones y matriz.....	368
6.4.5.	Influencia de la presencia de inclusiones en la densidad de dislocaciones.....	372
6.4.6.	Expansión Térmica de las MnS.....	384
6.4.7.	Naturaleza cristalográfica de las inclusiones de MnS...	386
6.4.7.1.	Influencia de la temperatura y de las condiciones as-cast en la estructura cristalográfica de las inclusiones.....	386
6.4.7.2.	Cristalografía de las inclusiones de MnS durante la deformación en caliente.....	393
6.4.7.2.1.	Reorientación cristalográfica de las inclusiones durante la deformación.....	393
6.4.7.2.2.	Relación de aspecto de inclusiones policristalinas.....	405
6.4.7.2.3.	Influencia de la temperatura posteriormente a la deformación: Recristalización de inclusiones.....	405
6.4.8.	Interacción entre parámetros cristalográficos a nivel global	407
6.5.	CONCLUSIONES.....	410
6.6.	ANEXO I.....	411
6.7.	ANEXO II.....	420
6.8.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	434
7.	INTERACCIÓN ENTRE EL PROCESO DE COLADA CONTINUA Y LA MICROESTRUCURA.....	439
8.	CONCLUSIONES GENERALES.....	449
	LINEAS DE TRABAJO FUTURO.....	453
	PUBLICACIONES.....	455

1

INTRODUCCIÓN

1.1. ESTRUCTURA DE LA TESIS

Hoy en día cualquier aspecto estudiado de la ciencia de materiales puede ser englobado en un aspecto dimensional del mismo (el esquema de las escalas junto con los parámetros más relevantes de estudio se presentan en la Figura 1 - 1. Comenzando por la gran escala, aquí pueden verse reflejados aspectos como los grandes procesos industriales de la producción de acero junto con los posteriores procesos de recalentamiento en horno previos a la laminación industrial, que permite llegar a la obtención de productos semielaborados. Dejando a un lado el proceso, la siguiente escala lleva al material propiamente dicho donde factores como pueden ser su composición, posible aparición de grietas y su evolución a lo largo de los procesos más globales, posibles segregaciones de elementos de aleación en la matriz del material, dejan al descubierto una escala que se podría denominar como meso-escala, de menor magnitud que la anterior escala mencionada.

Actualmente, estudios como pueden ser la influencia del tamaño de grano de los materiales en la evolución de las propiedades mecánicas, así como la multitud de ensayos mecánicos que se conocen para poder efectuar una caracterización exhaustiva de las mismas están a la orden del día y se podrían englobar en una escala macroscópica desde el punto de vista dimensional de estudio. En relación directa con ella se encuentra la escala microestructural que puede englobar factores a una escala menor que la de la matriz del material, como pueden ser la distinción de fases, efectos de la precipitación, etc.

Que decir tiene la importancia de la escala nanoestructural en la predicción y evolución de las propiedades de los materiales. Con las técnicas más novedosas y su evolución en la última década, es posible llegar hasta un nivel atómico de los materiales permitiendo además un estudio de la red cristalina así como los posibles defectos de red que puede tener el material a esta escala de estudio.

En toda esta estructura dimensional del estudio de los materiales, la presente tesis comienza con un capítulo general de revisión bibliográfica (Capítulo 2), que contendrá una visión bastante global de todas las escalas mencionadas que pueden ser estudiadas durante el conformado en caliente de los aceros resultados. En este capítulo se expondrán los distintos procesos de obtención del acero, así como la evolución de las propiedades de los aceros resultados en relación a la presencia de inclusiones. En el Capítulo 3 se resumirán los materiales y las técnicas experimentales que se han empleado para la caracterización mecánica y macro-microestructural de los mismos. A lo largo del Capítulo 4 se expondrán aspectos relacionados con el daño presente en la microestructura y cómo evolucionan los mismos a lo largo de diversos tratamientos térmicos, que podrían simular los procesos de recalentamiento en horno que se efectúan a nivel industrial previamente a las etapas de conformado en caliente. El Capítulo 5 se centra en los resultados referentes a los parámetros macro y microestructurales de este trabajo y se verá todo lo relacionado con la evolución de las propiedades mecánicas de los aceros estudiados así como todos los aspectos vinculados con las inclusiones de sulfuro de manganeso, su caracterización a nivel composicional, evolución con la deformación así como los parámetros más significativos de las mismas que interactúan directamente con la matriz del material. El Capítulo 6 abarcará la última escala presentada, la nanoestructural, centrándose en todos los aspectos cristalográficos que pueden tener influencia en los aceros resultados, objeto principal de estudio en el presente trabajo. Finalmente, el Capítulo 7 englobará los vínculos existentes entre los capítulos anteriores y el Capítulo 8 recogerá las conclusiones extraídas.

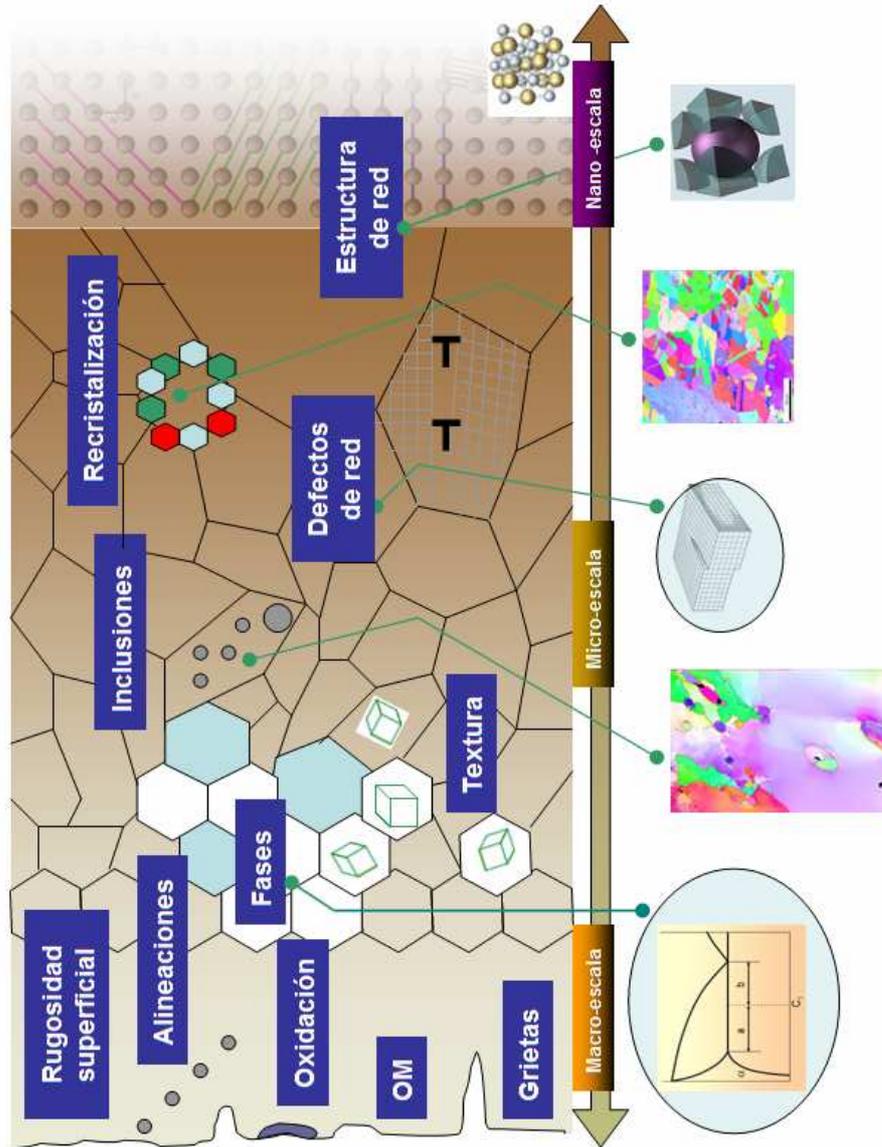


Figura 1 - 1. Diagramas de escalas de estudio del trabajo

1.2. **ANTECEDENTES Y OBJETIVOS DE LA TESIS**

La utilización de aceros de fácil mecanizado como lo son los aceros resulfurados constituye hoy en día un aspecto fundamental encaminado hacia la mejora de la maquinabilidad, ya que ello es uno de los principales objetivos en la fabricación de componentes en los que las operaciones de mecanizado tienen un fuerte peso en el coste total. Este efecto beneficioso en la maquinabilidad se obtiene a través de la formación de inclusiones, cuya forma, tamaño y distribución es de vital importancia, ya que su existencia facilita la rotura de la viruta durante las operaciones de mecanizado. Sin embargo, esta mejora en la maquinabilidad por la adición de azufre (acompañado también en menor medida por otros aleantes (Pb,Bi,Te,Ca, etc.) también viene acompañada por una reducción de otras propiedades.

Hoy en día uno de los mayores problemas de estos aceros es su baja ductilidad en caliente, atribuible tanto a la formación de sulfuros ricos en hierro o de manganeso como a la alta fracción en volumen de las inclusiones de MnS. En relación a la presencia de las mismas, uno de los aspectos más relevantes es la diferencia en el comportamiento mecánico y cristalográfico entre la matriz y la inclusión ya que por un lado, la resistencia relativa entre ambas determina la posibilidad de aparición de cavidades y por otro lado las relaciones de orientación matriz-inclusión influyen en el comportamiento durante la deformación de las inclusiones. En relación a la aparición de cavidades, éstas actúan como puntos de nucleación de grietas y ayudan a su propagación. Estas pequeñas grietas pueden aparecer en las operaciones de enderezado durante la colada continua. Posteriormente, en la laminación y sobre todo en las primeras pasadas pueden aparecer nuevas grietas o los defectos ya existentes pueden dar lugar a grietas más importantes. Para eliminar estas grietas se suelen realizar operaciones de reconformado y de acondicionamiento o saneado de la superficie, y en los casos más extremos se desecha el material como chatarra, con las consiguientes pérdidas económicas.

El camino hacia una mayor utilización de estos aceros con maquinabilidad mejorada implica aumentar y controlar la calidad superficial del producto de colada y laminado.

En todo este ámbito, existe un conocimiento profundo de los fenómenos de fractura frágil o dúctil en varios tipos de aceros entre los que se incluyen los aceros de fácil mecanizado, pero no es aplicable al proceso de laminación en caliente. El proyecto europeo PACROL P II, *The prediction and avoidance of cracking in long product hot rolling II* (RFCS-CT-2009-007) en el que se centra la presente tesis surge como continuación del proyecto PACROL P I (RFCS-CR-03002) [1], que surgió con el objeto de desarrollar un conocimiento físico más profundo de las causas y mecanismos de formación y crecimiento de grietas a altas temperaturas y relativamente altas velocidades de deformación. En este proyecto (PACROL P II) han participado diferentes empresas europeas: Sidenor I+D, CSM, TATA Steel UK LTD, ARMINES CEMEF y CEIT.

Los resultados del proyecto anterior sirvieron de base para el desarrollo de una serie de mapas de daño que permitieron establecer la relación entre la aparición de defectos o grietas y las diferentes condiciones de laminación en caliente. Se realizaron diferentes tipos de ensayos termomecánicos en laboratorio (tracción, torsión, compresión plana convencional y nuevos diseños, doblado, etc.) que simulan las condiciones que se dan durante la colada continua y la laminación. También se llevaron a cabo algunas modelizaciones por elementos finitos de los ensayos de laboratorio así como del proceso de laminación y paralelamente se realizaron algunas caracterizaciones de la microestructura y del daño. Se desarrollaron además algunas ecuaciones de daño y modelos constitutivos para incorporarlos en el modelado por elementos finitos de la laminación.

Frente al anterior, el presente proyecto introduce gran cantidad de aspectos innovadores que pueden resumirse de la siguiente manera:

- Determinación y contribución de la capa más superficial de palanquillas y palancones a la aparición de grietas, así como las diferentes microestructuras que lo promueven a lo largo de todo el proceso industrial.
- Cuantificación de la influencia de los bordes de grano y su estructura (columnares o equiaxiales), intercaras, defectos preexistentes, inclusiones así como el papel que juegan la deformación y las dislocaciones en la nucleación, crecimiento y coalescencia de grietas. Se ha tenido también en cuenta otro tipo de heterogeneidades locales como pueden ser la existencia de cambios composicionales (ausencia local de manganeso, segregaciones, fragilización, difusión del Cu), distribución de óxidos e inclusiones. Se ha realizado tomografía de Rayos-X, medidas de microdureza, incluyendo para ambos ensayos a alta temperatura, caracterización con FIB a escala 3D.
- Desarrollo y aplicación de ensayos mecánicos capaces de representar diferentes estados triaxiales de deformación así como la simulación ciclos térmicos y el efecto de bajas deformaciones.
- Determinación de la sensibilidad de los factores microestructurales desde la salida de la colada continua y forma de minimización de la misma para mejorar el rendimiento. Desarrollo combinado de simulaciones, ensayos mecánicos y técnicas de caracterización.

- Desarrollo y aplicación de algoritmos que sean capaces de predecir, evaluar y definir las condiciones industriales que minimicen la aparición de defectos en los productos finales que pueden nuclear a lo largo de todo el proceso desde la producción del acero hasta su laminación. En consecuencia el modelado se centra principalmente en heterogeneidades micro y macroestructurales y no en las características estructurales generales de la matriz del material.
- Generación de aspectos estandarizados aplicables directamente a la industria para la minimización de defectos y heterogeneidades locales durante la producción de productos largos.

Una vez identificados los mecanismos y parámetros implicados en la laminación que favorecen la formación de grietas, se evitará la aplicación de dichas condiciones en industria, reduciendo así los costes asociados al reconformado o saneado de la superficie.

Para lograr estos objetivos el trabajo se ha distribuido entre los diferentes participante del proyecto. La tarea del CEIT, en la que se enmarca esta tesis, se ha centrado en el estudio y análisis de las diferentes interacciones que pueden tener lugar entre la microestructura y daño (nucleación, coalescencia y propagación de cavidades) a lo largo de las diferentes etapas de la producción de los aceros resulfurados. Dada la naturaleza del proceso y de acuerdo con las pautas definidas en el proyecto europeo, el estudio se ha centrado fundamentalmente en aspectos microestructurales locales, realizando un especial énfasis en la presencia de posibles heterogeneidades que pudieran incidir en la aparición y propagación de defectos.

1.3. ANTECEDENTES DEL PROYECTO PACROLP

Como se ha comentado, la presente tesis se enmarca dentro de un proyecto europeo que es continuación del proyecto PACROLP I [1]. Uno de los puntos más relevantes de este proyecto, en los cuales se enmarcaron trabajos anteriores [2], se centró en la determinación y cuantificación del modo en que la nucleación de cavidades está asociada a la presencia de inclusiones. Se determinó el modo en que el tamaño de las inclusiones y la deformación aplicada afecta a la formación y crecimiento de cavidades. En la Tabla 1- 1 y Tabla 1- 2 los valores de las deformaciones empleadas en los ensayos de torsión hasta rotura, así como un resumen de los parámetros microestructurales asociados a las inclusiones.

Tabla 1- 1. Tabla de resumen de ensayos de torsión interrumpidos antes de rotura a $T=1150^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=1\text{s}^{-1}$

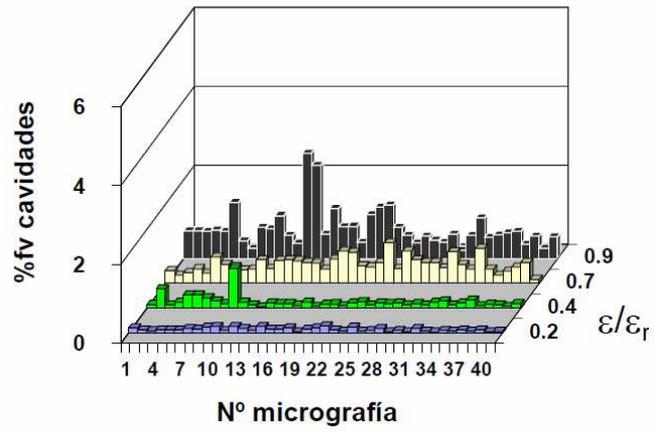
<i>Acero</i>	Deformación										
	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
<i>S-1</i>		x	x	x		x					ϵ_r
<i>S-2</i>			ϵ_r	x		$x\epsilon_r$	x				
<i>SPb-1 ext.</i>		x		x		x			x	ϵ_r	
<i>SPb-1 int.</i>	x		x	x	ϵ_r						
<i>SPb-2</i>			x	x			x	ϵ_r			
<i>SPbBiTe ext.</i>		x	x	x		x	ϵ_r				
<i>SPbBiTe int.</i>		x	ϵ_r	ϵ_r	ϵ_r						

Tabla 1- 2.Resumen de parámetros microestructurales

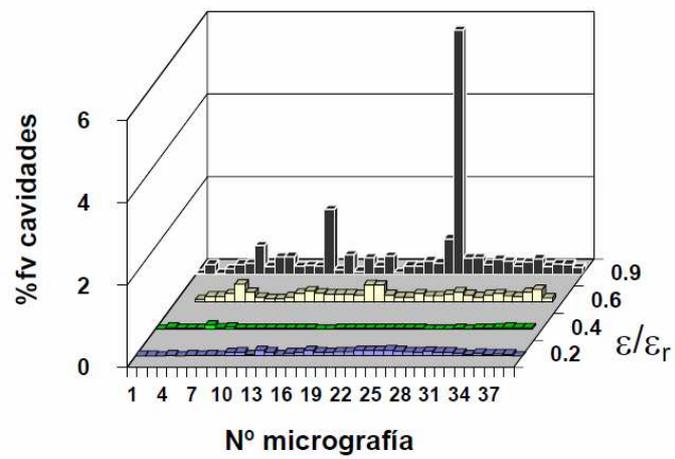
<i>Acero</i>	Tamaño medio $d_{\text{equivalente}}$ (μm)	Zona de Influencia $d_{\text{eq.}}$ (μm)	Área Local (%)	Menor Distancia entre inclusiones vecinas (μm)	Distancia media entre inclusiones vecinas (μm)
S-1	3,7 \pm 0,1	31,6 \pm 0,6	2,1 \pm 0,1	15,6 \pm 0,4	33,4 \pm 0,5
S-2	2,4 \pm 0,1	18,0 \pm 0,4	2,6 \pm 0,2	9,0 \pm 0,3	19,0 \pm 0,4
SPb-1 ext.	4,2 \pm 0,1	35,0 \pm 0,7	2,2 \pm 0,2	17,6 \pm 0,5	36,3 \pm 0,6
SPb-1 int.	8,8 \pm 0,3	73,6 \pm 1,6	2,6 \pm 0,3	33,8 \pm 1,2	80,0 \pm 1,6
SPb-2	1,8 \pm 0,1	15,5 \pm 0,3	2,0 \pm 0,1	7,6 \pm 0,2	16,4 \pm 0,3
SPbBiTe-ext.	4,2 \pm 0,1	33,0 \pm 0,5	2,2 \pm 0,1	17,6 \pm 0,4	32,6 \pm 0,5
SPbBiTe int.	8,6 \pm 0,3	61,3 \pm 1,3	3,1 \pm 0,2	32,2 \pm 0,9	64,0 \pm 1,3

La evolución del daño, en fracción volumétrica de cavidades en función de la deformación normalizada $\varepsilon/\varepsilon_r$ (relación entre la deformación aplicada y la deformación a rotura del material) se presenta en la Figura 1 - 2. En general hasta $\varepsilon/\varepsilon_r = 0.9$ la %fv de cavidades es baja en todos los aceros menos en el S-1. Si se comparan los aceros SPb-1 y SPbBiTe, la fracción en volumen de cavidades es mayor cuanto mayor es el tamaño de inclusión (exceptuando alguna zona local a niveles de rotura), es decir, en el interior. Los aceros con inclusiones como el S2 apenas presentan cavidades, sólo a deformaciones cercanas a rotura hay una fracción en volumen apreciable.

Acero S1

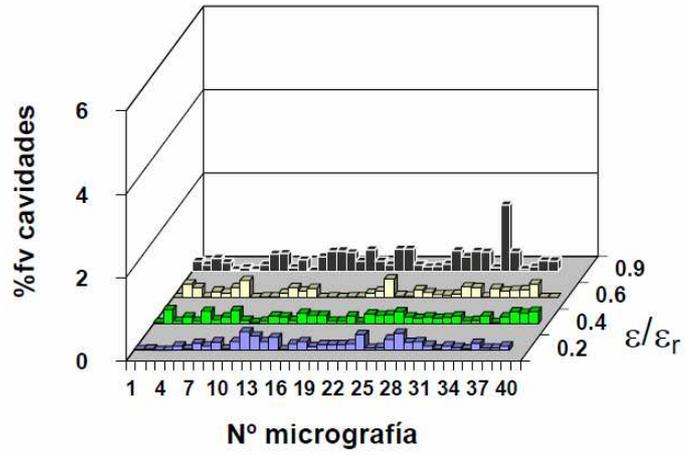


**Acero
SPb-1 ext**

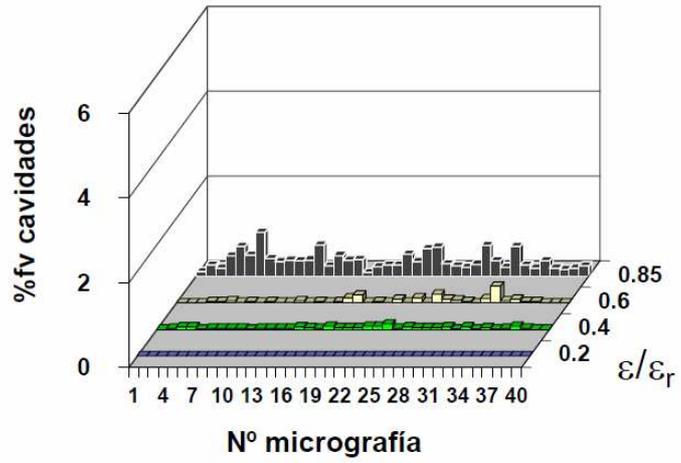


Continúa en la siguiente página

**Acero
SPb-1 int**



**Acero
SPbBi ext**



Continúa en la siguiente página

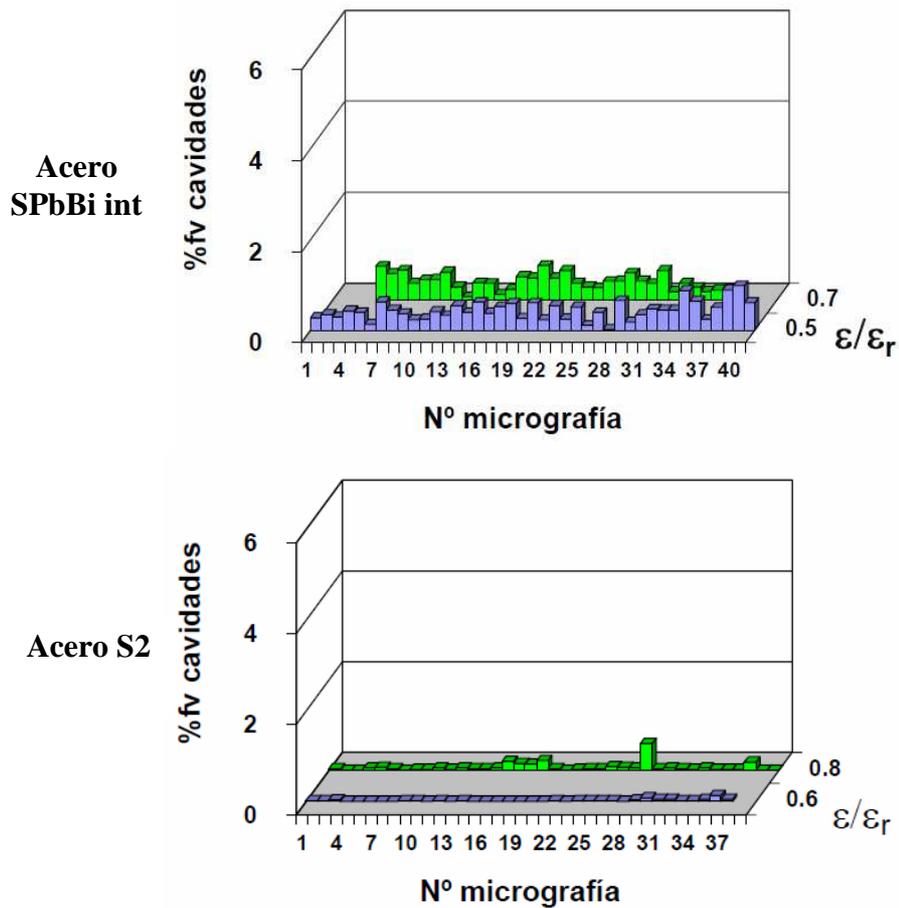


Figura 1 - 2. Evolución de fracción en volumen de cavidades a deformaciones crecientes

Las micrografías de la Figura 1 - 3 muestran un ejemplo de la evolución de la microestructura y la respectiva nucleación de cavidades con la deformación para el acero S1. Se observa como a bajos niveles de deformación el daño aparece repartido homogéneamente y se corresponde con la nucleación de las primeras cavidades. A medida que se incrementa la deformación aparecen nuevas cavidades y las nucleadas anteriormente aumentan de tamaño. Finalmente, a deformaciones cercanas a la deformación a rotura (ϵ_r) la cantidad de

daño es mayor y es evidente la acumulación de daño en algunas regiones específicas de la muestra (daño localizado).

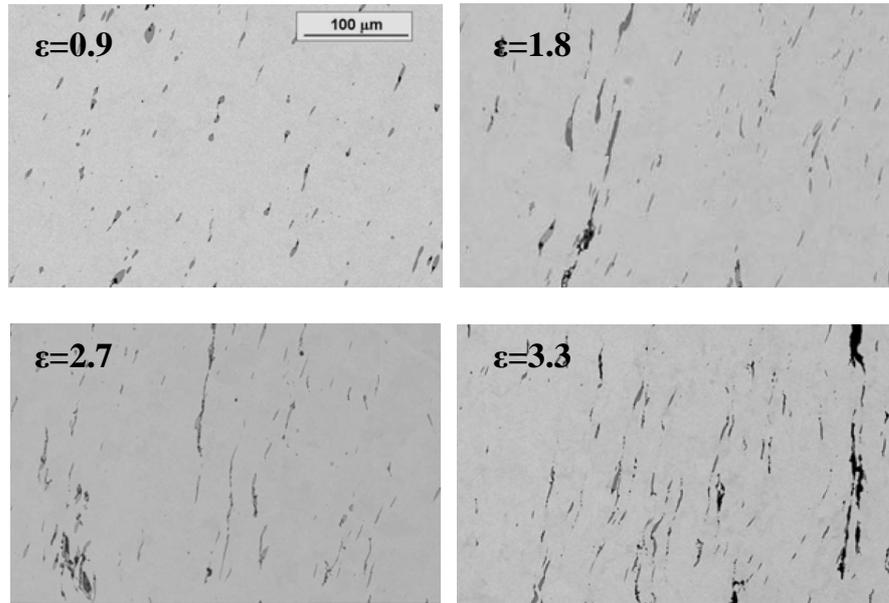


Figura 1 - 3. Evolución de la microestructura a deformaciones crecientes, mostrando ejemplos de nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades en el acero S-1

1.4. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] D.C.J. Farrugia, I. Baillie, V. Santiensteban, J.M. Llanos, J.H. Bianchi, P. Vescovo, J.O. Pera, C. Revilla, J.M. Rodriguez-Ibabe, Fredriksson J., B.G. Demurger, R. Forestier, R. Stoquert, The prediction and avoidance of cracking in long product hot rolling, Technical steel research, Physical metallurgy of rolling and finishing, European Comission, Bruselas. (2007).

[2] M.C. Tesis Revilla Gómez, Influencia de los Parámetros Microestructurales en la Evolución del Daño durante el Conformado en Caliente de Aceros Resulfurados, Universidad de Navarra. San Sebastian (2008).

2

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA GENERAL

2.1. PROCESOS INDUSTRIALES PARA LA OBTENCIÓN DE ACERO

En la actualidad, el proceso de colada continua para la obtención de acero constituye un 90% de la producción mundial de acero obtenido mediante este proceso. Con posterioridad a la colada continua, el acero puede seguir diferentes rutas de procesado, como son la ruta convencional, la laminación directa o la laminación de carga en caliente.

El más conveniente desde un punto de vista de ahorro energético es el de la laminación directa en caliente (Figura 2 - 1), ya que es el único que aprovecha el calor proveniente de la colada continua y sólo es necesario un precalentamiento para homogenizar la temperatura. El proceso de colada continua se puede aplicar tanto a la producción de palanquillas como planchones, diferenciados básicamente por la geometría del producto obtenido (Figura 2 - 2).

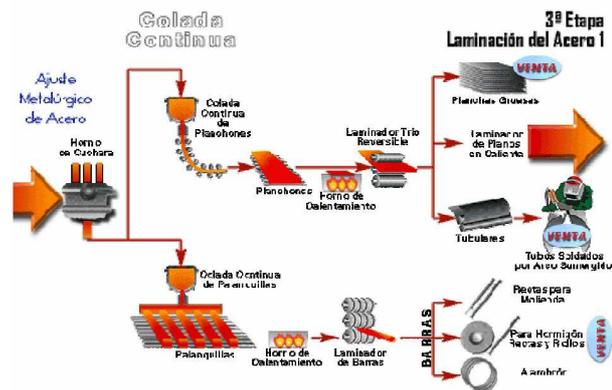


Figura 2 - 1. Esquema de la laminación directa en caliente de planchones o palanquillas

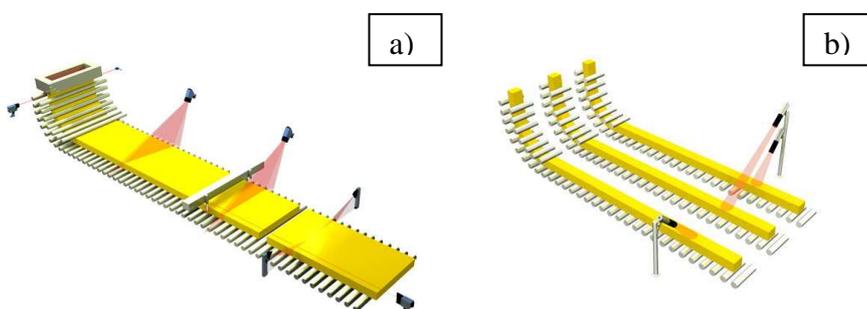


Figura 2 - 2. Esquema de la colada continua de a) Planchones y b) Palanquillas

En todas las rutas de procesado (que se muestran de forma esquemática en la Figura 2 - 3) se parte del acero en estado líquido en una cuchara, en la que se lleva a cabo el afino del mismo (desgasificación, desoxidación, desulfuración, homogenización, ajuste de la composición, etc.). Para su transformación en productos útiles es preciso solidificarlo, para lo que existen tres posibles procesos (en los que se encuentra incluido la colada continua, que es el que aquí se pretende estudiar): el moldeo, la colada en lingotera y la colada continua.

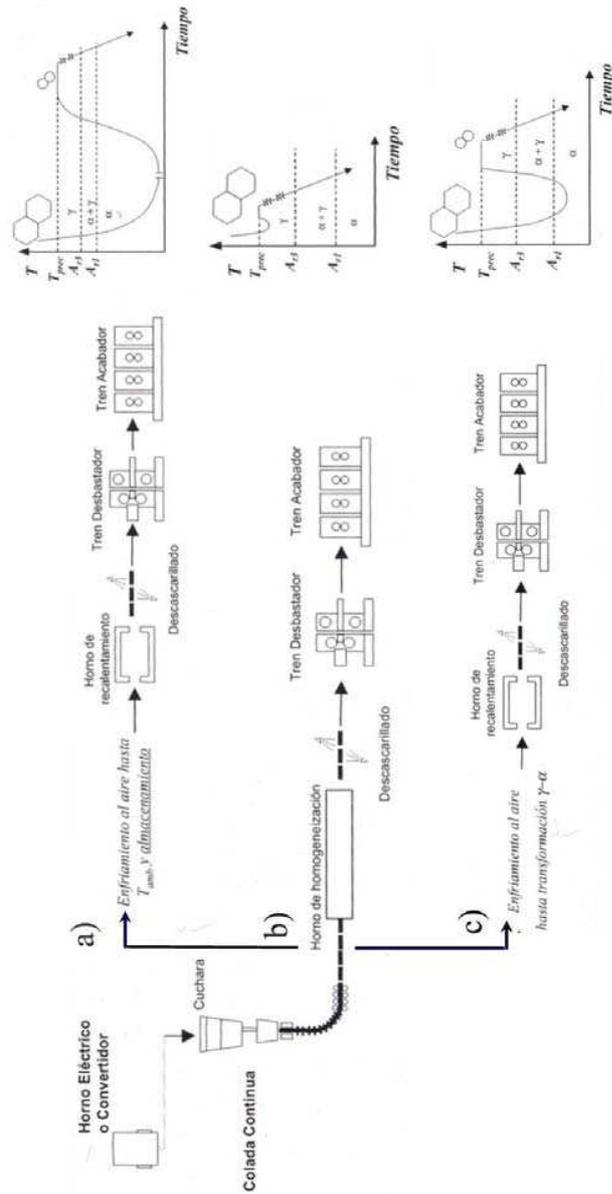


Figura 2 - 3. Rutas de procesamiento industrial del acero: a) Ruta convencional, b) Colada continua y laminación directa en caliente y c) Colada continua y laminación de carga en caliente

2.1.1. Colada Continua

El proceso de colada continua (mostrado esquemáticamente en la Figura 2 - 4) consiste en colocar un molde de cobre con la forma que se desea obtener debajo de un crisol, en el que una válvula o una artesa puede ir dosificando el material fundido al molde (esta operación generalmente se realiza a través de una artesa). Antes de empezar el siguiente paso se ha de llenar por completo el crisol para conseguir la continuidad del proceso. Por gravedad el material fundido pasa por el molde que está enfriado por un sistema de agua. Al pasar el material fundido por el molde frío se convierte en pastoso y adquiere la forma del mismo. Posteriormente el material es direccionado por una serie de rodillos que al mismo tiempo lo arrastran hacia la parte exterior del sistema. En definitiva, la capa externa del acero solidifica en contacto con el molde refrigerado (*refrigeración primaria*), y alcanza un espesor que permite soportar las presiones del líquido interior a la salida de éste en tanto que después, fuera del molde, el acero es guiado por rodillos y sigue siendo enfriado mediante agua (*refrigeración secundaria*), hasta conseguir un producto sólido. Para reducir la altura necesaria de las instalaciones donde llevar a cabo la colada continua, el acero se curva durante la refrigeración secundaria o una vez ésta ha finalizado y el acero ha solidificado, y posteriormente se endereza y se corta a la longitud idónea para llevar a cabo satisfactoriamente las siguientes etapas hasta llegar al producto final. Mediante este proceso se obtienen productos semielaborados, que según sus dimensiones pueden ser planchón (sección rectangular con una relación de aspecto superior a 2 y con dimensiones 60-150 y 5-23cm), tocho o palancón (sección cuadrada mayor de 15x15 cm o rectangular con una relación de aspecto inferior a 2 y dimensiones máximas de 80x40 cm) o palanquilla (sección cuadrada de 5x5 cm a 15x15 cm).

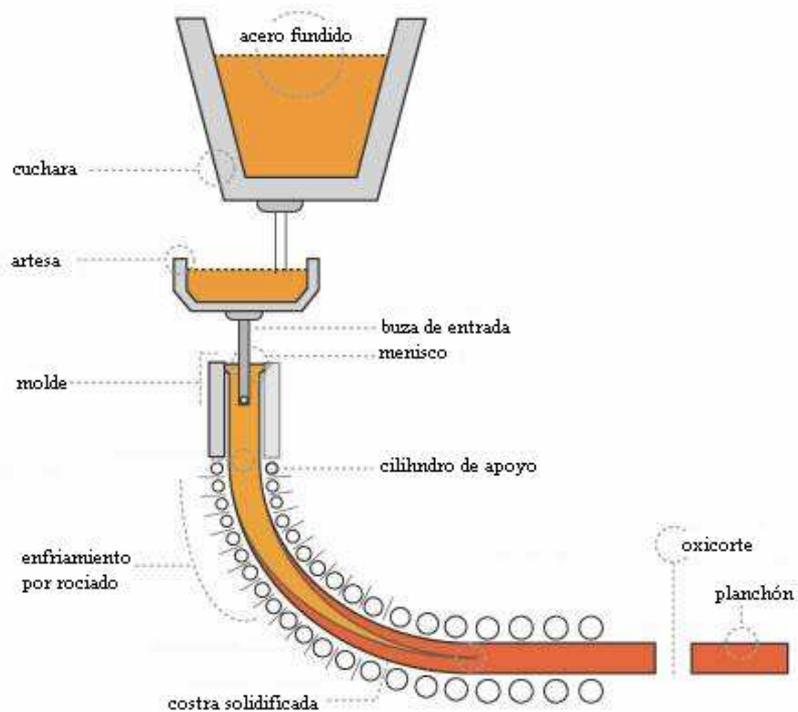


Figura 2 - 4. Esquema del proceso de colada continua [1]

La etapa de enderezado constituye una parte crítica dentro del proceso de colada continua, ya que la superficie del producto está sometida a deformaciones de 1-2%, y debido a esta deformación por enderezado, se pueden generar grietas internas, grietas superficiales transversales y grietas en los bordes y similares, lo que provoca el rechazo de cantidades importantes de acero después de ser colado.

Las grietas que aparecen en la superficie de los productos semielaborados son las más perjudiciales, porque al quedar expuestas al exterior se oxidan y no es posible eliminarlas (soldarlas) en las posteriores etapas de elaboración del producto final, como sucede con las grietas internas. Así pues, los productos semielaborados que presentan agrietamiento superficial son rechazados y vuelven a entrar en el ciclo de producción del acero como chatarra. Esto supone grandes pérdidas económicas y resta competitividad al producto. Como consecuencia de ello, en calidades con gran exigencia se recurre a esmerilar la palanquilla antes de introducirla en el horno de recalentamiento.

Por otro lado, las nuevas tecnologías que se están introduciendo a nivel industrial (laminación directa a la salida de la colada continua etc.), en las que no hay posibilidad de supervisar los productos, requieren la certeza de que bajo las condiciones de procesamiento no aparezcan grietas superficiales.

Dado el interés que tiene llegar a minimizar la incidencia del agrietamiento superficial durante la colada continua, se han dedicado muchos esfuerzos por intentar conocer el origen de los diferentes tipos de grietas para evitar su aparición. Tanto la composición química del acero como los parámetros operacionales pueden influir en la incidencia del agrietamiento transversal [2]. Un posible origen de estas grietas pueden ser las marcas de oscilación que se producen debido al movimiento oscilatorio del molde, ya que dependiendo de su profundidad e inclinación dichas marcas pueden actuar como concentradores de tensiones durante el [3,4]. Sin embargo, se sabe que las marcas de oscilación por sí solas no son capaces de formar grietas. Por otro lado, aumentando la frecuencia de oscilación del molde se mejora la calidad superficial del producto. En otras ocasiones, las grietas están asociadas a la baja ductilidad que presentan determinadas composiciones de acero para temperaturas y velocidades de deformación en el intervalo de las que se dan durante el enderezado.

2.1.2. Laminación en caliente

Los semiproductos o desbastes obtenidos normalmente en la colada continua del acero no son susceptibles de empleo comercial y requieren de un proceso de conformación y mejora de sus características: la laminación en caliente. Un esquema simplificado de este proceso se puede observar en la Figura 2 - 5. La laminación en caliente aplicada a desbastes adecuados, sirve para la fabricación de productos largos o bien para la obtención de productos planos, en ambos casos laminados en caliente. De la producción total del acero, más de 90% se transforma por laminación en productos acabados.

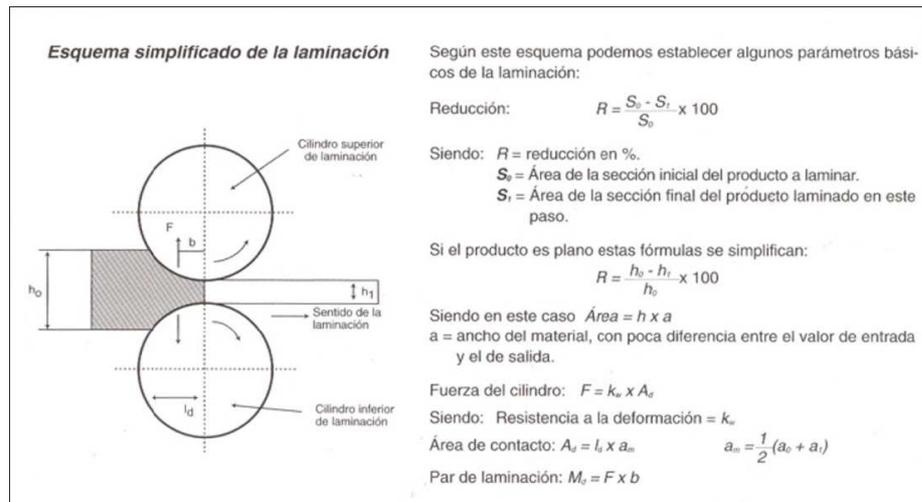


Figura 2 - 5. Esquema simplificado del proceso de laminación

La laminación consiste en hacer pasar el material (acero solidificado) entre dos rodillos o cilindros que giran a la misma velocidad pero en sentido contrario. De esta manera se reduce la sección transversal y se aumenta su longitud.

En el proceso de laminado en caliente, el lingote colado se calienta al rojo vivo en un horno denominado foso de termodifusión, donde las palanquillas o tochos, se elevan a una temperatura entre los 900°C y los 1.200°C. Éstas se calientan para proporcionar ductilidad y maleabilidad para que sea más fácil la reducción de área a la cual van a ser sometidas.

Durante el proceso de calentamiento de las palanquillas se debe tener en cuenta:

- Una temperatura alta de calentamiento del acero puede originar un crecimiento excesivo de los granos y un defecto llamado “quemado” del acero que origina grietas que no son eliminables.
- Una temperatura baja de calentamiento origina la disminución de la plasticidad del acero, eleva la resistencia de deformación y puede originar grietas durante la laminación.

Por tanto la temperatura óptima de trabajo no es un solo valor, sino que varía en un cierto rango de temperaturas entre un límite superior y un límite inferior.

A continuación del proceso de calentamiento se hace pasar los lingotes entre una serie de rodillos metálicos colocados en pares que lo aplastan hasta darle la forma y el tamaño deseados. La distancia entre los rodillos va disminuyendo a medida que se reduce el espesor del acero. El primer par de rodillos por el que pasa el lingote se conoce como tren de desbaste o de eliminación de asperezas. Después del tren de desbaste, el acero pasa a trenes de laminado en bruto y a los trenes de acabado que lo reducen a láminas con la sección transversal correcta.

Como se ha comentado, el principal factor que se debe controlar en el proceso de laminado en caliente, es la temperatura a la cual se está calentando el acero. Si el calentamiento es insuficiente el metal será más difícil de trabajar debido a que posee una menor ductilidad y maleabilidad propiedades que se le confieren al calentarlos a una temperatura adecuada.

2.1.3. Rutas empleadas en la producción de acero

Durante el proceso de producción del acero, pueden utilizarse dos tipos de hornos en función de la ruta que se siga para la obtención de la colada:

- El convertidor básico de oxígeno (BOF o BOS, *Basic Oxygen Furnace/Steelmaking*)
- El horno de arco eléctrico (EAF, *Electric Arc Furnace*)

El proceso del convertidor básico de oxígeno básicamente funde hierro rico en carbono que se transforma en acero; su proceso se distingue por los siguientes pasos:

- El arrabio procedente del horno alto es vertido en un contenedor grande para realizarle un pre-tratamiento llamado convertidor BOF.
- Este tratamiento consiste en tratar al metal para reducir la carga de azufre, silicio y fósforo. La cantidad de impurezas que se quita del metal determina la calidad final del acero fabricado.
- El proceso BOS se distingue por hacer uso de una cantidad no muy alta de chatarra para fabricar acero nuevo, así que es necesario balancear la carga del acero nuevo con hierro viejo. Se utiliza un 20-25% de chatarra. El resto es arrabio del horno alto.
- Una vez en el contenedor, se le inyecta oxígeno 99% puro dentro del metal líquido, se quema el carbono disolviéndose en el acero para formar monóxido de carbono y dióxido de carbono, causando que la temperatura suba cerca de los 1700°C.
- Posteriormente, se mezcla cal viva o dolomita para formar un tipo de escoria que absorbe las impurezas en el proceso de fabricación del acero.

En el del proceso de Horno de Arco Eléctrico básicamente se hace uso de la electricidad para fabricar acero a partir de casi el 100% de chatarra para fabricar acero nuevo. El proceso consiste en los siguientes pasos:

- Los residuos de metal son colocados en un contenedor el cual se compone por residuos de chatarra de autos, línea blanca y con hierro fundido para mantener el equilibrio químico.
- Una vez cargado el horno con la chatarra de metal se colocan unos electrodos que serán alimentados de electricidad por el horno de arco que permitirán fundir el metal empezando por la parte superior. Para esta primera parte de la operación se seleccionan voltajes bajos para proteger el techo y las paredes del calor excesivo y daño de los arcos eléctricos. Una vez que los electrodos han llegado a la base del horno y los arcos están protegidos por la chatarra de metal, el voltaje se puede aumentar. Ésto permite que se funda más rápido el metal.
- Una parte importante de la producción de acero es la formación de escoria, que flota en la superficie del acero fundido. Esta escoria por lo general consiste en óxidos, y ayudan a eliminar las impurezas del metal.
- Una vez hecho este primer proceso de fundición puede volverse a cargar el horno y fundirse, después de este proceso se puede revisar y corregir la composición química del acero. Con la formación de escoria se pueden eliminar las impurezas de silicio, azufre, fósforo, aluminio, magnesio y calcio. La eliminación de carbono tiene lugar después de que estos elementos se hayan quemado, ya que tienen mayor afinidad al oxígeno. Los metales que tiene una afinidad más pobre con oxígeno que con el hierro, tales como el níquel y cobre, no se pueden quitar a través de la oxidación y deben ser controlados a través del tratamiento químico solo de la chatarra.

- Una vez que la temperatura y la composición química son correctas, el acero se extrae en una cuchara pre-calentada a través de la inclinación del horno. Para algunos tipos de aceros especiales, incluyendo el acero inoxidable, la escoria se vierte en el contenedor para ser tratado en el horno con objeto de recuperar los valiosos elementos de aleación.

Tanto en la ruta BOS como en la de horno eléctrico EAF, el ajuste fino de la composición química del acero, antes de llevarlo a la colada continua, se realiza en una etapa conocida como “metalurgia secundaria” o “afino en cuchara”. Dependiendo de la calidad de acero requerida, tanto la extensión en el tiempo como la complejidad del afino secundario pueden variar a una forma notable (incluyendo etapas tales como la desgasificación en vacío).

2.2. RESISTENCIA Y DUCTILIDAD DE LOS ACEROS RESULFURADOS

2.2.1. Características generales de los aceros inoxidables

Dada la especial atención que tendrá uno de los aceros inoxidables en la presente tesis, más concretamente a largo del capítulo 6, se presenta a continuación una serie de aspectos generales sobre este tipo de aceros así como una clasificación de los mismos según su estructura.

La base de los aceros inoxidables es el sistema binario Fe-Cr, Figura 2 - 6. El contenido mínimo de Cr necesario para obtener un acero inoxidable es de un 12%. Adiciones superiores de Cr, así como de otros elementos de aleación como Ni y en ocasiones Mo, Cu, Si, etc., son necesarias para obtener aceros resistentes a medios acuosos cada vez más agresivos y en condiciones de funcionamiento más severas. Los aceros inoxidables son ampliamente utilizados por su resistencia a la corrosión, a la oxidación y su buena apariencia derivada de su contenido en Cr. La adición de estos elementos modifica este diagrama de la siguiente forma: los elementos alfégenos tales como el Cr, Si, Mo, Nb, aumentan el dominio de existencia de la ferrita, mientras que los elementos gammágenos tales como el Ni, Cu y N, contribuyen a reducir el dominio de la ferrita y estabilizan la austenita.

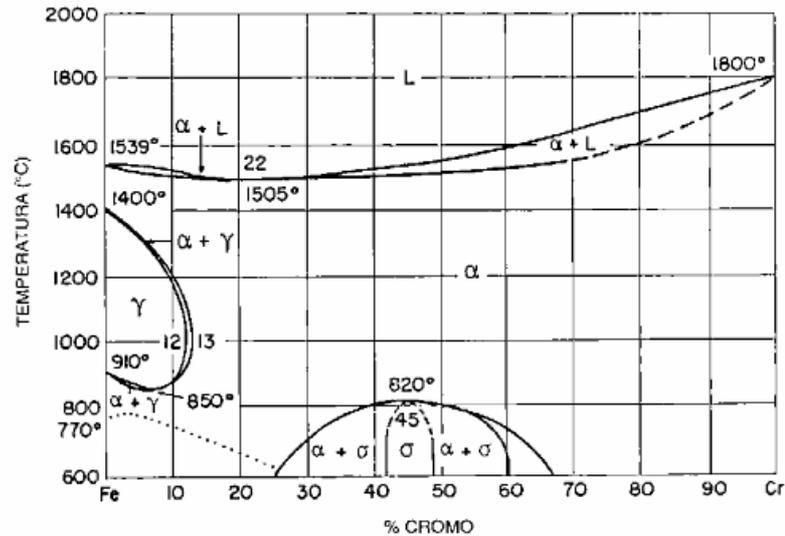


Figura 2 - 6. Diagrama de fases de la aleación Fe-Cr (% peso) [5]

Los aceros se clasifican según su estructura en las siguientes familias [6]:

- *Aceros inoxidables ferríticos:* Estos aceros están formados por una microestructura de ferrita que presenta una estructura cristalográfica BCC con un contenido en Cr que varía desde un 14.5% a un 27%. Debido a su alto contenido en Cr, presentan una buena resistencia a la corrosión y a la oxidación, son utilizados también en aplicaciones a elevadas temperaturas y presentan un coste más bajo que los aceros austeníticos. Son más resistentes a la corrosión que los martensíticos, pero generalmente menos que los aceros inoxidables austeníticos.
- *Aceros martensíticos:* Se desarrollan con el fin de obtener un grupo de aceros inoxidables resistentes a la corrosión y capaces de endurecer por tratamiento térmico. Difieren de los ferríticos

en su más alto contenido en C. Este tipo de aceros se obtiene mediante temple a partir de austenita, y además, la presencia de C y N favorece su formación. Presentan una resistencia a la corrosión inferior que los aceros ferríticos y austeníticos. Se utilizan, por tanto, en medios poco agresivos.

- *Aceros austeníticos*: Se necesita una adición mínima de un 8% de Ni, para obtener una estructura austenítica estable a temperatura ambiente. Su estructura cristalina es cúbica centrada en las caras (FCC). Para estabilizarla se suele añadir Mn y N. Al aumentar el contenido en Ni en el acero, se mejora la resistencia en ambientes ácidos oxidantes débiles y en soluciones neutras de cloruros. Las adiciones de Mo en los aceros incrementan su resistencia a la corrosión localizada (pitting) en medios con cloruros.
- *Aceros inoxidables austeno-ferríticos (duplex)*: Estos aceros presentan un menor contenido en elementos aleantes que los aceros precedentes puesto que son más pobres en Ni. Consisten en granos de ferrita en una matriz austenítica o viceversa. Presentan un límite elástico incluso 2 veces superior que el de los aceros austeníticos. Si el tamaño de grano es lo suficientemente fino pueden ser materiales superplásticos. Una de las desventajas que presentan es que son susceptibles a la fragilización por formación de fases intermetálicas y que presentan dificultades importantes en el proceso de conformado en caliente.

De todos los aceros presentados, mención especial merecen los aceros inoxidable austeníticos en los que se refiere a las investigaciones que pretenden estudiar el comportamiento de los materiales a alta temperatura ya que por el hecho de ser austeníticos, los estudios realizados a temperatura ambiente suponen una correlación directa con el comportamiento del material a alta temperatura. El comportamiento austenítico de estos aceros es debido a que como se muestra en la Figura 2 - 7, contenidos crecientes de Ni provocan una expansión del campo de la austenita disminuyendo hasta casi un 100% el campo ferrítico. Se puede observar del diagrama que a temperatura ambiente sólo se encuentra austenita y carburos, de hierro y de cromo, dependiendo de la cantidad de carbono de la aleación.

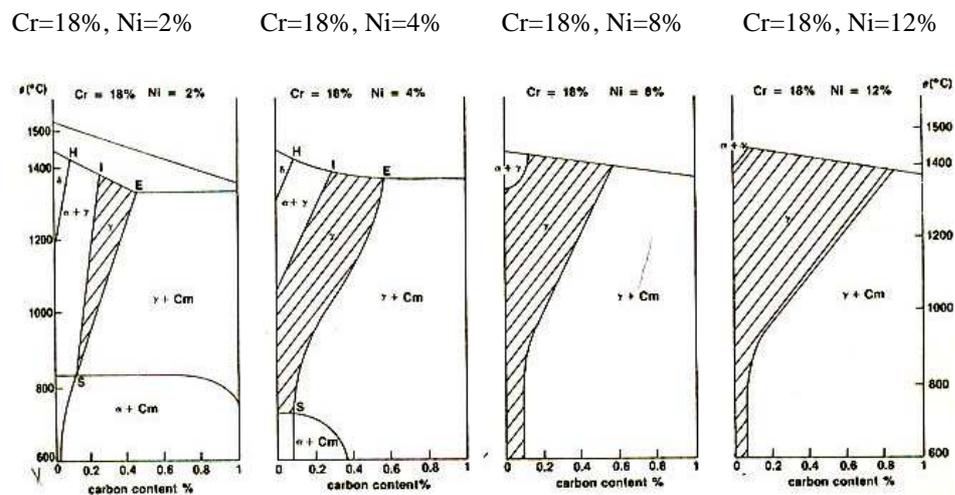


Figura 2 - 7. Influencia del Níquel en la fase gamma de un acero con 18% Cr [7]

2.2.2. Características de los aceros resulfurados. Influencia de la presencia de inclusiones en la ductilidad del acero

En los últimos tiempos ha habido una enorme evolución en lo que se refiere al desarrollo de la máquina herramienta, con maquinarias nuevas que llevan a cabo las distintas operaciones de un modo rápido, automático y eficaz. Ello es totalmente necesario para satisfacer las demandas de la industria, donde se necesita que la productividad sea alta. Se están desarrollando herramientas de corte con altas resistencias al desgaste, además de aceites con propiedades de lubricación cada vez mejores, pero la demanda de materiales con una maquinabilidad alta continúa siendo necesaria. Es por esta razón que la industria del acero tiene que estar plenamente activa en el desarrollo de aceros que proporcionen cada vez mejores propiedades y que faciliten además las operaciones de corte.

El término maquinabilidad se usa para indicar la facilidad o dificultad con que un material puede ser mecanizado hacia el tamaño, forma y acabado superficial requeridos. Al mecanizar se intenta producir al menor coste posible una pieza con un nivel de tolerancias adecuado y un buen acabado superficial.

Para medir la maquinabilidad de un material no existe un método estándar o universalmente aceptado. Los métodos que se utilizan para evaluar la maquinabilidad se basan en los resultados de ensayos de velocidad de corte o de desgaste de la herramienta y en medidas de fuerzas de fricción o de energía consumida en diferentes operaciones de mecanizado [8].

La maquinabilidad es función del tipo de mecanizado, así como de la dureza, microestructura y homogeneidad del material. Esta propiedad disminuye al aumentar la dureza de la fase más dura. Así por ejemplo, las microestructuras ferrito-perlíticas presentan una mejor maquinabilidad que otras microestructuras mixtas en la que este presente la bainita [9].

La forma más efectiva de mejorar la maquinabilidad de los aceros es mediante la adición de elementos de aleación (S, Pb, Bi, Se, Te, Ca) que favorezcan las operaciones de corte, ya que conducen a la formación de inclusiones, que tienen un efecto beneficioso en la maquinabilidad de los aceros.

En este sentido, el azufre es uno de los elementos más utilizados en la mejora de la maquinabilidad de los aceros. Es un elemento barato y con pequeñas cantidades se mejora sustancialmente la maquinabilidad [10]. Los contenidos normales de azufre en los conocidos como “aceros resulfurados” varían entre 0.15 y 0.25% en peso, aunque el azufre puede ser añadido hasta alcanzarse cantidades próximas a un 0.40%.

El efecto beneficioso en la maquinabilidad se produce a través de la formación de **inclusiones de sulfuro de manganeso (MnS)**. En el mecanizado, las inclusiones de MnS juegan un doble papel en la mejora de la maquinabilidad [10,11]. Por un lado, actúan incrementando las tensiones en el plano de cortadura de la viruta, con lo que facilitan el inicio de grietas que conducen a la rotura de la viruta. De este modo, se forman pequeñas virutas rizadas y se evitan las virutas largas que se adhieren a la herramienta y provocan su embotamiento. Por otro lado, las inclusiones de MnS se depositan sobre la interfase metal-herramienta y forman una capa que reduce la fricción en la misma.

La mejora en la maquinabilidad debida a la adición de azufre es función de la fracción volumétrica, la forma, el tamaño y la distribución espacial de las inclusiones, siendo los sulfuros grandes, esféricos y distribuidos homogéneamente los que presentan mejor maquinabilidad [12,13]. Además de estos parámetros, hay otros aspectos que pueden afectar a la maquinabilidad como puede ser la composición química o los factores de forma de las inclusiones [12].

Resultados de otros investigadores también indican que el efecto de aumentar la tensión que provocan las inclusiones puede ser incluso más importante que su propia deformabilidad [14,15].

El mayor problema que presentan estos aceros resultados es su baja ductilidad en caliente que ha sido atribuida tanto a la posible presencia de FeS o sulfuros ricos en hierro, del tipo (Fe,Mn)S [16], así como a la alta fracción de inclusiones presente en los aceros. Las inclusiones de MnS o (Mn,Fe)S, que pueden suponer hasta el 2% en fracción en volumen, actúan como lugares de nucleación de cavidades [16-18]. La forma, el tamaño, la distribución y la deformabilidad de las inclusiones también influyen en la ductilidad. Durante la laminación en caliente las inclusiones se alargan según la dirección de laminación y por lo tanto, existe anisotropía en las propiedades mecánicas, reduciéndose la ductilidad en la sección transversal.

El incremento del contenido de azufre también lleva aparejado un descenso en otras propiedades mecánicas del material ya que afecta negativamente en las propiedades ligadas a los mecanismos de fractura dúctil (resiliencia, estricción, deformabilidad en frío, aptitud al doblado, etc.). Por otro lado, los aceros resultados presentan un mal comportamiento a fatiga debido a que éste empeora cuanto más alargados se encuentran los sulfuros de manganeso. Los MnS, que se encuentran en una fracción elevada, son inclusiones deformables por lo que durante la laminación en caliente se alargan según la dirección de laminación, siendo el origen principal de grietas de fatiga por descohesión de la intercara matriz/inclusión o por fractura de las inclusiones [19]. Otras características como el límite elástico no se ven afectadas de manera notable.

Actualmente el uso de aceros resulfurados para la fabricación de piezas que requieren grandes mecanizados es cada vez mayor. Sin embargo, debido al efecto perjudicial de las inclusiones de MnS (que se encuentran alargadas según la dirección de laminación) en las propiedades mecánicas de los aceros, se tiende hacia la disminución del contenido de S y a la modificación de los sulfuros (tamaño, morfología, deformabilidad, etc.) mediante la adición de otros elementos de aleación. Como más adelante se verá, mediante la adición de Se y Te se pueden conseguir sulfuros más grandes y menos deformables (que por tanto están menos alargados en el producto final), lo que conduce a la obtención de un producto final con mejor maquinabilidad y mejores propiedades mecánicas. Otros aditivos con los que también se puede modificar la deformabilidad de los sulfuros son el Ca [20], algunas tierras raras (La y Ce) y el Ti. En todo este contexto, otros investigadores [21-24] también utilizan adiciones de Boro, con el objetivo de mejorar la ductilidad en caliente de modo que suponga una mejora en las características mecánicas de los aceros.

2.2.3. Influencia de elementos de aleación en la maquinabilidad de los aceros

Se presenta en este apartado una visión general de la influencia que presentan algunos elementos de aleación en la maquinabilidad del acero, es decir, cómo actúan estos elementos en la facilidad que puede tener un acero a ser mecanizado en los procesos de arranque de viruta [25].

Aceros Resulfurados. Como se ha comentado El *azufre* forma inclusiones de sulfuro de manganeso (partículas de segunda fase) que actúan como elevadores de esfuerzos en la zona de corte primario. En consecuencia, las virutas producidas se rompen con facilidad y son pequeñas, lo que se traduce en una mejora de la maquinabilidad. El tamaño, forma, distribución y concentración de estas inclusiones influyen mucho sobre la maquinabilidad. Elementos como el *telurio*, así como el *selenio*, que son químicamente semejantes al azufre, funcionan como modificadores de inclusiones en aceros resulfurados. El azufre puede reducir mucho la facilidad de conformado en caliente de los aceros, por formación de sulfuro de hierro, a menos que haya suficiente manganeso presente para evitarla. A temperatura ambiente, las propiedades de los aceros resulfurados dependen de la orientación de las inclusiones deformadas de sulfuro de manganeso (anisotropía).

Aceros con Plomo. Un gran porcentaje del *plomo* en aceros se concentra en las puntas de las inclusiones de sulfuros de manganeso. El plomo es insoluble en el hierro, cobre y aluminio y en sus aleaciones. Por su baja resistencia al corte, en consecuencia, el plomo funciona como lubricante sólido y se reparte sobre la interfase herramienta-viruta durante el corte. Este comportamiento ha sido verificado por la presencia de grandes concentraciones de plomo en la cara de las virutas en contacto con la herramienta, al mecanizar aceros con plomo.

Cuando la temperatura es suficientemente alta, por ejemplo, a grandes velocidades de corte y grandes avances, el plomo (el cual posee un punto de fusión bajo, 327°C) se funde directamente frente a la herramienta y funciona [25] como lubricante líquido. Además de este

efecto, el plomo baja el esfuerzo cortante en la zona primaria de corte, reduciendo las fuerzas de corte y el consumo de potencia.

Sin embargo, como el plomo es tóxico y un contaminante bien conocido, hay grandes preocupaciones ambientales para usarlo en los aceros. Se estima que cada año se consumen 4500 toneladas de plomo en la producción de aceros. En consecuencia, hay la tendencia continua a eliminar el uso de plomo en los aceros (*aceros sin plomo, o libres de plomo*). Hoy en día, se investigan el bismuto y el estaño como sustitutos posibles del plomo en los aceros [26].

Efectos de otros elementos sobre la maquinabilidad. La presencia de *aluminio* y *silicio* en los aceros siempre es nociva, porque estos elementos se combinan con el oxígeno y forman óxidos de aluminio y silicatos, que son duros y abrasivos. Estos compuestos aumentan el desgaste de las herramientas y reducen la maquinabilidad. Son esenciales para producir y usar aceros limpios.

El *carbono* y el *manganeso*, tienen diversos efectos sobre la maquinabilidad de los aceros, que dependen de su composición. Otros elementos de aleación, como *níquel*, *cromo*, *molibdeno* y *vanadio*, que mejoran las propiedades de los aceros, reducen en general su maquinabilidad. El efecto del boro es inapreciable. Los elementos gaseosos, como el *hidrógeno* y el *nitrógeno* pueden tener efectos especialmente nocivos sobre las propiedades del acero. Se ha demostrado que el oxígeno tiene un fuerte efecto sobre la relación de aspecto de las inclusiones de sulfuro de manganeso; a mayor contenido de oxígeno, la relación de aspecto es menor y la maquinabilidad es mayor.

Al seleccionar diversos elementos con objeto de mejorar la maquinabilidad, se deben tener en cuenta los efectos negativos posibles de ellos sobre las propiedades y la resistencia de la parte mecanizada durante su servicio. Por ejemplo a temperaturas elevadas, el plomo causa fragilización de los aceros, aunque a temperatura ambiente no tiene efectos sobre las propiedades mecánicas.

Un resumen de los efectos de los elementos de aleación en los aceros se observa en la Figura 2 - 8.

ALUMINIO	→ Empleado en pequeñas cantidades, actúa como un desoxidante para el acero fundido y produce un Acero de Grano Fino.
BORO	→ Aumenta la templabilidad (la profundidad a la cual un acero puede ser endurecido).
CROMO	→ Aumenta la profundidad del endurecimiento y mejora la resistencia al desgaste y corrosión.
COBRE	→ Mejora significativamente la resistencia a la corrosión atmosférica.
MANGANESO	→ Elemento básico en todos los aceros comerciales. Actúa como un desoxidante y también neutraliza los efectos nocivos del azufre, facilitando la laminación, moldeo y otras operaciones de trabajo en caliente. Aumenta también la penetración de temple y contribuye a su resistencia y dureza.
MOLIBDENO	→ Mediante el aumento de la penetración de temple, mejora las propiedades del tratamiento térmico. Aumenta también la dureza y resistencia a altas temperaturas.
NIQUEL	→ Mejora las propiedades del tratamiento térmico reduciendo la temperatura de endurecimiento y distorsión al ser templado. Al emplearse conjuntamente con el Cromo, aumenta la dureza y la resistencia al desgaste.
SILICIO	→ Se emplea como desoxidante y actúa como endurecedor en el acero de aleación.
AZUFRE	→ Normalmente es una impureza y se mantiene a un bajo nivel. Sin embargo, alguna veces se agrega intencionalmente en grandes cantidades (0,06 a 0,30%) para aumentar la maquinabilidad (habilidad para ser trabajado mediante cortes) de los aceros de aleación y al carbono.
TITANIO	→ Se emplea como un desoxidante y para inhibir el crecimiento granular. Aumenta también la resistencia a altas temperaturas.
TUNGSTENO	→ Se emplea en muchos aceros de aleación para herramientas, impartiendoles una gran resistencia al desgaste y dureza a altas temperaturas.
VANADIO	→ Imparte dureza y ayuda en la formación de granos de tamaño fino. Aumenta la resistencia a los impactos (resistencia a las fracturas por impacto) y también la resistencia a la fatiga.

Figura 2 - 8. Influencia de los elementos de aleación en las propiedades de los aceros

2.2.4. Comportamiento y papel de los sulfuros durante el conformado en caliente de los aceros

Uno de los factores más determinantes como medida de la deformabilidad de los aceros durante los trabajos de conformado en caliente es la ductilidad de los mismos. Su definición es necesaria debido a los procesos de conformado a los que el material se somete, como pueden ser las fuerzas a las que se ve sometido debido a la acción de los rodillos de laminación. Además, esta característica del material influye en la posible aparición de grietas durante los trabajos de conformado de los aceros.

Los ensayos más comúnmente utilizados para la medida de la ductilidad son el ensayo de torsión y el de tracción, ya que ambos proporcionan medidas cuantitativas de la conducta del material en un amplio rango de comportamientos, desde un material con comportamiento frágil, a aquellos con comportamiento dúctil.

Algunos aceros tienen de forma inherente una ductilidad menor que otros, y el rango de temperaturas a las que pueden trabajar está restringido. Pequeñas variaciones fuera de su rango pueden acarrear problemas debido a la generación de grietas. Esas variaciones pueden ser ocasionadas por la presencia de elementos que forman compuestos con bajo punto de fusión o por inclusiones cuya deformación es marcadamente distinta a la de la matriz.

Durante muchos años el azufre se ha asociado con un efecto perjudicial en el conformado en caliente de los aceros, debido a lo que se conoce como “quemado del acero” [27], efecto que se explicará más detalladamente en el siguiente apartado.

En general, la ductilidad de la mayoría de los aceros durante el conformado en caliente se determina principalmente por la existencia de óxidos y silicatos, más que por las propias inclusiones. Sin embargo, excepciones de ello son aquellos aceros al carbono que se encuentran resultados para mejorar la maquinabilidad, así como algunos aceros inoxidable.

Aunque los óxidos y los silicatos tienen un efecto mayor en la determinación de la ductilidad a alta temperatura de la mayoría de los aceros, el tipo, el tamaño y la distribución de las inclusiones de MnS pueden influenciar la maquinabilidad en caliente. Sus efectos dependen de la tensión impuesta durante las operaciones de conformado y además de la velocidad de deformación aplicada.

Recientemente se ha escrito mucho sobre la modificación de los sulfuros mediante la adición de varios elementos pero, en general, estas adiciones no mejoran la maquinabilidad en caliente, sino que mejoran las propiedades finales a baja temperatura. Una excepción es el caso de los aceros inoxidable donde comúnmente se lleva a cabo la adición de tierras raras [28] para mejorar la maquinabilidad en caliente.

2.2.4.1. “Quemado del acero” (Hot shortness)

El contenido de azufre, y la distribución de éste en el material, es muy importante en las propiedades mecánicas. Por un lado, el efecto del S en la ductilidad es considerado generalmente en relación a su contenido en manganeso. El contenido en Mn de los aceros debe de ser alto para asegurar que todo el azufre este presente en forma de sulfuros de manganeso. Si el contenido de Mn no es el suficiente o si el Mn se encuentra segregado, la relación Mn/S puede ser en algunas zonas inferior a la estequiométrica (1,714). En esta situación una parte del azufre podrá estar presente en forma de FeS o sulfuros ricos en hierro del tipo (Fe,Mn)S.

Por otro lado, se sabe que en la fase líquida el azufre es completamente miscible con el hierro pero sin embargo, durante la solidificación, la solubilidad del azufre en hierro disminuye significativamente hasta un máximo de 0.18% en masa en ferrita- δ y 0.05% en austenita a 1365°C [29] y por lo tanto se forman sulfuros de hierro.

Estos sulfuros ricos en hierro tienen un punto de fusión bajo (<1000°C) [30] y durante los procesos de conformado en caliente causan el “quemado del acero” (*hot shortness*) [31-33]. La presencia de estos sulfuros produce una marcada caída de la ductilidad en el rango de temperaturas 850-1150°C [18] y se originan numerosas grietas intergranulares.

La adición de Mn mejora la ductilidad al disminuir la proporción de sulfuros de bajo punto de fusión. Existe una relación Mn/S crítica por encima de la cual se considera que se evita el problema del “quemado”. En bibliografía se han propuesto diferentes relaciones Mn/S críticas. Endrle [34] propuso relaciones Mn/S entre 4 y 5 para aceros resulfurados, tras observar que con estos valores los aceros resulfurados presentaban una buena conformabilidad en caliente. Canard [35] constató el hecho de que en aceros no resulfurados (contenidos de S entre 0.018 y 0.028%) la conformabilidad en caliente continuaba mejorando con relaciones Mn/S superiores a 10 y Bandi y col. [36] observaron también que en aceros no resulfurados (contenidos de S entre 0.003 y 0.031%), una proporción importante de los sulfuros de bajo punto de fusión podía estar presente incluso cuando la relación Mn/S era superior a 10. Hoy en día, es bien conocido que la relación Mn/S crítica depende del contenido de S del acero y que ésta debe de ser mayor cuanto menor es el contenido de azufre [37-39]. Álvarez de Toledo y col. basándose en datos experimentales propios obtuvieron la siguiente expresión:

$$(Mn / S)_c = 1.345 \cdot S^{-0.7934} \quad \text{Ec. 2-1}$$

que permite determinar la relación Mn/S crítica en función del contenido de S del acero (en % en peso). Según la Ec. 2 -1 para evitar la formación de sulfuros de bajo punto de fusión es suficiente una relación Mn/S igual a 4 para un acero resulfurado con un contenido de S de 0.25%, mientras que para un acero resulfurado con un bajo contenido de S de 0.005% es necesaria una relación Mn/S superior a 90.

2.2.5. Formación de los sulfuros de manganeso durante la etapa de solidificación

Cuando el acero está en estado líquido o casi líquido, el azufre presente en el mismo se encuentra en la forma de sulfuro de hierro (FeS). Cuando el acero se enfría el FeS se descompone y los MnS se forman. Su formación depende de la cantidad de manganeso en el acero, de la velocidad de solidificación y de la concentración y tipo de otros sulfuros que pueden formarse en el acero. Debido a que las características de los sulfuros pueden afectar a las propiedades mecánicas del acero a alta temperatura, es deseable el desarrollo de un método exhaustivo de caracterización del comportamiento de las inclusiones [40].

Aunque la solubilidad del azufre es alta en la mayoría de los aceros en fase líquida, su solubilidad es muy baja cuando éstos se encuentran en fase sólida. De este modo, el mecanismo básico de formación de los sulfuros de manganeso, se explica de manera simple. Durante la solidificación del acero, el azufre precipita en forma de sulfuro y puesto que el sistema hierro-azufre solidifica de un modo eutéctico, el azufre debe concentrarse en el metal líquido hasta la composición del eutéctico, antes de la formación del primer sulfuro.

Se concluye por tanto que los sulfuros estarán localizados donde ocurra la última solidificación del metal, es decir, en lo que se denomina bordes de grano. Esto puede ocurrir en general en aceros con fracciones volumétricas bajas de inclusiones pero cuando estas fracciones aumentan, es común observar estos sulfuros de manganeso tanto en borde de grano como en el interior de los mismos.

Aunque la forma más habitual en la que los sulfuros precipitan durante el proceso de solidificación es en forma de sulfuro de manganeso (MnS), Sims [41] presentó hasta tres morfologías diferentes que las inclusiones pueden adoptar, estando controladas por la composición del acero y principalmente por el grado de desoxidación puesto que modifica la solubilidad del azufre en el hierro. En la Figura 2 - 9 se

muestra un ejemplo de la morfología de los tres tipos de sulfuro de manganeso:

Tipo I: Se forman cuando la cantidad de oxígeno en el acero fundido es alto ($>0.01\%$). Se encuentran distribuidos al azar con forma globular y en un amplio rango de tamaños, lo cual implica que se forman a partir del líquido en un intervalo de temperaturas amplio durante la solidificación [42,43]. Son habituales en aceros semicalmados o con bajas cantidades de Si y Al. Los aceros con este tipo de sulfuros son los que mejores características de mecanizado presentan.

Tipo II: A medida que aumenta el grado de desoxidación, las inclusiones globulares de tipo I son sustituidas por una distribución de MnS de tipo eutéctico. Se encuentran distribuidos como partículas finas en forma de abanicos o cadenas.

Tipo III: Se forman en aceros donde el contenido de oxígeno es muy bajo, en aceros calmados, donde existen altas concentraciones de carbono, aluminio, silicio y fósforo. Tienen una morfología angular lo cual indica que precipitan como un sólido desde el acero fundido.

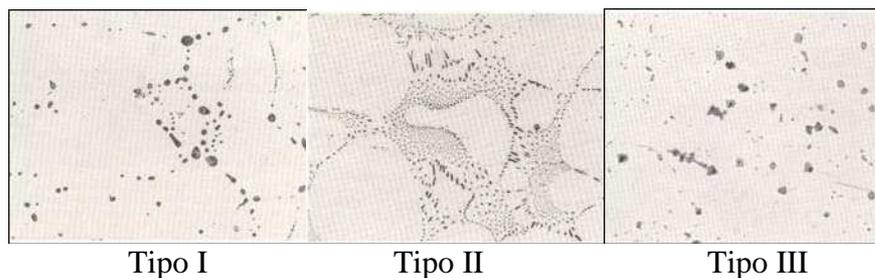


Figura 2 - 9. Ejemplo de los tres tipos de morfología de MnS descritos por Sims [41]

Cuando el oxígeno que contiene el acero se encuentra en un exceso de aproximadamente 0.01%, la precipitación de las inclusiones ocurre de forma que se tiene una distribución aleatoria de las mismas con forma globular. Esto ocurre porque las inclusiones precipitan como burbujas de líquido rico en azufre durante la solidificación del acero. Un interesante aspecto de estas inclusiones es que algunas de ellas contienen cavidades cóncavas [40]. Éstas se forman por la contracción de los sulfuros durante su solidificación y esto confirma el hecho de que originalmente estaban presentes en el acero solidificado como burbujas de líquido. Hay también que destacar que la formación de las inclusiones ocurre en un rango muy amplio de tamaños. Ésto refleja su formación bajo un elevado rango de temperaturas durante la solidificación del acero. Las inclusiones más grandes son las primeras en formarse por lo que contienen mayores concentraciones de oxígeno, de modo que éstas pueden solidificar en forma de inclusiones dúplex con presencia de óxidos. Las inclusiones más pequeñas son las últimas en solidificar y lo hacen enteramente en forma de MnS.

2.2.6. Mecanismos de fractura dúctil

Los mecanismos de fractura se suelen clasificar en frágiles o dúctiles según la deformación plástica que acompaña a la rotura: una gran cantidad de deformación plástica suele estar asociada con la fractura dúctil, mientras que lo opuesto es sinónimo de fractura frágil. En el caso de los metales la fractura ocurre comúnmente por uno de los siguientes mecanismos:

- a. Fractura dúctil
- b. Descohesión transgranular (clivaje)
- c. Fractura intergranular.

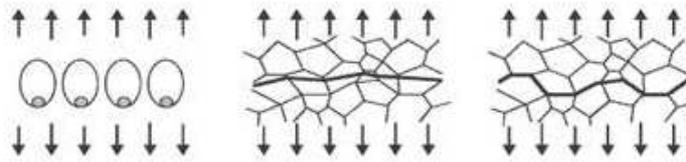


Figura 2 - 10. Principales mecanismos de fractura en metales. a) Fractura dúctil, b) clivaje y c) fractura intergranular.

En la Figura 2 - 10 se muestran de forma esquemática estos mecanismos. En todos los casos el proceso de fractura puede ser dividido en varias etapas: nucleación de microfisuras o cavidades, crecimiento a nivel microestructural de las cavidades o de las microfisuras, coalescencia y localización de la deformación y crecimiento de las microfisuras hasta la rotura final.

En la fractura dúctil la nucleación tiene lugar en las inclusiones o en las partículas de segunda fase (carburos, por ejemplo) y se ve favorecida si las partículas son frágiles, grandes, alargadas o si existe una baja resistencia de la intercara partícula-matriz. Posteriormente, se suceden las etapas de crecimiento y coalescencia, ésta última favorecida por la presencia de partículas de segunda fase. Hay que señalar que estos procesos pueden ocurrir simultáneamente en el material, es decir, que mientras ciertos huecos crecen y terminan coalesciendo, se están nucleando nuevas cavidades que van "alimentando" el proceso de rotura.

En la Figura 2 - 11 se muestra un esquema con la evolución de los diferentes estadios de fractura dúctil en un material con inclusiones de sulfuro de manganeso sometido a tracción. A deformaciones bajas las inclusiones se alargan según la dirección de deformación y se produce la descohesión de la intercara matriz-inclusión. A medida que aumenta la deformación, a la vez que se forman nuevas cavidades, las formadas previamente crecen hasta que se produce la coalescencia.

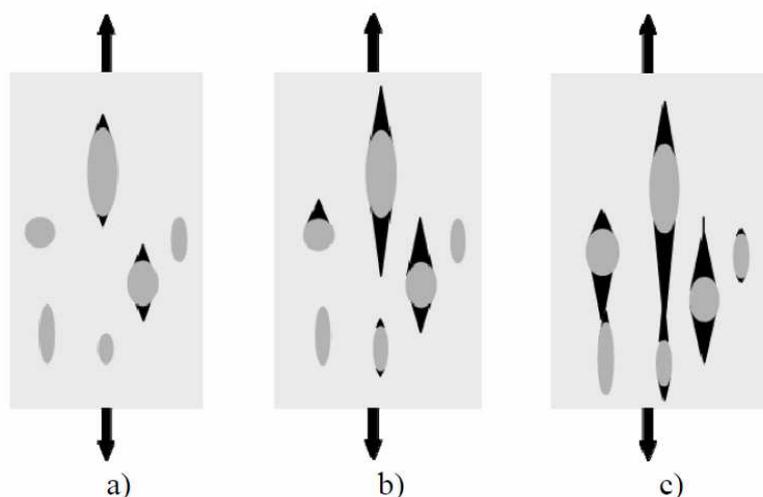


Figura 2 - 11 a) Nucleación de cavidades a partir de inclusiones de MnS , b) crecimiento y c) coalescencia de cavidades [44]

2.3. MECANISMOS DE ABLANDAMIENTO DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE

El conformado en caliente de los metales engloba una amplia familia de procesos industriales (laminación, forja, extrusión, etc.) que se caracterizan fundamentalmente por la aplicación de grandes deformaciones ($\epsilon=0.5-5$) a altas velocidades de deformación ($0.01-1000 \text{ s}^{-1}$) y a temperaturas superiores a $0.8 T_f$, siendo T_f la temperatura de fusión del material en grados Kelvin [17,45].

La simulación a escala de laboratorio de los procesos de deformación en caliente permite estudiar las estructuras desarrolladas durante la propia deformación, consecuencia directa de los distintos procesos operantes durante la misma (fenómenos de ablandamiento dinámicos), o su posterior evolución tras la deformación (procesos estáticos). La Figura 2 - 12 muestra esquemáticamente el caso del conformado en caliente obtenido por laminación, en la que se ponen en evidencia las modificaciones estructurales relacionadas con el ciclo térmico y la modalidad de la deformación.

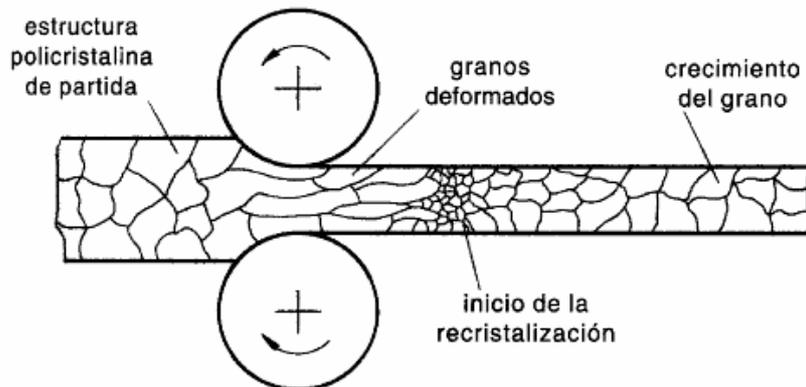


Figura 2 - 12. Influencia de la laminación en caliente sobre la estructura cristalina

Durante la deformación en caliente ocurren de forma simultánea el endurecimiento por deformación y los fenómenos de ablandamiento dinámicos [46,47]. De la competencia entre ambos mecanismos va a depender el comportamiento del material. Los procesos de regeneración de la microestructura que tienen lugar durante la deformación en caliente se denominan “*dinámicos*” para distinguirlos de los procesos “*estáticos*” que tienen lugar a alta temperatura después de la deformación. Tanto los procesos estáticos como los dinámicos tienen por objeto reducir la energía, dado que la estructura de dislocaciones inducida por el propio proceso de deformación hace que el material se encuentre en una situación termodinámicamente inestable. Ambos tipos de procesos se ven acelerados bajo la presencia de una mayor cantidad de endurecimiento por deformación acumulada en el material.

El tema de la deformación en caliente ha sido ampliamente estudiado por McQueen y col. [48] y también por Sellars y Tegart [17]. Estos últimos clasificaron los materiales en dos grupos, dependiendo del tipo de mecanismo operante durante la deformación tal y como se muestra en la Tabla 2 - 1. Esta clasificación está asociada también con la correspondiente energía de defectos de apilamiento, teniendo los materiales de tipo ferrítico mayores energías que los de tipo austenítico [45]. La energía de defectos de apilamiento (E.D.A.) es un parámetro intrínseco del material y se puede definir como la permeabilidad de un material al movimiento de dislocaciones en su red cristalina y al mismo tiempo su capacidad para generarlas. Así los materiales se clasifican en dos categorías: materiales de alta E.D.A. ($>90 \text{ mJ/m}^2$) y de baja E.F.A. ($<10 \text{ mJ/m}^2$). En el caso de la primera categoría de materiales, la restauración dinámica es muy eficaz porque la movilidad de las dislocaciones es muy alta. Las paredes de dislocaciones formadas en los primeros instantes de la etapa de endurecimiento se convierten en subbordes de grano, y rápidamente conforme la deformación progresa, en límites de grano. En el caso de la segunda categoría de materiales, sus dislocaciones están fuertemente disociadas y en consecuencia el proceso de restauración es poco eficaz. El conformado en caliente de estos materiales está caracterizado por la recristalización dinámica de

pico simple (bajas temperaturas y/o velocidades de deformación) o cíclica (altas temperaturas y/o velocidades de deformación).

A nivel microestructural esto conduce a un afinamiento de grano en el primer caso y a un crecimiento del mismo en el segundo. Durante este proceso tiene lugar la nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de dislocaciones. Se trata de una etapa de ablandamiento que implica diferentes mecanismos elementales: endurecimiento, restauración dinámica, nucleación y crecimiento. El equilibrio entre los procesos de endurecimiento y ablandamiento conduce a un estado de fluencia estable.

En los siguientes subapartados se explican los procesos de regeneración dinámicos y estáticos que intervienen durante la deformación en caliente. El conformado en caliente de los aceros se realiza en fase austenítica, de forma que se hará mayor hincapié en los procesos más relevantes de este grupo.

Tabla 2 - 1. Clasificación de los materiales atendiendo a los posibles procesos de ablandamiento asociados con la deformación en caliente

Materiales	Procesos Dinámicos	Procesos Estáticos
Aleaciones ferríticas Al, Fe- α	Restauración (todas las deformaciones)	Restauración seguida de recristalización
Aleaciones austeníticas Cu, Ni, Fe- γ	Restauración (pequeñas deformaciones) Recristalización (grandes deformaciones)	Restauración muy limitada seguida de recristalización

2.3.1. Restauración dinámica

En los materiales que poseen valores altos de energía de defectos de apilamiento, como el Al y sus aleaciones, el Fe- α y los aceros ferríticos, el único mecanismo de regeneración activo durante la deformación en caliente es la *restauración dinámica*. Este fenómeno se caracteriza por la reordenación continua y anulación individual de las dislocaciones sin apreciarse apenas movimiento de las fronteras de grano, lo que conduce a una estructura de subgranos, cuyas dimensiones y desorientaciones dependen del material, temperatura y velocidad de deformación [49].

En la Figura 2 - 13 se muestra la curva Tensión-Deformación que presentan estos materiales, observándose un rápido aumento de la tensión hasta un valor estacionario que refleja el equilibrio entre los procesos de endurecimiento por deformación y ablandamiento que se puede alcanzar gracias a que el proceso de restauración dinámica es más rápido. La microestructura de restauración de este tipo de materiales se caracteriza por presentar granos alargados y una subestructura final del régimen transitorio que se va perfeccionando durante el estado estacionario hasta alcanzar una forma de subgranos aproximadamente equiáxicos [45]. En el caso de que después de interrumpida la deformación se mantenga a una temperatura lo suficientemente elevada, el proceso de regeneración continuará por medio del mecanismo de restauración estática, seguido de la recristalización estática [17].

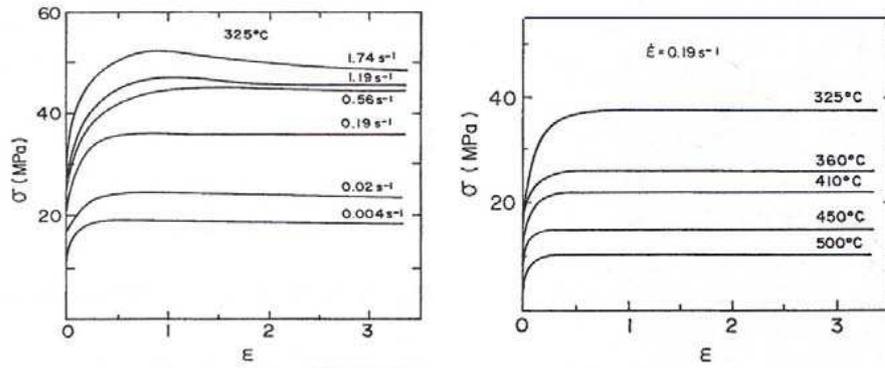


Figura 2 - 13. Curvas de Tensión-Deformación típicas de materiales que sufren restauración dinámica en función de la velocidad y la temperatura de deformación (aluminio comercial) [50]

El mecanismo de nucleación en los materiales de alta E.D.A, consiste en la evolución de subgranos hacia granos mediante un cambio de naturaleza desde bordes de subgranos de bajo grado de desorientación, hacia bordes de alto grado de desorientación, lo que conduce a una rotación entre los diferentes subgranos (Figura 2 - 14).

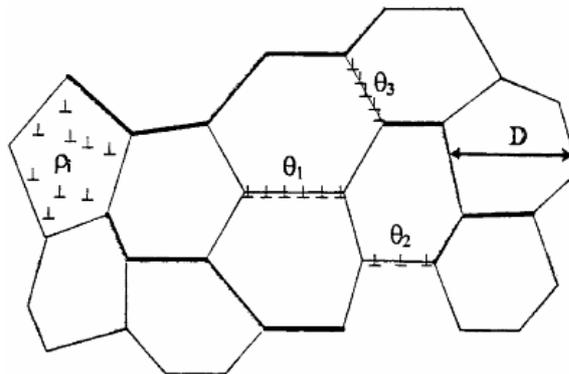


Figura 2 - 14. Representación esquemática de la formación de nuevos subgranos durante la restauración dinámica [51]

2.3.2. Recristalización dinámica

En materiales con baja energía de defectos de apilamiento, como es el caso del Cu, Fe- γ , aceros austeníticos, Ni y sus aleaciones, también inicialmente durante la deformación se produce *restauración dinámica*. Sin embargo, en el caso de estos materiales estos fenómenos son lentos, liberándose en consecuencia menos energía. La energía almacenada debido al aumento de la densidad de dislocaciones, después de una cierta deformación crítica, ϵ_c , es lo suficientemente elevada como para permitir que se produzca el ablandamiento fundamental en este tipo de materiales, *recristalización dinámica*, convirtiéndose éste en el mecanismo de ablandamiento principal en este tipo de materiales. En este caso, las dislocaciones que tienen dificultades para moverse se eliminan de forma colectiva por nucleación y crecimiento de nuevos granos en la matriz de deformada [52].

Como ejemplo de la respuesta mecánica obtenida para estos materiales se muestran en la Figura 2 - 15 las curvas Tensión-Deformación del material deformado a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. Se observa cómo inicialmente la evolución de la curva es similar al caso expuesto anteriormente, presentando la tensión un rápido aumento con la deformación, como consecuencia del endurecimiento por deformación, hasta un valor máximo, σ_p o tensión de pico. Este máximo se alcanza para una deformación ligeramente superior a la que comienza la recristalización dinámica, ϵ_c , en la cual se forman los primeros granos recristalización durante la deformación. Posteriormente, la tensión disminuye más o menos bruscamente con la deformación aplicada hasta un estado estacionario final [45,53], tensión estacionaria σ_{ee} , a partir de la cual la tensión permanece constante, independientemente de la deformación. En el caso de bajas velocidades de deformación y altas temperaturas, la curva Tensión-Deformación exhibe múltiples oscilaciones en el rango de bajas deformaciones, que se corresponden con ciclos de recristalización dinámica (ablandamiento) y de endurecimiento por deformación no simultáneos [53].

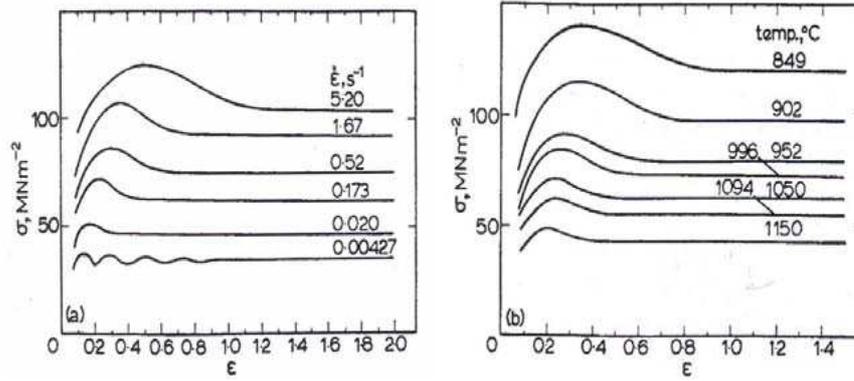


Figura 2 - 15. Curvas Tensión-Deformación típica de materiales que sufren recristalización dinámica, en función de la velocidad y temperatura de deformación (acero microaleado) [54]

Cuando se producen fenómenos de recristalización dinámica durante las operaciones de conformado en caliente, tal como la laminación, sus consecuencias son importantes porque por una parte se produce una disminución de la tensión de fluencia del material, haciendo que los esfuerzos de laminación sean menores, y por otra varía la microestructura del material laminado.

2.3.2.1. Relación entre tensión, velocidad de deformación y temperatura

Independientemente del fenómeno de ablandamiento dinámico actuante, la disminución de la temperatura y el aumento de la velocidad de deformación tienen cualitativamente el mismo efecto sobre las curvas de Tensión-Deformación. En la Figura 2 - 15 se puede observar que la tensión en todo el rango de deformaciones aumenta al disminuir la temperatura y al aumentar la velocidad de deformación. Por otro lado, la deformación a la que se alcanza la tensión máxima también aumenta al disminuir la temperatura o aumentar la velocidad de deformación, lo que indica que es necesario aplicar una mayor deformación para que comience la recristalización dinámica. Este efecto se explica si se tiene en cuenta que el proceso de recristalización dinámica está activado térmicamente. Un aumento de temperatura implica una disminución en el tiempo necesario para que comience la recristalización, por lo que ésta es más rápida. Como consecuencia, el máximo de tensión se alcanza a menores deformaciones y el nivel de tensión de la curva disminuye al iniciarse antes el proceso de ablandamiento. El efecto de la velocidad de deformación se puede explicar también si se tiene en cuenta que la recristalización requiere un tiempo. Por lo tanto, un aumento de la velocidad de deformación lleva a una disminución de la recristalización por unidad de deformación, lo que conduce a que el proceso de ablandamiento se inicie a deformaciones mayores. El efecto de la temperatura y de la velocidad de deformación se pueden englobar en un único parámetro, conocido como el **parámetro de Zener-Hollomon** [55], Z , que viene dado por la siguiente expresión:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q_{def}}{RT}\right) \quad \text{Ec. 2 - 2}$$

donde Q_{def} , es la energía de activación de la deformación que depende de la composición del material [56], R la constante universal de los gases, T la temperatura de deformación (en Kelvin) y $\dot{\epsilon}$ la velocidad de deformación (en s^{-1}).

De las diferentes expresiones empíricas para relacionar la resistencia de un material con la temperatura y la velocidad de deformación, la siguiente ecuación propuesta por Sellars y Tegart [57], proporciona la descripción más adecuada a la respuesta mecánica de los materiales:

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q_{def}}{RT}\right) = A(\sinh(\alpha\sigma))^n \quad \text{Ec.2-3}$$

donde α , n y A son constantes dependientes del material [45,57-59].

Esta ecuación se considera como la *ecuación mecánica de estado* del material, ya que mantiene su validez independiente de la microestructura de partida. Esta ecuación permite predecir la tensión correspondiente a unas determinadas condiciones experimentales T y $\dot{\varepsilon}$ con independencia del estado previo del material, es decir, la deformación previa, tamaño de grano, cantidad de elementos en solución, etc. La Ec. 2-3 ajusta la respuesta mecánica del material tanto a velocidades de deformación lentas (ensayos de fluencia lentos), como a velocidades de deformación elevada (ensayos de deformación en caliente).

2.3.3. Evolución de la microestructura de materiales que recristalizan dinámicamente

2.3.3.1.1. Los procesos de nucleación

En el proceso de recristalización dinámica, las dislocaciones que tienen dificultades para moverse se eliminan de forma colectiva, por nucleación y crecimiento de nuevos granos en la matriz deformada [52,60]. La nucleación de los granos recristalizados ocurre a partir de la deformación crítica, principalmente por el mecanismo de migración de juntas de grano inducido por deformación [61].

Cuando una frontera de grano atraviesa una región de alta densidad de dislocaciones (10^{14} - 10^{15} m⁻²) deja tras de sí una región ordenada con baja densidad de dislocaciones (10^{10} - 10^{11} m⁻²) y una tensión de fluencia muy baja. Ésto explica el hecho de que en estos materiales la tensión disminuya después de haber alcanzado un máximo. Los nuevos granos recristalizados nuclean en las zonas de alta energía acumulada, como son por ejemplo las juntas de los granos deformados. Sin embargo, dado que la deformación del material continúa a la vez que tiene lugar el crecimiento de granos nuevos, en su interior va aumentando la densidad de dislocaciones, reduciendo la migración de las juntas de grano hasta paralizar el crecimiento de grano. Estos nuevos granos, que habitualmente son de menor tamaño que los de partida, se sitúan alrededor de las antiguas juntas de grano iniciales formando “anillos” tal y como se muestra en la Figura 2 - 16.

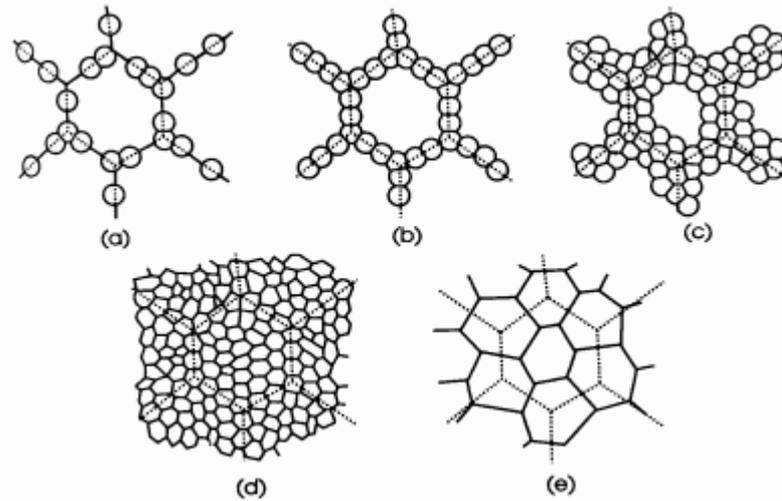


Figura 2 - 16. Representación esquemática de nucleación en forma de “anillo” durante el proceso de recristalización dinámica de pico simple [51]

Para que la recristalización dinámica progrese, es necesaria la nucleación de granos nuevos. Estos granos se sitúan entre el anillo y el resto de grano inicial que quedaba anteriormente. De nuevo se vuelve a repetir el proceso anteriormente señalado. Es decir, la recristalización progresa lentamente y en consecuencia, el valor de la deformación de recristalización suele ser elevado. Los granos nuevos constituidos durante la recristalización se deforman constituyéndose una subestructura en su interior. Esta subestructura no restaura adecuadamente y una vez que la deformación alcanza un valor crítico, de nuevo comienza la recristalización. De esta forma tiene lugar un proceso estacionario en el que coexisten diferentes estructuras. En algunas zonas del material, éste se encuentra totalmente recristalizado (baja densidad de dislocaciones) mientras que en otras zonas habrá una elevada densidad de dislocaciones y el material estará a punto de recristalizar.

2.3.3.1.2. El proceso de crecimiento

Con independencia del sitio y los mecanismos de nucleación, una vez que núcleo está formado, sus bordes empiezan a migrar bajo la fuerza motriz como consecuencia de la diferencia del grado de endurecimiento en ambos lados. El borde de grano migra hacia la zona de alta densidad de dislocaciones barriendo en su paso la distorsión producida en la etapa de endurecimiento y restauración dinámica. Dos mecanismos frenan este crecimiento:

- Los granos se encuentran y se bloquean mutuamente
- Los nuevos granos se endurecen con la deformación, disminuyendo la fuerza impulsora de crecimiento, que por fin le paran.

Prasad y Ravichndran [51], en sus estudios sobre la recristalización dinámica para materiales CCC, y basándose en mapas de disipación de energía, consideran que la competencia entre la formación de intercaras (nucleación) y su migración (crecimiento) es el factor clave para determinar la naturaleza del proceso de la recristalización dinámica. Estos autores definen las intercaras como un borde formado por la restauración y el reordenamiento de dislocaciones generadas y que empieza a migrar al tener la configuración de un borde de grano de alto grado de desorientación. Sus conclusiones se resumen en que el proceso de restauración dinámica ocurre mediante restauración mecánica en el caso de materiales de alta E.D.A, mientras es un proceso térmicamente activado en el caso de materiales de baja E.D.A. En lo que se refiere al proceso de recristalización dinámica estaría controlado por la migración de intercaras en el caso de los materiales de baja E.D.A. mientras que en los materiales de alta E.D.A la etapa que controla la recristalización es la formación de nuevas intercaras.

La recristalización dinámica es diferente de la recristalización estática, en el sentido de que en el segundo caso, los nuevos granos crecen hasta ocupar toda la estructura deformada. Además, la estructura resultante está totalmente recristalizada y con una tensión interna prácticamente nula. Mientras que en el caso de la recristalización dinámica, los nuevos granos formados endurecen y crecen simultáneamente, afectando tanto al comportamiento mecánico como a la microestructura. La microestructura resultante de la recristalización dinámica de pico simple generalmente es mucho más fina que la obtenida en la recristalización estática porque la nucleación es más intensa y continúa, mientras el crecimiento está frenado por el endurecimiento, aunque también habrá que tener en cuenta las condiciones de deformación a las que se produce.

2.4. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J. Calvo Muñoz, Efecto de los elementos residuales e impurezas en la ductilidad y mecanismos de fragilización en caliente de un acero de construcción 0.23C-0.9Mn-0.13Si, UPC (2006).
- [2] N.A. McPherson, Continuous Casting Series-Transverse Cracking in Continuously Cast Products, The Iron & Steel Society. (1997).
- [3] B. Mintz, S. Yue, J.J. Jonas, Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking during continuous casting. International Materials Reviews. 36 (1991) 187-216.
- [4] B. Mintz, D. Crowther N, Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking in continuous casting, International Materials Reviews. 55 (2010) 168-196.
- [5] A. Sarmiento Santos, J.L.R. Muzart, Preparación De Aleaciones Inoxidables De Fe-Cr Por Pulvimetalurgia Y Estudio Del Sputtering En La Descarga Luminiscente Anormal, Revista Colombiana de Física. 43 (2011).
- [6] A. Garay, Optimización del conformado en caliente y tratamientos térmicos en aceros austenoferríticos, Universidad de Navarra. San Sebastian (2003).
- [7] S. Laufgang, Aceros Inoxidables, 2003. (TERMO SOLDEX S.A).
- [8] W. Boulger, Metals Handbook, A.S.M. 9ª Edición (1978) 565.
- [9] L. Bäcker, Rev.Metal,CENIM. 13 (1997) 3.
- [10] D.J. Naylor, D.T. Llewellyn, D.M. Keane, Control of machinability in medium carbon steels, Metals Technology. May-June (1976).

- [11] S. Ramalingam, K. Basu, S. Malkin, Deformation index of MnS inclusions in resulphurized and leaded steels, *Materials Science and Engineering*. 29 (1977) 117-121.
- [12] J. Laizhu, C. Kun, H. Hänninen, Effects of the composition, shape factor and area fraction of sulfide inclusions on the machinability of resulfurized free-machining steel, *J. Mater. Process. Technol.* 58 (1996) 160-165.
- [13] C.W. Kovach, Sulfide Inclusions and the Machinability of Steel, *Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel'74 J. J. y. S. E. DeBarbadillo*. Editor. 1975 ASM: Ohio. (1975) 459-479.
- [14] M.C.e.a. Shaw, *Trans. ASME, B, Journal of Engineering for industry*. 83 (1961) 163.
- [15] L. Rubenstein, IISI, Special Report, London. 94 (1967) 49.
- [16] D. Smith, A. Nicholson, J.D. Murray, Effects of Composition on Hot Workability of Resulfurized Free-Cutting Steels, *Journal of the Iron and Steel Institute*. 210 (1972) 412.
- [17] C.M. Sellars, W.J.M. Tegart, *Int. Metal. Rev.* 158 (1972) 1.
- [18] W.J.M. Tegart, A. Gittins, The Role of Sulfides in the Hot Workability of Steels, *Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel'74 J. J. y. S. E. deBarbadillo*. ASM: Ohio (1975) 198-211.
- [19] C. Kaynak, A. Ankara, T.J. Baker, *Mat.Sci.Tech.* 12 (1996) 421.
- [20] L. Mendizabal Zubeldia Tesis, Ingeniería de inclusiones y tratamientos de temple y revenido en la obtención de aceros de baja aleación con maquinabilidad mejorada, Universidad de Navarra. San Sebastian (2006).

- [21] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, Hot ductility behavior of boron microalloyed steels, *Materials Science and Engineering: A*. 460–461 (2007) 464-470.
- [22] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, Hot flow behavior of boron microalloyed steels, *Materials Science and Engineering: A*. 480 (2008) 49-55.
- [23] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, C. Maldonado, J.M. Cabrera, Determination of the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization in boron microalloyed steels, *Materials Science and Engineering: A*. 528 (2011) 4133-4140.
- [24] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, C. Maldonado, J.M. Cabrera, Hot ductility behavior of a low carbon advanced high strength steel (AHSS) microalloyed with boron, *Materials Science and Engineering: A*. 528 (2011) 4468-4474.
- [25] S. Kalpakjian, S.R. Schmid, *Manufactura, ingeniería y tecnología*, Pearson Educación. (2002).
- [26] C.H. Ericksen, D.J. Medin, Van Tyne, C.J., Krauss, G., 38th MWSP Conf. Proc. 34 (1997) 601.
- [27] A. Josefsson, J. Koeneman, G. Lagerberg, The influence of sulphur and oxygen in causing red-hotness in steel, *Journal Iron and Steel Inst.* 191 (1959) 240.
- [28] C.M.L. Wu, D.Q. Yu, C.M.T. Law, L. Wang, Properties of lead-free solder alloys with rare earth element additions, *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 44 (2004) 1-44.
- [29] E.T. Turkdogan, S. Ignatowicz, J. Pearson, *Journal of the Iron and Steel Institute*. 180 (1975) 349-354.

- [30] G. Sridhar, S.K. Das, N.K. Mukhopadhyay, Failure analysis of low carbon free-cutting steel wire rods, *Eng. Failure Anal.* 6 (1999) 155-172.
- [31] C.T. Anderson, R.W. Kimball, F.R. Cattoir, Effect of Various Elements on Hot-Working Characteristics and Physical Properties of Fe-C Alloys, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME.* (1953) 525-529.
- [32] S.Y. Ogawa, T.B. King, N.J. Grant, Deformation and Fracture Characteristics of Fe-S, Fe-S-O and Fe-S-Mn Alloys at High Strain Rates and Temperatures, *Transactions of Metallurgical Society of AIME.* 1962 (1962) 12-18.
- [33] W.T. Lankford, Some Considerations of Strength and Ductility in Continuous-Casting Process, *3. 6* (1972) 1331.
- [34] M. Endrle, *Hunt.Listy.* 22 (1967) 28.
- [35] R. Canard, *Rev.Metall.* 43 (1946) 156.
- [36] W.R. Bandi, J.L. Lutz, E.G. Buyok, *Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel'74* J. J. y. S. E. DeBarbadillo. ASM, Ohio (1975) 178.
- [37] G.S. Mann, L.H. Van Vlack, *Metall.Trans.* 7B (1976) 469.
- [38] F. Weinberg, *Metall.Trans.* 10B (1979) 513.
- [39] F. Alvarez de Toledo, O. Campos, E. Lainez, *Steel Research.* 6 (1993) 292.
- [40] Sulfide Inclusions in steel, *Proceedings of International Symposium.* New York. 6 (1974).
- [41] C.E. Sims, The Nonmetallic Constituents of Steel, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME.* 215 (1959) 367-393.

- [42] H. Fredriks, M. Hillert, Eutectic and Monotectic Formation of MnS in Steel and Cast Iron, Journal of the Iron and Steel Institute. 209 (1971) 109.
- [43] T.J. Baker, Use of Scanning Electron Microscopy in Studying Sulphide Morphology on Fracture Surface, Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel'74 J. J. y. S. E. DeBarbadillo. ASM: Ohio (1975) 135-158.
- [44] M.C. Revilla Gómez Tesis, Influencia de los Parámetros Microestructurales en la Evolución del Daño durante el Conformado en Caliente de Aceros Resulfurados, Universidad de Navarra. San Sebastian (2008).
- [45] J.J. Jonas, C.M. Sellars, M. Tegart, Met.rev. 130 (1969) 1.
- [46] P.J.H. Maunder, J.A. Charles, Behaviour of non-metallic inclusions in a 0.2% carbonsteel ingot during hot rolling, Journal of the Iron and Steel Institute. (1968) 705-715.
- [47] V. Tvergaard, Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions. International Journal of Fracture. 17 (198).
- [48] H.J. McQueen, S. Yue, N.D. Ryan, E. Fry, Hot working characteristics of steels in austenitic state, Journal of Materials Processing Technology. 53 (1995) 293.
- [49] J.A. Immarigeon, J.J. Jonas, The deformation of armco iron and silicon steel in the vicinity of the curie temperature, Acta Metallurgica. 22 (1974) 1235-1247.
- [50] I. Gutierrez, F. Castro, J.J. Urkola, M. Fuentes, Metallkde. 80 (1990) 136.
- [51] M. El Wahabi, Caracterización Termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI 304 Tesis, E.T.S. Industrial de Barcelona. (2002).

- [52] T. Sakai, J.J. Jonas, Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations, *Acta Metallurgica*. 32 (1984) 189.
- [53] I. Weiss, T. Sakai, J.J. Jonas, Effect of test method on transition from multiple to single peak dynamic recrystallization, *Metal Science*. 18 (1984) 77-84.
- [54] E. Ruibal, J.J. Urkola, M. Fuentes, *Metallkde*. 76 (1985) 568.
- [55] C. Zener, J.H. Hollomon, *J. Appl. Phys.* 15 (1944) 22.
- [56] Medina,S.F.,Hernandez,C.A., General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels. *Acta Materialia*. 44 (1996) 137-148.
- [57] C.M. Sellars, W.J.M. Tegart, La relation entre la résistance et la structure dans la déformation á chaud, *Mémoires scientifiques Rev. Metallurg*. 9 (1966) 731-746.
- [58] J.W. Bowden, Samuel,F.H.,Jonas,J.J., Effect Of Interpass Time On Austenite Grain- Refinement By Means Of Dynamic Recrystallization Of Austenite. *Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science*. 22 (1991) 2947-2957.
- [59] A. Laasraoui, J.J. Jonas, Prediction of Steel Flow Stresses at High Temperatures and Strain Rates. *Metallurgical Transactions*. 22A (1991) 1545-1558.
- [60] C.M. Sellars, *Int. Conf. Recrystallization'92*, Ed. M. Fuentes y J. Gil Sevillani, S. Sebastián, *Trans Tech Publications*. Switzerland (1993) 29.
- [61] W. Roberts, H. Bodén, B. Ahlblom, Dynamic recrystallization kinetics, *Metal Science*. 13 (1979) 195-205.

3

MATERIAL Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

3.1. MATERIAL

Como ya se ha comentado en el capítulo anterior, hoy en día la maquinabilidad de los aceros se mejora de una manera eficaz gracias a la adición de elementos de aleación (S,Pb,Bi,Se,Te,Ca), ya que facilitan y favorecen las operaciones de corte. De este modo, un material puede ser mecanizado hacia el tamaño, forma y acabado superficial requeridos, produciendo piezas con el menor coste posible y además con un nivel de tolerancias adecuado y un acabado superficial bueno.

En este sentido, el presente trabajo ha estudiado aceros resultados en su mayoría con proporciones de azufre entre un 0.28-0.42 % en peso. Para los aceros no resultados estudiados, los niveles de azufre se varían entre un 0.042-0.057 % en peso.

3.1.1. Composición Química

A continuación se describirán los diferentes materiales que se han utilizado en el presente proyecto. Se han estudiado 8 aceros diferentes cuya composición se muestra en la Tabla 3 - 1. Se pueden clasificar en aceros resultados sin aleantes (S1, CSM9), aceros resultados aleados con Pb (SPb-1,SPb-2 Z), un acero resultado aleado con Pb y que además contiene Bi y Te que sustituye a parte del Pb (SPbBiTe), dos aceros inoxidable austeníticos, uno resultado y otro no resultado (AISI 303, AISI 304 respectivamente) y un acero de medio carbono (CSM38).

Tabla 3 - 1. Composición química en % peso de los aceros resulfurados

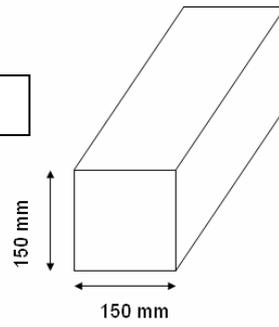
Acero	S-1		SPb-1		SPb-2		AISI	AISI	CSM38
	S-1	CSM9	SPb-1	Z	SPbBiTe	303	304		
C	0.07	0.09	0.072	0.07	0.06	0.07	0.026	0.37	
Mn	0.97	1.1	1.09	1.05	1.3	1.6	1.8	1.35	
Si	0.03	0.02	0.002	0.007	0.02	0.27	0.4	0.52	
P	0.066	0.076	0.057	-	0.066	0.032	0.04	0.012	
S	0.29	0.42	0.29	0.32	0.36	0.28	0.042	0.057	
Cr	0.03	0.18	0.017	-	0.023	18.25	18.25	0.13	
Ni	0.05	0.22	0.02	-	0	8.26	8.25	0.1	
Mo	0.011	0.09	0.002	-	0.002	0.43	0.39	0.01	
Cu	0.11	0.2	0.013	-	0.025	0.41	0.37	0.18	
Pb	-	-	0.31	0.31	0.25	0.001	0.001	0.001	
Bi	-	-	0.001	-	0.068	-	-	-	
Te	-	-	0.002	-	0.015	-	-	-	
Sn	0.005	-	0.003	-	0.003	0.012	0.01	0.011	
Al	0.002	-	0.001	-	0.001	0.004	0.004	0.021	
Ca	-	-	-	-	-	24*	35*	-	
N	-	-	0.010	-	0.008	706*	903*	106*	
Ti	-	<0.005	0.005	-	0.004	0.003	0.003	0.021	
V	-	0.11	0.003	-	0.003	0.04	0.003	0.091	
Nb	-	<0.005	0.001	-	0.001	-	-	0.001	
Mn/S	3.33	2.61	3.75	3.28	3.61	5.63	42.85	23.68	
(Mn/S)_c	3.58	2.67	3.59	3.32	3.02	3.65	16.64	13.05	

Para los aceros S-1, CSM9, CSM38, AISI 303, AISI 304 y SPb-2 Z se dispone de material directo de colada (material as-cast) y para los aceros SPb-1 y SPbBiTe se dispone tanto del material directo de colada como de su correspondiente material laminado. Todos los aceros son de fabricación industrial, proceden de diferentes acerías y por lo tanto tienen diferente geometría tanto en su forma directa de colada como en su forma laminada. En la Figura 3 - 1 se puede observar la geometría de los materiales.

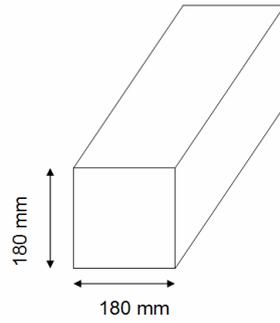
En el caso de los aceros directos de colada, los materiales S1, CSM9, CSM38, AISI 303 y AISI 304 fueron suministrados en forma de palanquilla (*billet*), mientras que de los materiales SPb-1, SPbBiTe y SPb2-Z se dispone de varias barras extraídas en diferentes posiciones de un palancón (*bloom*) de grandes dimensiones. Se denominará exterior (ext.) en el caso de que la barra haya sido extraída de la zona más superficial del palancón, y se nombrará como interior (int.) cuando la barra provenga de una posición interna. Por último, en el caso del material SPb2-Z sólo se dispone de muestras mecanizadas de las cuatro esquinas de una palanquilla de dimensiones desconocidas. En el caso de este material SPb2-Z se dispone de muestras obtenidas de la producción del material en horno BOS (SPb2-Z7) con diferentes (modificaciones en los polvos de colada y la velocidad de la misma) condiciones de colada (202, 204, 209 y 211) y también muestras procedentes de horno EAF (SPb2-Z9). De este último se tiene material anterior (SPb2-Z9 B) y posterior (SPb2-Z9 A) al tratamiento térmico industrial en el horno de recalentamiento. El resto de aceros proceden de horno EAF.

Los materiales SPb1 y SPbBiTe laminados tienen una geometría cuadrada.

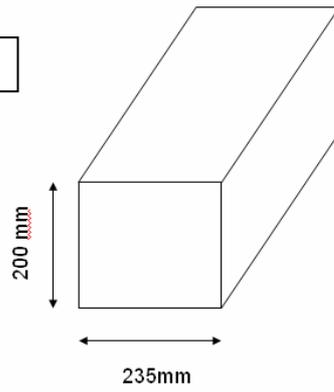
AISI 303 Y AISI 304



S-1



CSM38



Continúa en la siguiente página

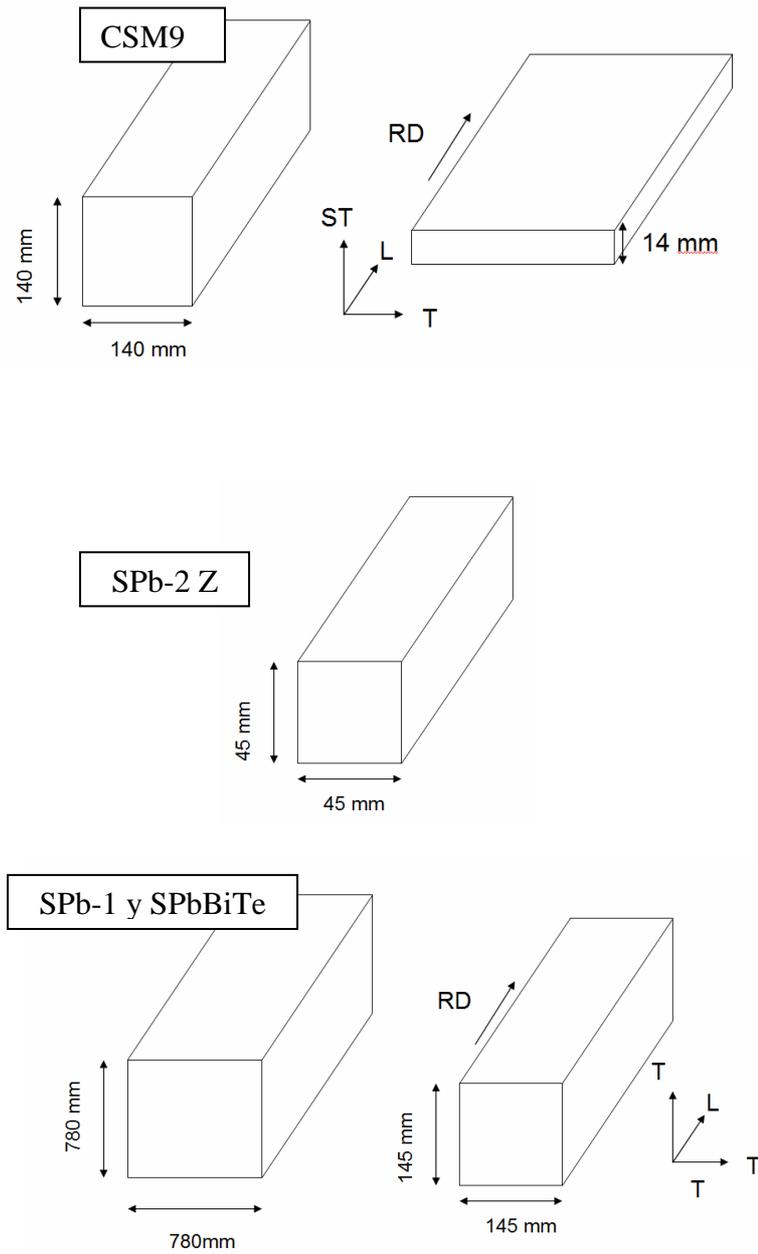


Figura 3 - 1. Geometría del material bruto de colada y laminado (RD marca la dirección de laminación)

3.2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En el siguiente apartado se expondrán las diferentes técnicas experimentales que se han utilizado durante el desarrollo de la tesis. El trabajo se ha centrado en el estudio del daño, ductilidad y cristalografía durante el conformado en caliente de aceros resulfurados. Se han realizado ensayos de laboratorio que permiten simular las etapas de desbaste durante las primeras pasadas de laminación a alta temperatura.

La simulación de la laminación industrial se ha llevado a cabo mediante ensayos de torsión y compresión en caliente a varias velocidades y temperaturas de deformación. Por un lado, se han realizado ensayos a rotura monótonos para evaluar la ductilidad de los aceros, así como ensayos monótonos interrumpidos para estudiar la evolución del daño y de diversos parámetros microestructurales durante la deformación. Por otro lado, se han realizado diversos tratamientos térmicos para determinar la influencia de las condiciones empleadas en el daño presente en el material, simulando los ciclos de calentamiento industrial a los que se ve sometido el material previamente a la laminación.

También se ha efectuado un estudio metalográfico exhaustivo de cada uno de los materiales tras los diversos tipos de ensayos, con el fin de relacionar los resultados de ductilidad y oxidación con alguna característica del material, tal como la presencia de inclusiones, teniendo en cuenta su distribución, tamaño, composición, forma, plasticidad, propiedades mecánicas, cristalografía, etc. Se han utilizado diversas técnicas, tales como la microscopía óptica, la microscopía electrónica de barrido (SEM), la microscopía electrónica de transmisión (TEM), difracción de electrones retrodispersados (EBSD), la microscopía de haz de iones focalizados (FIB) y la microscopía de fuerza atómica. En la Figura 3 - 2 se puede observar el esquema en el que se resume el plan de trabajo desarrollado.

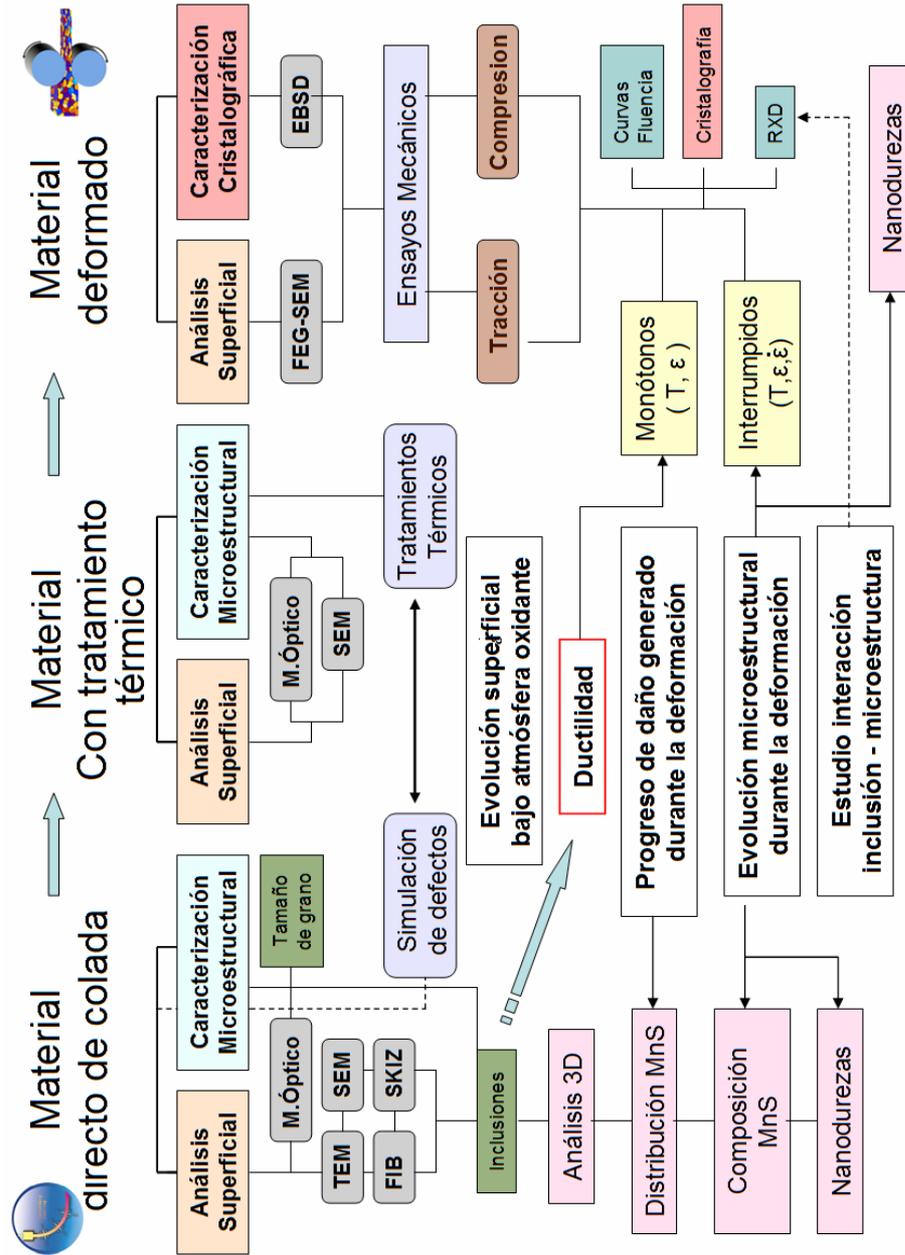


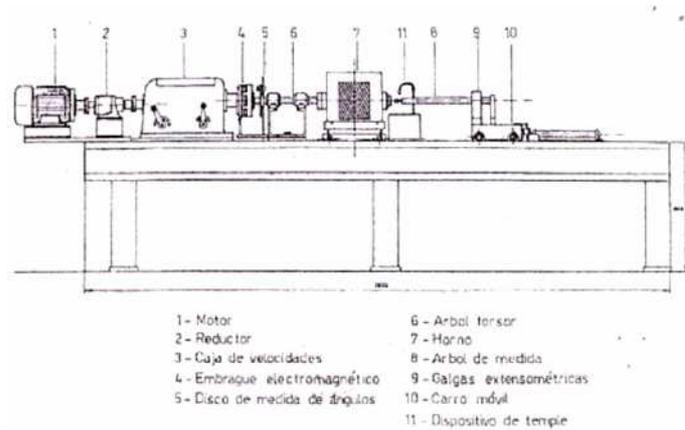
Figura 3 - 2. Esquema del plan de trabajo

3.2.1. Ensayos de deformación en caliente

3.2.1.1. Ensayos monótonos de torsión

3.2.1.1.1. Características de los equipos de deformación

Se han utilizado dos bancos de torsión diferentes para simular la laminación en caliente. En uno de ellos, denominado 'Banco I', se han realizado los ensayos monótonos interrumpidos y a rotura. Debido a las limitaciones que presenta este banco de torsión se ha utilizado también el 'Banco Javier Urcola', puesto que permite realizar ensayos con inversión del sentido de la deformación, ensayos a mayores velocidades de deformación y además dispone de un horno que permite alcanzar temperaturas más elevadas.



Continúa en la siguiente página



Figura 3 - 3. Esquema del `Banco de torsión I´

En la Figura 3 - 3 se puede observar el esquema del `Banco I´. Los bancos de torsión están compuestos básicamente por un motor, un embrague, una caja de velocidades, un sistema de medida del ángulo, un árbol torsor (que es el que aplica el par) y un árbol fijo (que es el que mide el par torsor aplicado). La velocidad máxima del `Banco I´ es 395 r.p.m y en el `Banco Javier Urcola´ 1295 r.p.m. El control del sistema es digital y se lleva a cabo mediante un programa de ordenador diseñado en el CEIT. Para la medición del ángulo girado se emplea un disco perforado y una célula fotoeléctrica. La celda de medida de carga está situada en el extremo fijo (árbol de medida) y está formada por cuatro bandas extensométricas en configuración de *punte Wheatstone* completo, de forma que sólo detecta la componente torsora del par. La salida de la señal de las galgas se recoge en un amplificador (San-ei AS1203), y una vez amplificada en el ordenador de control, se almacena junto con los valores correspondientes de ángulo girado y tiempo. El embrague es el encargado de transmitir el movimiento de giro del motor al árbol torsor y, por lo tanto, a la probeta.

Los bancos también disponen de un sistema que permite la extracción de la muestra del horno en el momento deseado, pudiendo entonces ser templada inmediatamente en agua, enfriada aceleradamente con aire comprimido o enfriada simplemente en

contacto con el aire. La extracción de la probeta se lleva a cabo mediante el accionamiento de un pistón neumático, que se acciona al recibir la señal de fin de ensayo del ordenador. Seguidamente, el detector de posición recibe la señal de final de carrera del pistón y acciona las electroválvulas que pone en funcionamiento la bomba de circuito de temple. De esta forma, el agua incide de forma continua directamente sobre la muestra `congelando' la microestructura de la misma.

En el caso del `Banco I' para el calentamiento de la probeta se ha empleado un horno radiante de geometría cilíndrica equipado con cuatro lámparas halógenas de 1000 W cada una. La luz infrarroja generada por las lámparas se focaliza mediante 4 espejos reflectores elípticos de aluminio. El sistema tiene el control de temperatura informatizado permitiendo la imposición de cualquier tipo de ciclo térmico, pudiéndose especificar las pendientes de calentamiento y enfriamiento, los tiempos de mantenimiento a determinada temperatura, etc. Sólo existen limitaciones inherentes al propio sistema de calentamiento en cuanto a velocidades de enfriamiento se refiere y en cuanto a que la temperatura máxima que permite alcanzar el horno es 1250°C. En el caso del `Banco Javier' el calentamiento de la probeta se ha realizado usando un horno de inducción de 25 kW de potencia de salida preparado para trabajar en la gama de medias frecuencias (de 20 a 50 kHz). El calentamiento en este horno se produce por disipación de calor por efecto Joule debido a corrientes inducidas en la probeta. Este horno también tiene el control de temperatura informatizado y permite alcanzar temperaturas alrededor de 1400°C.

El control de la temperatura de la muestra se ha llevado a cabo mediante la colocación de un termopar en el extremo del hombro de la misma. La temperatura de la probeta es la que el horno debe controlar según las especificaciones del ciclo térmico que se haya impuesto. Se han empleado un termopar tipo K (Chromel-Alumen) con un diámetro 1,5 mm para temperaturas de hasta 1300°C y se habría utilizado uno tipo R (Rhodium/Platinum) con un diámetro de 3 mm en caso de utilizar temperaturas mayores.

En la Figura 3 - 4 se puede ver el montaje utilizado en los ensayos de torsión. Se puede observar como en ambos hornos la probeta está situada dentro de una cámara cerrada, formada por unos apoyos metálicos y un tubo de cuarzo transparente. Por esta cámara se hace circular gas argón con objeto de evitar la oxidación de la probeta durante el ensayo de calentamiento y deformación. En el caso del horno de inducción se puede ver la probeta en proceso de calentamiento rodeada por las espiras del transformador de inducción.

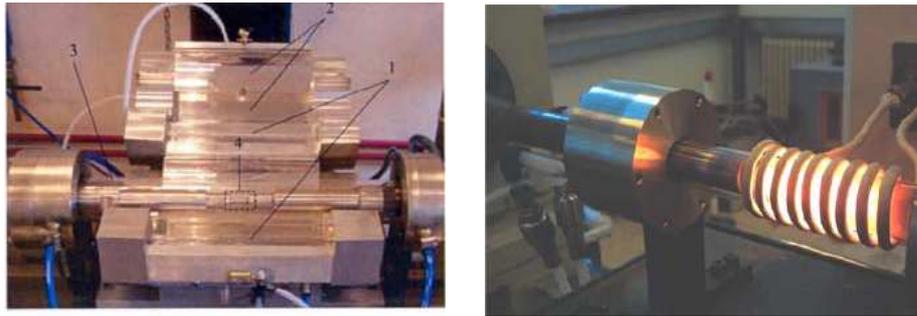


Figura 3 - 4. Montaje utilizado en los ensayos de torsión: a) horno de radiación y b) horno de inducción.

La geometría de las probetas de torsión es cilíndrica con una sección delgada de 7,5 mm de diámetro y una longitud efectiva de deformación de 17 mm. Dependiendo del tipo de material, las probetas se mecanizaron en diferente dirección. En el material bruto de colada las probetas fueron mecanizadas en la dirección de colada y en el material laminado se mecanizaron en la dirección transversal y longitudinal respecto a la dirección de laminación.

3.2.1.1.2. Tratamiento de los datos tras los ensayos de torsión

El banco de torsión dispone de un programa para la transformación de los datos de salida de la máquina, par torsor-ángulo girado, en tensión-deformación. En este apartado se exponen los fundamentos en los que se basa dicho programa.

Aunque en un ensayo de torsión la velocidad de giro, $\dot{\theta}$, permanece constante, tanto la velocidad de deformación, $\dot{\epsilon}$, como la propia deformación, ϵ_r , varían a lo largo de la probeta [1]. La deformación a cortadura, γ_r , en un punto situado a un radio r viene dado por la Ec. 3 - 1:

$$\gamma_r = \frac{r}{l} \theta \quad \text{Ec.3 - 1}$$

donde l es la longitud de la probeta y θ el ángulo girado. Por tanto, la velocidad de deformación a cortadura será (Ec. 3 - 2)

$$\dot{\gamma}_r = \frac{r}{l} \dot{\theta} \quad \text{Ec.3 - 2}$$

El gradiente radial de deformaciones complica la obtención de la tensión de cortadura, τ , a partir de los valores del par torsor, Γ . Fields y Backoffen [2] dedujeron la siguiente expresión (Ec. 3 - 3) para la tensión de cortadura en la superficie de la probeta ($r=R$), siendo R el radio de la probeta:

$$\tau = \frac{\Gamma}{2 \cdot \pi \cdot R^3} \cdot (3 + m + n) \quad \text{Ec. 3 - 3}$$

donde los valores n y m de la Ec. 3 - 3 se calculan haciendo uso de las expresiones:

$$n = \left(\frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{\theta}} \right)_{\theta, T} \quad \text{velocidad de endurecimiento por deformación}$$

Ec. 3 - 4

$$m = \left(\frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{\theta}} \right)_{\theta, T} \quad \text{sensibilidad a la velocidad de deformación}$$

Ec. 3 - 5

El valor de n es calculado por el programa de ordenador a partir de los datos registrados (Par torsor-Ángulo girado) en los ensayos de torsión. Sin embargo, el cálculo del parámetro m para cada ángulo requiere la realización de varios ensayos de torsión a una misma temperatura de deformación, pero utilizando diferentes velocidades de deformación. No siempre se dispone de varios ensayos a diferentes velocidades de deformación, por lo que en ciertas ocasiones se ha considerado que el valor de m permanece constante. En el CEIT, fruto de la experiencia acumulada se suele tomar m igual a 0,07.

Una vez obtenidos los valores de tensión a cortadura según la Ec. 3.3, aplicando el criterio de Von Mises [3], la tensión y deformación equivalentes vienen dadas por las Ec. 3 - 6 y 3 - 7 siguientes:

$$\sigma = \sqrt{3} \cdot \tau \quad \text{Ec. 3 - 6}$$

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad \text{Ec. 3 - 7}$$

Con estos valores se obtienen las curvas Tensión-Deformación correspondientes a la superficie de la probeta de torsión.

3.2.1.2. Ensayos de compresión

Los ensayos de dilatometría se han llevado a cabo en un equipo Bähr DIL805A/D (el montaje del interior de la cámara se puede ver en la Figura 3 - 5) que aplica compresión uniaxial. La ventaja de este tipo de ensayo es la pequeña cantidad de material necesaria para realizar los ensayos, probetas cilíndricas de 10 mm de longitud y 5 mm diámetro.

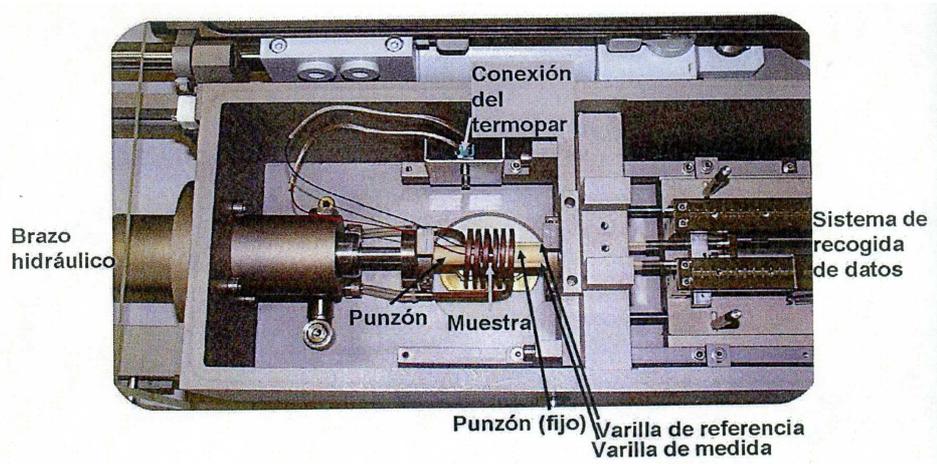


Figura 3 - 5. Esquema del montaje de la muestra en el interior de la cámara del dilatómetro Bähr DIL805D

En la superficie de la parte central de la probeta cilíndrica se suelda el termopar tipo S de Pt-Pt/Rh 10% (Figura 3 - 6) que irá conectado al equipo con el fin de medir la temperatura de la superficie en todo momento

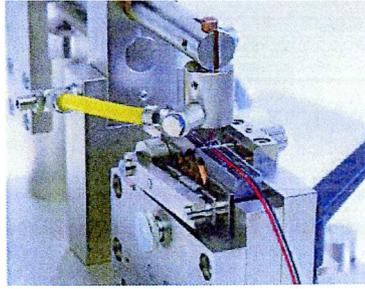


Figura 3 - 6. El termopar es soldado a la muestra mediante “spot welding”

En el interior de la cámara del dilatómetro, la muestra se sujeta entre dos punzones. Un punzón está fijo y el otro aplica la deformación mediante el movimiento de un brazo hidráulico. El punzón fijo tiene a cada lado dos varillas, una de ellas sirve de referencia y la otra se emplea para medir el cambio de longitud de la muestra.

La muestra centrada entre los dos punzones se introduce en el centro de las espiras de inducción, donde en su parte interior consta de unos orificios para expulsar el gas (puede ser Ar o He) utilizado para enfriar la muestra. Tras la colocación de la muestra, se hace vacío en la cámara y el sistema procede a realizar un ensayo termomecánico que previamente se ha programado.

3.2.1.3. Condiciones de deformación en los ensayos

En la Tabla 3 - 2 se muestra un resumen de las condiciones de deformación que se han utilizado para la realización de los ensayos de torsión y compresión, en relación a las deformaciones, temperaturas y velocidades de deformación empleadas.

Tabla 3 - 2. Condiciones de los ensayos de torsión y compresión realizados

Ensayo	Temperatura (°C)	Velocidad de deformación (s ⁻¹)	Deformación
Torsión	1100	1	0,2
	1200		0,2
	1100		0,5
	1200		0,5
	1200		1
	1100		1,5
	1200		2
	1200		2,5
Torsion	1100	5	0,5
	1200		0,5
	1100		1
	1200		1
	1200		1,5
Compresión	1100	1	0,2
	1200		0,2
	1100		0,5
	1200		0,5
	1100		1
	1200		1

3.2.2. Preagrietamiento por fatiga y Tratamientos térmicos

3.2.2.1. Metodología para la generación de grietas por fatiga

Con el objetivo exclusivo de generar probetas preagrietadas, se han realizado ensayos de fatiga por flexión en 3 y 4 puntos, 3PB y 4PB respectivamente, cuyo montaje se observa en la Figura 3 - 7.

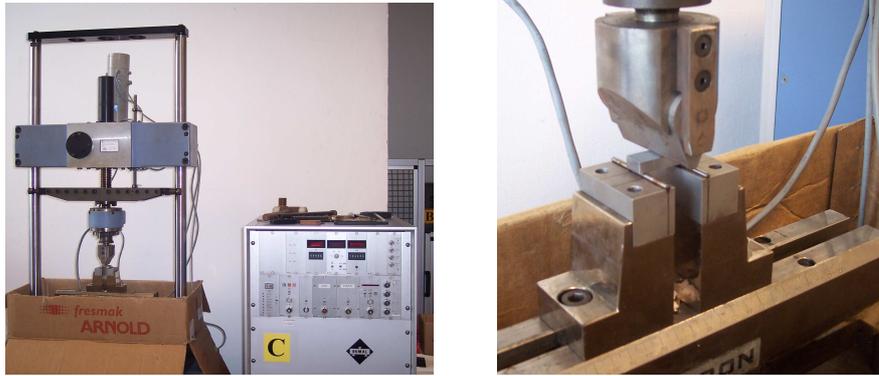


Figura 3 - 7. Montaje del equipo de fatiga para la generación de probetas preagrietadas

Las probetas (85x8x4) son colocadas entre dos cabezales, superior e inferior y el contacto con ellos es realizado mediante unos apoyos en forma de rodillo situados en el cabezal inferior. Mientras el cabezal inferior se mantiene fijo, es el cabezal superior el que se desplaza y permite la transmisión de la fuerza, previamente introducida en el software de control de la máquina

Tras la introducción de los valores de carga estática, es decir el valor de carga medio, y los valores de carga dinámica (la amplitud de la onda sinusoidal generada), la generación de la grieta se controla con un control preciso de la frecuencia, de modo que cuando haya una caída en la frecuencia del orden de 1 Hz, el ensayo se para de forma automática, indicando que se ha generado una grieta en la probeta ensayada.

El esquema de las ondas sinusoidales que pueden ser generadas se muestra en la Figura 3 - 8. Los valores numéricos de frecuencia, amplitudes y valores medios utilizados en los ensayos de fatiga, recaen fuera de ámbito del presente trabajo. El interés se ha centrado únicamente en la obtención de probetas preagrietadas.

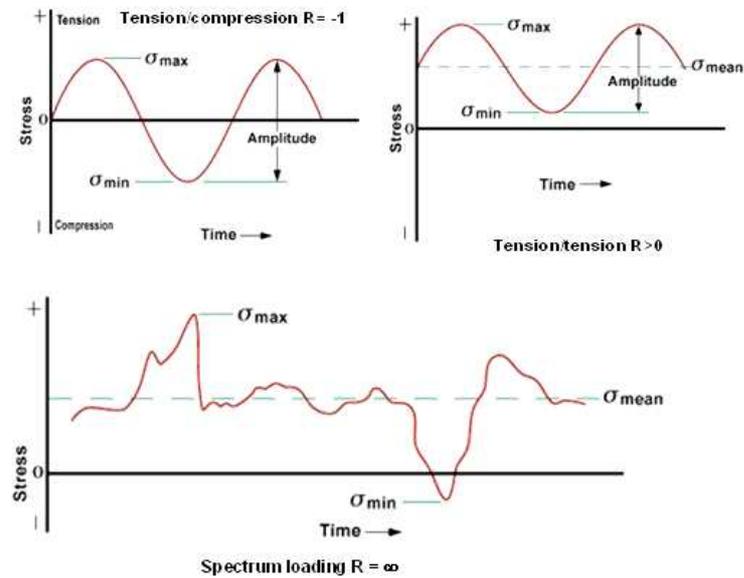


Figura 3 - 8. Esquema de ondas sinusoidales generadas en el equipo de fatiga

3.2.2.2. Metodología para la realización de tratamientos térmicos

Los tratamientos térmicos sobre las probetas de fatiga preagrietadas, se realizaron en un horno VEKSTAR dotado de 4 tubos de alúmina y que es capaz de alcanzar los 1400°C. La ventaja de este horno es que, trabajando a la misma temperatura, se pueden emplear hasta 4 atmosferas distintas a la vez. En la Figura 3 - 9 se muestra el horno utilizado para llevar a cabo dichos ensayos de oxidación.



Figura 3 - 9. Horno Vekstar de 4 tubos

Una vez introducidas las muestras y cerrado el sistema, es importante realizar un control de fugas, para evitar la emisión de gases tóxicos a la atmósfera, como el CO. Para ello el sistema se cierra completamente de manera que el gas o mezcla de gases que se introduce como atmósfera no tenga otra salida que las posibles zonas de fuga existentes en el montaje. Seguidamente se abre la bombona de argón hasta alcanzar una presión superior a la atmosférica y una vez que el circuito este completamente lleno, ésta se cierra comprobando que la presión interna no disminuye. Si existiera alguna fuga, hay que verificar el sistema para localizarla antes de comenzar el ciclo.

Las probetas que van a ser sometidas al tratamiento térmico, se depositan sobre una bandeja de alúmina y se colocan en la zona central del horno que está a la temperatura de trabajo, mientras circula el gas de la atmósfera que se va a emplear.

Los ensayos en los que se necesita vapor de agua, éste se consigue haciendo barbotear el gas de entrada al horno por un matraz con agua a la temperatura requerida. Es importante que las tuberías que llevan el gas al interior del tubo estén calefactadas para que el agua no condense antes de llegar al horno. El esquema del montaje utilizado en el horno con presencia de vapor de agua se muestra en la Figura 3 - 10.



Figura 3 - 10. Montaje para los ciclos de oxidación en presencia de vapor de agua en horno de 4 tubos

Para la obtención de algunas atmósferas empleadas en el desarrollo de esta tesis se ha empleado un mezclador de gases (Figura 3 - 11). El Bronkhorst High Tech B.V. serie E-7000 es un sistema de control de flujo de masa con sensores de presión dotado de 3 canales de control. Se trata de un equipo de medición calibrado para gases como N_2 , H_2 , CO , CO_2 y CH_4 , para la medición de flujos de gas hasta 700 bares, prácticamente independiente a cambios de temperatura y presión.



Figura 3 - 11. Mezclador Bronkhorst High Tech B.V. serie E-7000

3.2.3. Técnicas de caracterización microestructural

El estudio microestructural de los materiales se ha llevado a cabo mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM y FEG-SEM), microscopía electrónica de transmisión (TEM), microscopía de haz de iones focalizados (FIB) y microscopía de fuerza atómica, tras preparar las muestras metalográficamente. El estudio cristalográfico se ha realizado mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

3.2.3.1. Preparación Metalográfica

Tras el corte de las probetas, se han engastado en baquelita conductora, para poder observarlas tanto en el microscopio óptico como en los electrónicos de barrido (SEM, FEG-SEM) y de haz de iones (FIB). Las probetas, una vez engastadas, se han pulido: en primer lugar se han lijado con una serie de lijas de SiC, de tamaño decreciente, para posteriormente ser pulidas con diamante de 6, 3 y 1 μm hasta conseguir brillo especular. Esta misma ruta se ha seguido en las probetas utilizadas para la medida de las propiedades mecánicas, con la salvedad de que las probetas para ensayos de nanoindentación y EBSD se han pulido además durante 2 horas con sílice coloidal.

Algunas de las probetas ya pulidas, han sido sometidas a diversos ataques químicos y electroquímicos (Tabla 3 - 3) antes de ser observadas en el microscopio óptico y en el SEM con el objetivo de poder medir el tamaño de grano de la austenita así como identificar la estructura dendrítica del proceso de solidificación. Para poder observar la microestructura en el microscopio óptico, es preciso atacar la superficie con un reactivo específico en función de la microestructura que se quiera analizar. Las juntas de grano de la austenita se revelan introduciendo la superficie de la muestra en una disolución de ácido pícrico en agua destilada con unas gotas de ácido clorhídrico y detergente. El reactivo muestra las antiguas juntas de grano austenítico. Este ataque se utiliza en muestras templadas.

Por otro lado, la estructura dendrítica, propia de la solidificación, se ha revelado a través de la realización de un ataque electroquímico con una solución de ácido perclórico y etanol.

Tabla 3 - 3. Ataques químicos empleados y sus aplicaciones

Compuesto	Tipo-Ataque Químico	Aplicación
HCl + ácido pícrico	Químico	Revelado de junta de grano de la antigua austenita para la medición del tamaño de grano
HClO ₄ +Etanol	Electroquímico	Revelado de la estructura dendrítica de solidificación

Para la preparación de láminas delgadas o foils para la microscopía de transmisión (TEM), primero se cortan unas láminas de aproximadamente 1mm de espesor por corte de precisión del material objeto de estudio. De estas láminas se extraen discos de 3 mm de diámetro mediante electroerosión, utilizando el equipo de Spark Erosion Machine of Materials Science N.W.LTD. La electroerosión se realiza con la lámina sumergida en petróleo, siendo el electrodo un tubo de Cu. Estos discos son rebajados con lijas hasta conseguir discos de aproximadamente 150µm de espesor. Una vez rebajados, para conseguir una zona transparente se recurre al electropulido. Dicho electropulido se lleva a cabo en la electropulidora TECUPOL-5 utilizando como electrolito 10% de ácido perclórico en etanol. Hay que señalar que en algunos casos se a utilizado el adelgazamiento iónico, en lugar del electropulido, a través de un equipo PIPS (Precision Ion Polishing System) de la marca Gatan, en el que se ataca el foil de forma localizada con dos haces casi rasantes de iones de modo que producen una erosión de la muestra hasta que finalmente se abre un orificio en la zona central. En los bordes de este orificio es donde se encuentran las zonas electrónicamente transparente óptimas para su visualización en el TEM.

3.2.3.2. Sección de observación para la caracterización de probetas

Las probetas ensayadas se caracterizan microestructuralmente en una sección específica de las mismas. A continuación se detallará cuales son estas posiciones en las probetas de dilatometría y de torsión

Probetas de dilatometría

Tras realizar los ensayos descritos en el apartado de los ensayos de torsión y compresión, las muestras son pulidas generalmente en la sección longitudinal hasta la posición de deformación nominal calculada mediante elementos finitos [4]. Esta posición varia dependiendo de la deformación aplicada (en la Figura 3 - 12 se muestra un ejemplo de deformación 1 en una probeta de dilatometría). Las probetas se caracterizan metalográficamente en la sección marcada por la línea. La microestructura de deformación de las inclusiones ha sido analizada mediante SEM y su cristalografía mediante EBSD.

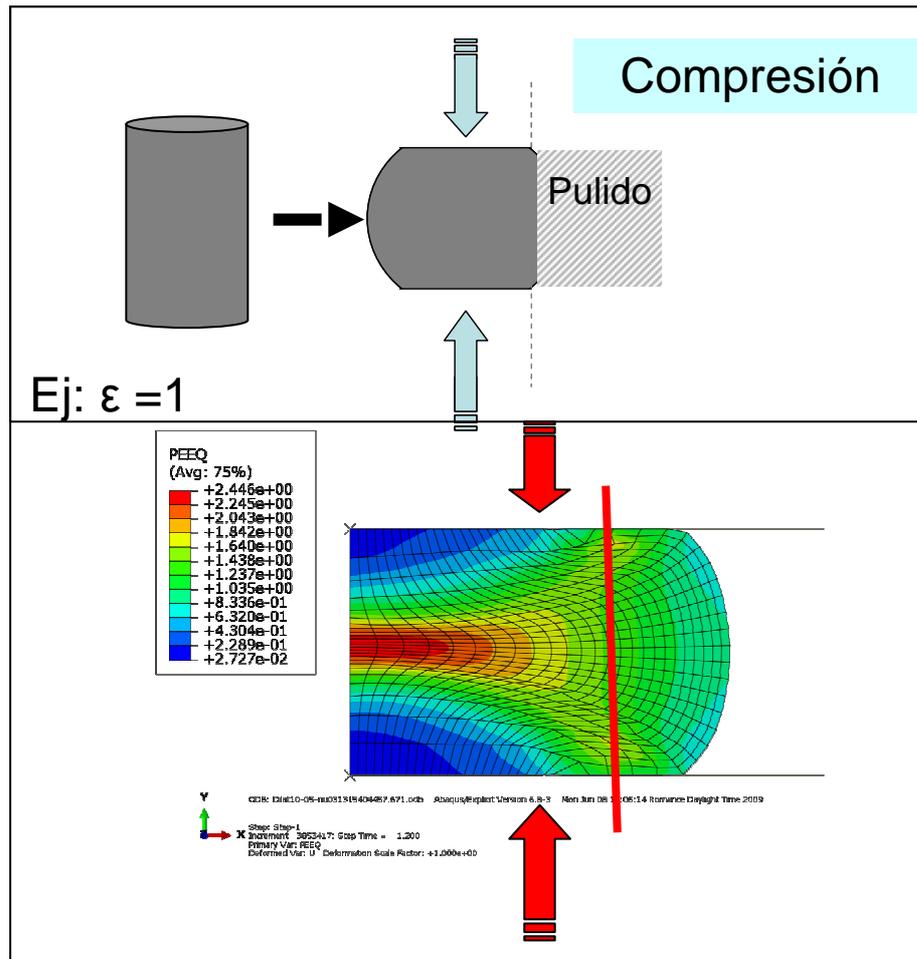


Figura 3 - 12. a) Esquema de la probeta de dilatación b) Análisis de elementos finitos correspondientes a una probeta de dilatación deformada a 1 y la sección de observación

Probetas de Torsión

Para la caracterización de las probetas de torsión se ha analizado una sección paralela al eje de la probeta situada a una distancia $0.9R$, siendo R el radio exterior de la probeta. Esta zona se conoce como la “subsurface” y se puede ver de forma esquemática en la Figura 3 - 13. Tal como indican las ecuaciones Ec. 3 - 1 y 3 - 2 la deformación y la velocidad de deformación aumentan al alejarse del eje central, debido a ello es de esperar que la deformación de las inclusiones sea distinta dependiendo del plano de observación. Por ello, se ha elegido la sección $0.9R$ dada la proximidad con la superficie de la probeta, ya que se asume que la microestructura y deformación en esta zona serán casi idénticas a las de la superficie y pueden relacionarse con las curvas tensión- deformación calculadas a partir de las ecuaciones Ec. 3 - 4, 3 - 5.

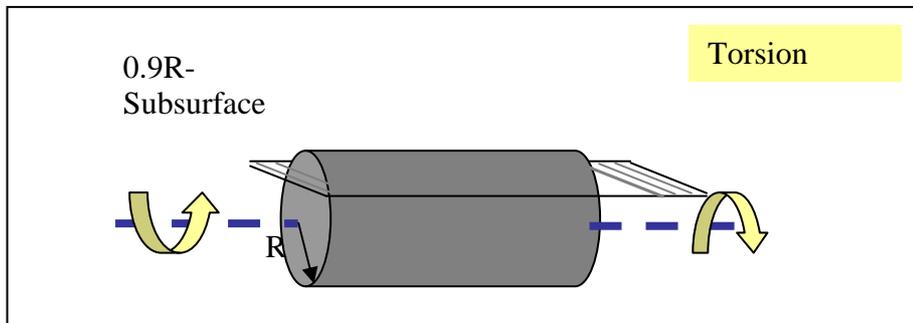


Figura 3 - 13. Esquema de la sección visualizada (*sub-surface*) en los ensayos de torsión

3.2.3.3. Microscopía Óptica

Se ha empleado un microscopio óptico Leica Reichert MeF4A para observar las probetas, donde se ha efectuado la caracterización microestructural tanto de los ensayos mecánicos como de los tratamientos térmicos realizados

El microscopio utilizado para la caracterización de las diferentes probetas a baja resolución es de la marca Leica, Reichert meF4A. Para la observación de las muestras en el microscopio, éstas deben presentar una superficie totalmente lisa, la cual se ha obtenido en el proceso de pulido y ataque químico explicado en el apartado de caracterización metalográfica.

El microscopio está dotado de una cámara CCD para la adquisición de imágenes por ordenador y éste último dispone del programa para el análisis de imágenes LEICA QWin Pro 2.3

Medida del tamaño de grano

Las medidas de tamaño de grano de austenita se han realizado tanto en la zona no deformada (hombro) como en la zona deformada (zona recta). La medida del tamaño de grano en la zona no deformada permite conocer el tamaño de grano previo a la deformación, D_0 . En la zona deformada se mide el tamaño de grano de austenita recristalizado dinámicamente, D_{r-d}

Puesto que el revelado de la junta de grano no es uniforme y en algunos casos no es posible identificar todos los granos, para calcular el tamaño de grano se ha utilizado el método del Diámetro equivalente medio. El programa Leica QWin Pro, permite medir cada grano de forma independiente. Una vez identificados todos los granos, el programa calcula el área que ocupa cada uno de ellos y le asigna el diámetro equivalente o diámetro de la circunferencia que ocupa la misma área. De la medida de los granos individuales se obtiene el valor del Diámetro Equivalente Medio y además se puede obtener la distribución de los tamaños de grano.

Aunque el revelado de las juntas de grano es complicado en los aceros resulfurados, en la mayoría de los casos el número de medidas fue lo suficientemente alto como para garantizar que el error de la medida al 95% de confianza fuera inferior al 5%.

3.2.3.4. Microscopía Electrónica de Barrido: SEM y FEG-SEM

SEM

Los microscopios electrónico de barrido (SEM: *Scanning Electron Microscope*) empleados son el microscopio Philips XL30 y el XL30CP, ambos de la marca Philips. Entre sus características principales está la energía máxima del haz electrónico que es de 30 keV, producido en un filamento de wolframio. Estos microscopios pueden formar imágenes con electrones retrodispersados (contraste atómico) y/o secundarios (contraste topográfico).

Mediante la utilización del SEM como detector de electrones retrodispersados (BSE) es posible distinguir el plomo y otras fases, inclusiones o precipitados por contraste atómico, lo cual no es posible con el microscopio óptico. El plomo, al ser un metal pesado, se ve en la imagen que proporciona el BSE de color blanco. De este modo, el analizador de energías de rayos-X EDAX DX-4, del que están dotados estos microscopios, permite analizar la composición química de un punto (análisis EDAX) o de una zona (análisis EDAX-*Mapping*) de interés de la probeta.

En el microscopio XL30CP, se puede además llevar a cabo la técnica de microscopía de imagen por orientación (OIM: *Orientation Imaging Microscopy*). Mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD: *Electron Back Scatter Diffraction*) del SEM y la aplicación de esta microscopía de imagen por orientación (OIM), se puede realizar una caracterización cristalográfica (análisis de orientaciones cristalográficas) del material.

FEG-SEM

La identificación de inclusiones $<1\mu\text{m}$, así como al caracterización del resto de inclusiones tanto microestructural como cristalográficamente, se ha llevado a cabo mediante el FEG-SEM (Figura 3 - 14). La microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FEG-SEM), se ha realizado en un equipo JEOL JSM-7100F. El empleo de este tipo de microscopio permite la observación de la microestructura a alta resolución, y además, es posible lograr imágenes con mejor brillo y contraste, menor distorsión electrostática y alcanzar una resolución 3-6 veces mayor que con el SEM.



Figura 3 - 14. Microscopio Electrónico de Barrido de precisión (FEG-SEM)

3.2.3.5. Microscopía Electrónica de Transmisión: TEM

Para un estudio más preciso de la composición química de las inclusiones de MnS a muy alta resolución, las láminas delgadas o foils son introducidos en el Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM,

Figura 3 - 15) de la marca JEOL, modelo JEM 2100, con filamento termoiónico de LaB_6 , operando a un potencial de 200 keV. La composición química se analiza mediante EDS (espectroscopía de energía dispersada) mediante el analizador INCA de la marca Oxford acoplado al microscopio.



Figura 3 - 15. Microscopio Electrónico de Transmisión: TEM

3.2.3.6. Microscopía de Haz de Iones Focalizado: FIB

La técnica de haz de iones enfocado (*Focused Ion Beam*, FIB) se ha utilizado para la eliminación selectiva de material con objeto de realizar secciones transversales para la caracterización microestructural de inclusiones en 3D.

El equipo utilizado fue un Dual Beam Quanta 3D FEG. El equipo está compuesto por dos cañones, uno de electrones y otro de iones, que forman un ángulo de 52° entre sí.

El cañón de electrones funciona como un FEG-SEM convencional, según se explicó en apartados anteriores. Por otro lado, en el cañón de iones, éstos son extraídos de una fuente de iones de metal líquido de galio, para posteriormente ser acelerados y alineados. Finalmente son enfocados por una serie de aperturas y lentes electrostáticas hacia la zona de interés. El voltaje de aceleración es de 30 kV y la corriente de 1 pA a 65 nA en 15 pasos.

El procedimiento utilizado para la obtención de secciones transversales ha sido el siguiente.

En primer lugar, se deposita una capa de platino, de entre 2 y 3 µm de espesor, con el fin de proteger la superficie a examinar. Una vez depositada esta capa, se realiza una trinchera adyacente al depósito de platino empleando el haz de iones de galio.

Posteriormente, se realizan varias limpiezas de la pared de la trinchera utilizando el haz de iones a corrientes bajas. Con este último paso se consigue una buena calidad de pulido que permite su observación y la obtención de imágenes con el haz de electrones o el de iones.

Aunque no se presentará ningún resultado al respecto, hay que tener en cuenta que utilizando el FIB es posible la obtención de reconstrucciones 3D, siguiendo este método. En principio es necesario obtener una sección transversal limpia con el procedimiento explicado anteriormente. Una vez realizada la sección transversal y una vez seleccionada el área para la reconstrucción 3D, se debe activar el módulo “slice and view”. Este módulo tiene en cuenta mecanizados de secciones transversales equiespaciados en la muestra y guarda una imagen por cada corte ejecutado. Finalmente se utiliza un software especial para el procesamiento de imágenes (AMIRA) para realizar la reconstrucción en 3D.

3.2.3.7. Difracción de Electrones Retrodispersados: EBSD

A continuación se explicará la técnica EBSD, que ha sido la utilizada para la caracterización cristalográfica del material. Algunos conceptos básicos de cristalografía se pueden consultar en el Anexo del presente capítulo.

3.2.3.7.1. Método de análisis

La técnica de Difracción de Electrones Retrodispersados, más comúnmente conocida como EBSD, se basa en la adquisición de patrones de difracción o líneas de Kikuchi (Figura 3 - 16) de las muestras que previamente han sido introducidas en el microscopio electrónico.

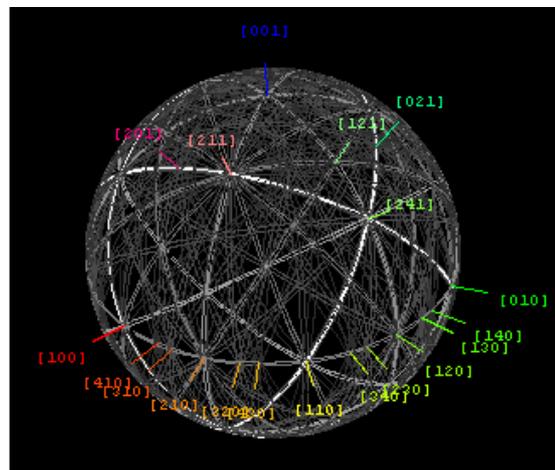


Figura 3 - 16. Patrón de difracción o líneas de Kikuchi con indexado

El término “microscopía de orientación de imágenes” o OIM ha sido utilizado para describir los análisis de área, aunque los términos “mapa de orientación” o “barrido EBSD” son de uso común. Una innovación más reciente ha sido el uso de EBSD en conjunto con el cañón de emisión de campo (FEG-SEM), cuyo aumento de resolución espacial ha permitido ampliar la gama de aplicaciones EBSD. Esta técnica junto con su aplicación OIM ya comentada, son herramientas muy utilizadas para el análisis de microestructuras y su caracterización metalográfica [5].

El EBSD se lleva a cabo sobre una muestra que se inclina entre 60 y 70° con respecto a la horizontal. Esta es la mejor posición para la muestra en el montaje de modo que la superficie sea normal al haz de electrones, que es la posición óptima para examinar la microestructura utilizando electrones retrodispersados.

La técnica de EBSD se utiliza cada vez más para la distinción de fases en el material y para la identificación de la estructura cristalina así como para la determinación de las relaciones locales entre ésta y la microestructura. Para este tipo de trabajo se requiere un patrón de difracción de muy alta calidad y esto normalmente se adquiere a través de un lento análisis de la cámara CCD.

En el presente trabajo los barridos de EBSD se han realizado en un equipo EBSD/OIMTM modelo 4000, acoplado al microscopio electrónico de barrido modelo Philips XL30CP y acoplado también al equipo del microscopio de emisión de campo FEG-SEM. La estructura del sistema completo de EBSD se observa en la Figura 3 - 17. Después de obtener los datos, el software de OIMTM permite analizar, manipular y visualizar los mismos y se obtienen generalmente en forma de mapas, que se explicaran más detalladamente en el apartado de análisis de datos mediante imagen.

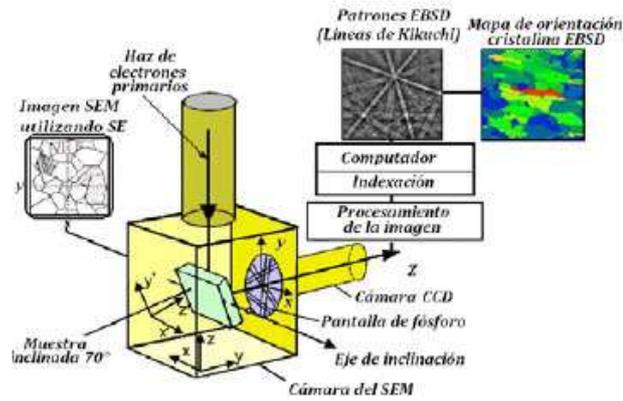


Figura 3 - 17. Esquema del EBSD [6]

Hay que tener en cuenta que cuando el haz de electrones incide sobre la muestra, parte de la señal (electrones energéticos y en condiciones de Bragg) son difractados por los planos de la red presentes en la muestra. Cada familia de planos $\{h k l\}$ da lugar a dos conos planos de difracción cada uno de ellos pertenecientes a la superficie superior e inferior de los planos del cristal. La pantalla de fósforo captura los conos de difracción en forma de un par de secciones cónicas paralelas. Estas secciones son tan estrechas que aparentan ser líneas paralelas. Éstas son las líneas de Kikuchi anteriormente comentadas y cada par de líneas paralelas corresponde a una banda de Kikuchi. El ancho de la banda depende del espaciado interplanar, de manera que el patrón completo de bandas de Kikuchi engloba todas las relaciones angulares en el cristal y, por lo tanto, contienen implícitamente la simetría del cristal. La intersección de dos o más bandas corresponde a un eje de zona y representa la normal a un plano en la muestra. La detección de bandas se realiza a partir de la transformación de Hough que permite transformar líneas del espacio de imágenes en puntos simples en el espacio de Hough. A partir de los picos de máxima intensidad en el espacio de Hough se obtiene el indexado del patrón experimental (Figura 3 - 16).

3.2.3.7.2. Análisis de datos mediante OIM™ Análisis 4.6

El programa OIM™ analysis 4.6, que hace referencia a la microscopía de orientación de imágenes) permite tratar y analizar los datos obtenidos de los barridos de EBSD mediante diferentes variables. A continuación se explicarán los parámetros más importantes que se han utilizado [7].

Diámetro Equivalente

Se llama diámetro equivalente al diámetro de un círculo con idéntica área interior que el grano a medir. Este parámetro se suele utilizar para cuantificar el tamaño de grano de cada estructura barrida, definiendo el grano con tolerancia de 15° (juntas de alto ángulo) y 4° (juntas de bajo ángulo).

Ángulos de desorientación

Se ha estudiado la distribución de los ángulos de desorientación dependiendo de diversos factores de procesamiento de los materiales. Para ello, de todos los barridos de EBSD se obtendrá la distribución de los ángulos a partir de los 4°.

Mapas de desorientación

Se tratan de representaciones de la distancia en ángulo (desorientación) entre un punto definido y cualquier otro dentro de una región determinada. En otras palabras, escogido un punto, mediante una escala de colores (o grises) es posible conocer la desorientación de este punto respecto a cualquier otro punto en una zona definida. Esta zona definida se ha elegido como la inclusión al que pertenece dicho punto. Un ejemplo de este tipo de mapa se ve en la Figura 3 - 18.

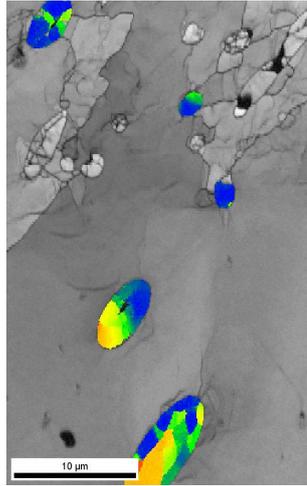


Figura 3 - 18. Foto de mapa de desorientación

Mapas de juntas

Los mapas de juntas señalan segmentos entre puntos contiguos que tienen una desorientación relativa en un intervalo dado. En la Figura 3 - 19, se ha pintado la red de hexágonos (un punto, un hexágono) en gris. Si la desorientación entre dos hexágonos adyacentes (θ_{ij}) se encuentra dentro del intervalo de desorientación limitado por un ángulo de desorientación mínimo α , y un ángulo de desorientación máximo, β , entonces el segmento que los separa se pinta en negro.

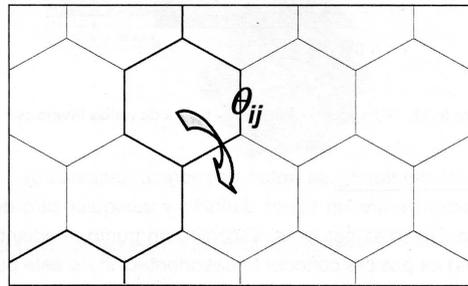


Figura 3 - 19. Mapa de puntos (hexágonos en gris) donde se ha superpuesto un mapa de juntas (segmentos en negro)

En este trabajo se han utilizado diferentes intervalos de desorientación para caracterizar las juntas de bajo ángulo [4-15°] y las juntas de alto ángulo [15°-180]

Mapas de figuras de polos inversos (IPF)

A cada punto del barrido se le asigna un color dependiendo de su orientación cristalográfica relativa de acuerdo con los colores del triángulo fundamental de la figura de polos inversos mostrado en la Figura 3 - 20. En un barrido donde el patrón es un cristal cúbico, el rojo es asignado a la dirección cristalográfica [001], el verde a la [101] y el azul a la [111] ([8]). De esta forma, una vez fijada una dirección externa, a cada punto del barrido se le asocia una dirección cristalográfica (paralela a la dirección externa) conforme al triángulo unitario de colores. Por ejemplo, si un punto esta orientado de tal forma que la dirección cristalográfica alineada con la dirección de la muestra es cercana a la dirección [112], entre las direcciones de [001] (rojo) y [111] (azul), entonces ese punto será de color morado.

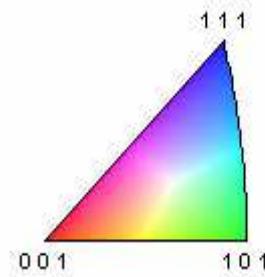


Figura 3 - 20. Figura de Triangulo fundamental de la figura de polos inversos para un cristal cúbico

Mapas de calidad de imagen (mapa IQ)

Este tipo de mapas proporcionan una imagen en tonos de grises de la zona barrida. Para representar este tipo de mapas, el programa OIM compara los patrones reales de electrones retrodispersados con los patrones teóricos y asigna un tono de gris a cada punto, más oscuro

cuanto más se aleja del patrón teórico. De esta forma, las zonas más distorsionadas del material, como pueden ser las juntas de grano, aparecerán en tonos más oscuros (la difracción en la junta de grano presentará una distorsión, pues se superponen los patrones de uno y otro grano). Los mapas de calidad de imagen se corresponden bastante bien a las imágenes obtenidas por microscopía óptica, en cuanto a la microestructura (revelado de juntas) se refiere.

Mapas de Kernel - Desorientación media de Kernel (KAM)

Los mapas de Kernel, como su propio nombre indica, son unos mapas de las desorientaciones medias de Kernel (KAM) obtenidas para cada punto. El Kernel es la media de las desorientaciones de un punto con respecto a sus vecinos que pueden ser primeros vecinos, segundos o terceros. Como se muestra en la Figura 3 - 21 para calcular el valor de desorientación media de Kernel del punto negro de los primeros vecinos, se mide las desorientaciones de los puntos pintados en azul con respecto al origen y se calcula la media. Para el cálculo de los segundos y terceros vecinos se miden las desorientaciones de los puntos en blanco y rojo, respectivamente.

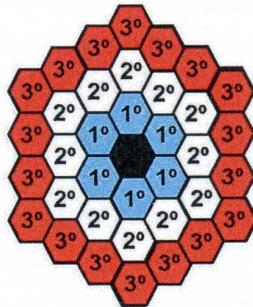


Figura 3 - 21. Esquema de los 1°, 2° y 3os vecinos para el cálculo de Kernel en un punto

Esta variable es una medida cualitativa del gradiente de desorientaciones locales. Para estudiar una mayor área se estudiarán las desorientaciones de Kernel de los terceros vecinos (en rojo en la Figura 3 - 21), el cual puede definirse como:

$$k_{ij} = \frac{\sum_{i=1}^n \theta_{ij}}{n} \quad \text{Ec.3 - 8}$$

donde θ_{ij} es la desorientación angular entre los puntos i y j , siendo i un punto perteneciente a la tercera capa de vecinos j y n los números de vecinos que se han tenido en cuenta en el cálculo. A la hora de calcular k_j se han utilizado diferentes criterios, se ha definido cómo límite superior de θ_{ij} un filtro de 4° (juntas de bajo ángulo).

El valor medio del parámetro KAM se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\text{KAM} = \frac{\sum_{j=1}^m k_j}{m} \quad \text{Ec. 3 - 9}$$

donde $k_j > 0.5$ y m es el número de puntos que satisfacen la condición impuesta anteriormente. Este valor de Kernel (terceros vecinos) lleva asociada una distancia entre puntos de aproximadamente 2.75 veces el paso del barrido analizado.

3.2.3.8. Análisis de Imagen: Esqueletización por Zona de Influencia (SKIZ)

El estudio de la distribución geométrica de las inclusiones se ha llevado a cabo mediante el método de *Esqueletización por Zona de Influencia (SKIZ)*. Este método combina imágenes de microscopio óptico o de barrido con el software de análisis de imágenes Leica Qwin. El método de Esqueletización por Zona de Influencia está basado en la “Teselación de Dirichlet por polígonos de Voronoi” [9-12] y consiste en la transformación de una región en subregiones tomando como referencia el centro de las partículas de segunda fase. En el caso de un plano 2D consiste en una red de celdas, cada una de la cuales contiene una inclusión, y cualquier punto dentro de esa región está más cerca de la inclusión encerrada en ese mismo área que de cualquier otra inclusión. El tamaño y forma de estas celdas depende del tamaño y forma de cada inclusión así como de la distancia a otras inclusiones vecinas.

Los lados de las celdas se obtienen a través de una serie de mediatrices perpendiculares a las líneas que unen cada partícula encerrada con las partículas vecinas. En ningún caso existe solapamiento entre subregiones vecinas y de este modo, una única área o subregión denominada *Zona de Influencia* es asignada a cada partícula. Además del Área de la Zona de Influencia y su forma geométrica, que vendrá dada por la relación de aspecto de la Zona de Influencia (ARZI) se pueden calcular otros parámetros:

- *Menor distancia entre inclusiones vecinas*: es la distancia de cada inclusión con su vecina más cercana.
- *Distancia media entre inclusiones vecinas*: es la distancia media de cada inclusión con sus vecinas; se consideran vecinas todas las inclusiones que comparten algún lado de la celda.
- *Fracción de Área Local*: es la relación de áreas entre cada inclusión y su correspondiente Zona de Influencia.

En la Figura 3 - 22 se puede ver un ejemplo de la imagen obtenida tras realizar la `esqueletización`.

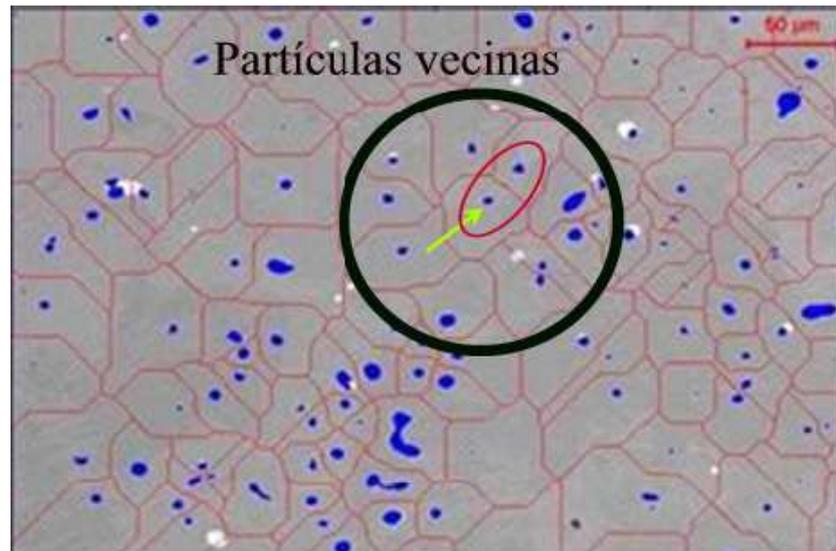


Figura 3 - 22. Ejemplo de imagen obtenida por el método SKIZ. Se muestra rodeado por un círculo negro las partículas vecinas respecto a la inclusión marcada con la flecha, y con un círculo rojo la inclusión más cercana

Las principales etapas que sigue el programa se describen a continuación y se muestran en las Figura 3 - 23 y Figura 3 - 24:

- *Adquisición de imágenes en microscopio óptico o de barrido:* Elección de los aumentos adecuados a los que se van a tomar las imágenes de modo que sean detectables el mayor número de inclusiones posibles. Independientemente de la zona de obtención de las imágenes, se han tomado las fotos a 1000 aumento. Las imágenes se tomaron de manera sistemática en el SEM tomando como mínimo 1000 inclusiones.
- *Software de análisis de imágenes:* en este caso se seleccionan las inclusiones con un tamaño mínimo igual o superior a 1 μm (ver imagen a))
- Grabar las coordenadas x_c , y_c de los centroides de las inclusiones así como su tamaño y forma.
- Realizar la Esqueletización, (imagen b)).

- Seleccionar un nuevo borde interior de modo que se eviten tomar datos de las inclusiones de la periferia, (imagen c)).
- Recopilar los datos de áreas, diámetros etc. de las zonas de influencia, (imagen d)).
- Calcular la distancia d_n (en pixels) desde el centro de cada inclusión (x_c, y_c) al centro del resto de las inclusiones (x_n, y_n) mediante la expresión:

$$d_n = \sqrt{(x_c - x_n)^2 + (y_c - y_n)^2} \quad \text{Ec 3 - 10}$$

El programa envía la información a una hoja de Excel. A partir de estos datos se pueden calcular los valores de Fracción de Área Local, menor distancia entre inclusiones vecinas (μm), distancia media entre inclusiones vecinas (μm), etc.

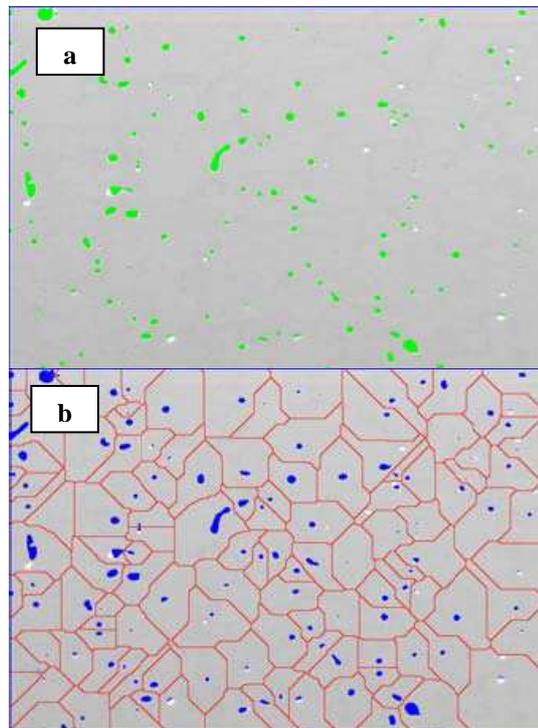


Figura 3 - 23. Principales etapas de la técnica SKIZ

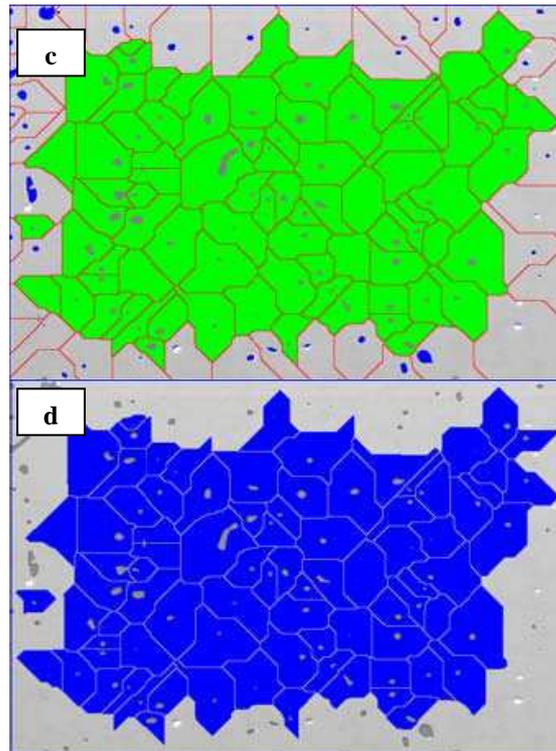


Figura 3 - 24. Principales etapas de la técnica SKIZ

Con el programa Leica Qwin también se han realizado las medidas de fracción en volumen de inclusiones. El número de medidas realizadas ha sido lo suficientemente alta como para garantizar un error inferior al 5%.

3.2.4. Ensayos de nanodureza-Microscopía de fuerza atómica

La dureza se ha medido usando la técnica de nanoindentación. Los ensayos fueron realizados en el equipo NanoIndeter© II (MTS Nano Instruments Inc., Oak Ridge, TN, USA) usando un indentador de punta de diamante tipo cube-corner. La máquina consta de tres elementos principales: el indentador, un microscopio óptico con cámara de vídeo y una mesa de precisión que desplaza las muestras entre el microscopio y el indentador [13]. Esta técnica utiliza la microscopía de fuerza atómica [14,15] para la obtención de imágenes.

El ensayo de nanoindentación consta de los siguientes pasos:

- Aproximación de la punta del indentador hacia la muestra hasta contacto.
- Carga en control de desplazamiento (5nm/s) para la máxima profundidad de penetración dada o carga (50nm, 100nm, 200nm, 300nm, 400nm y 500mN).
- Mantenimiento 85 segundos para alcanzar el equilibrio de la muestra y el indentador.
- Descarga hasta el 90%.
- Mantenimiento de 50 segundos para permitir el cálculo del efecto de deriva térmica.
- Descarga total.

Las indentaciones se eligieron de manera individual en función de la posición de las inclusiones en la matriz, haciendo corresponder aproximadamente la punta de la nanoindentación con el centro de la inclusión, evitando así cualquier posible efecto de la matriz.

Las curvas carga-desplazamiento obtenidas en estos ensayos permiten calcular la dureza tanto de la matriz como de las inclusiones. El método de análisis empleado para obtener dichos valores es el

3.3. ANEXO: Conceptos básicos de cristalografía

La mayoría de los sólidos tienen una estructura cristalina. Esto quiere decir, que poseen una ordenación periódica de sus átomos o iones a lo largo de las tres direcciones del espacio. Sin embargo, algunos no presentan dicha ordenación periódica, son los denominados sólidos amorfos.

Las estructuras cristalinas pueden ser fácilmente descritas mediante la llamada *celda unidad*, que es la menor unidad, que por repetición indefinida en las tres direcciones del espacio, genera el cristal. Si conocemos la disposición exacta de los átomos dentro de la celda unidad, conoceremos la disposición en todo el cristal.

La *celda unidad* es siempre un paralelepípedo (Figura 3 - 26) pudiendo ser especificado su forma y tamaño a partir de las longitudes a , b y c de las tres aristas independientes y de los tres ángulos α , β y γ entre las mismas, de tal forma que los valores tanto de las longitudes como de los ángulos (*parámetros de celda*) son característicos de cada uno de los sistemas cristalinos, que se muestran de forma resumida en la Tabla 3 - 4. Cualquier sólido cristalino puede ser adscrito a uno de los siete sistemas de ejes cristalográficos o sistemas cristalinos.

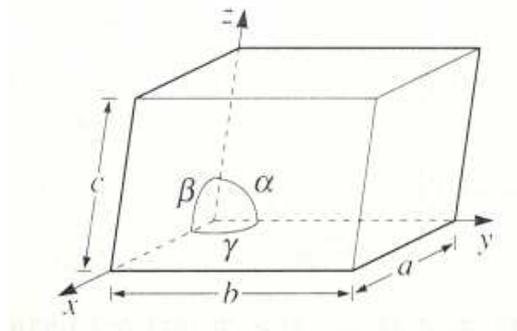


Figura 3 - 26. Celda unidad y parámetros de celda

Tabla 3 - 4. Clasificación de los retículos espaciales en los sistemas cristalinos [17]

Sistema Cristalino	Parámetros de celdilla	Retículos espaciales
Cúbico	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cúbica simple (P) Cúbica centrada en el cuerpo (I) Cúbica centrada en las caras (F)
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Tetragonal simple (P) Tetragonal centrado en el cuerpo (I)
Ortorrómico	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Ortorrómico simple (P) Ortorrómico centrado en el cuerpo (I) Ortorrómico centrado en la base (A,B,C) Ortorrómico centrado en las caras (F)
Romboédrico o Trigonal	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Romboédrico simple (R)
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma = 120^\circ$	Hexagonal simple (P)
Monoclínico	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclínico simple (P) Monoclínico centrado en la base (C)
Triclínico	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Triclínico simple

El número de posibilidades para la elección de la celdilla unidad puede ser infinito, ya que cualquier paralelogramo cuyos lados conecten puntos de la red es siempre una elección válida. El criterio general es elegir la más pequeña, llamada *celda primitiva*, que es la que únicamente tiene puntos en los vértices del paralelepípedo elemental, quedando descrita mediante la aplicación de tres traslaciones unitarias a , b , c y entre las distintas opciones, se elige aquella que tenga parámetros reticulares más parecidos y que formen entre si ángulos de 90° , si los hubiese. Pero a veces puede resultar más conveniente elegir una celdilla con más de un punto asociado a la misma. Por tanto, se pueden describir distintas redes, según representen a una celda primitiva, centrada en el cuerpo, centrada en todas las caras y centrada en dos caras opuestas.

Bravais demostró que sólo son posibles *14 redes de traslación tridimensionales y homogéneas*, compatibles con las características de simetría de cada sistema cristalino, es decir, sólo hay 14 posibilidades diferentes de asociar átomos, iones o moléculas para formar un cristal (Figura 3 - 27).

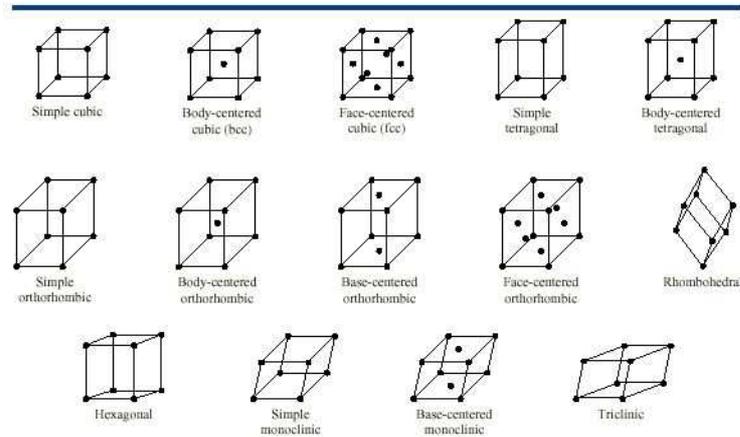


Figura 3 - 27. Redes de Bravais agrupadas de acuerdo con su sistema cristalino [17]

En una red cristalina pueden trazarse, en las más variadas direcciones, series de infinitos planos paralelos y equidistantes entre sí, conteniendo cada uno de ellos sucesiones lineales de puntos reticulares. La distancia d entre dos planos consecutivos de una misma familia, se denomina *distancia interplanar*. Cada serie de planos divide a los ejes cristalográficos en un número entero de partes iguales. El plano cuyas intersecciones con los ejes sean a/h , b/k y c/l , donde h, k, l , son números enteros sin ningún divisor común, es el plano más cercano al origen perteneciente a una misma familia de planos paralelos y equidistantes.

Los números h, k, l , identifican la *posición y orientación del plano respecto a los ejes cristalográficos* y son denominados *índices de Miller*, escribiéndose con la notación (hkl) . Éstos se hallan directamente reduciendo a los menores números enteros los valores inversos de las intersecciones fraccionarias con los ejes cristalográficos.

Planos cristalográficos

La estructura cúbica está definida por los índices de Miller (hkl) indicando los diferentes planos cristalográficos con respecto a los ejes de la celdilla unidad (algunos ejemplos se muestran en la Figura 3 - 28). Para encontrar los valores de h , k y l primero es necesario determinar donde el plano cruza los ejes de la celdilla de unidad. A continuación se invierten estos números antes de reducirlos a los enteros más pequeños. En el caso de que un plano cruce el eje en el lado negativo del origen, el índice se escribe con un signo negativo sobre él. Un grupo de planos de la misma familia se puede englobar en el conjunto $\{hkl\}$.

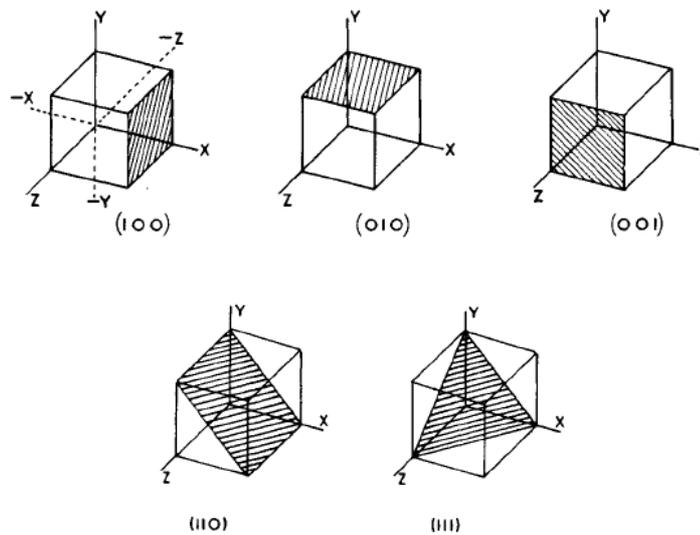


Figura 3 - 28. Mostrando cinco planos diferentes de un cristal representado por los índices de Miller [17]

Direcciones cristalográficas

Las direcciones dentro de la estructura cristalográfica también están definidas por índices y se escriben $[uvw]$. Una dirección es una línea entre dos puntos, o alternativamente, un vector. Para determinar los índices de las tres direcciones primero se traza un vector de longitud conveniente en el origen de coordenadas del sistema. Todo vector se puede trasladar a través de la red cristalina sin alterarse, si se mantiene el paralelismo. A continuación se determina la longitud del vector proyección en cada uno de los tres ejes, finalmente estos tres números se multiplican o se dividen por un factor común para reducirlos al valor entero menor. Un grupo de direcciones de la misma familia se definen como $[111]$. Una característica única de los cristales cúbicos es que los planos y direcciones que tienen los mismos índices son perpendiculares entre sí.

3.4. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J.J. Urcola, M. Fuentes, Deformación en caliente, Rev. Metal. 16 (1980) 263-267.
- [2] D.S. Fields, W.A. Backofen, Determination of Strain Hardening Characteristics by Torsion Testing, Proc. Amer. Soc. Test. Met. 57 (1957) 1259-1272.
- [3] R. Von Mises, Reports of the Royal Scientific Society of Gottingen. Weidmann, Berlín (1913) 582.
- [4] Abaqus reference manuals, Providence. RI,USA (2009).
- [5] D.J. Dingley, V. Randle, Microtexture determination by Electron Back-Scatter Diffraction, Journal of Materials Science. 27 (1992) 4545.
- [6] D. Hernán Mesa, Principios y aplicaciones de la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD, Electron Back-Scattering Diffraction), Informador Técnico (Colombia). 74 (2010) 66-76.
- [7] M. Olasolo Tesis, Estudio de la transformación de fase en aceros de bajo contenido en carbono microaleados con Niobio, Universidad de Navarra. San Sebastian (2011).
- [8] Manual OIM 4.6 Anaysis,.
- [9] S. Ghosh, Z. Nowak, K. Lee, Quantitative characterization and modeling of composite microstructures by Voronoi cells, Acta Materialia. 45 (1997) 2215-2234.
- [10]W.A. Spitzig, J.F. Kelly, O. Richmond, Quantitative characterization of second-phase populations, Metallography. 18 (1985) 235-261.

- [11] W.A. Spitzig, R.J. Sober, N.J. Panseri, R.J. Lee, SEM-based automatic image analysis of sulfide inclusions in hot-rolled carbon steels, *Metallography*. 16 (1983) 171-198.
- [12] P.J. Wray, O. Richmond, H.L. Morrison, Use of the Dirichlet tessellation for characterizing and modeling nonregular dispersions of second-phase particles, *Metallography*. 16 (1983) 39-58.
- [13] M.R. Elizalde Tesis, Efecto de la intercara de materiales compuestos de matriz cerámica y fibras continuas, Universidad de Navarra. San Sebastian (1197).
- [14] Y. Gaillard, Initiation de la plasticité sous nanoindentation dans MgO et LiF : étude de l'organisation des dislocations et des contraintes associées,.
- [15] E. Jiménez-Piqué, Y. Gaillard, M. Anglada, Instrumented indentation of layered ceramic materials,.
- [16] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J.Mater.Res.* 7 (1992) 1564-1580.
- [17] C. Hammond, Introduction to Crystallography, Royal Microscopical Society Microscopy Handbooks. 19 (1990).

4

ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

4.1. INTRODUCCIÓN

La experiencia de la industria evidencia que la superficie del material bruto de colada está directamente relacionada con la propagación de las grietas durante la laminación en caliente. Por lo tanto, cabe pensar que existen otros factores, como pueden ser la segregación de ciertos elementos o el modo en que evolucionan las grietas en los procesos de oxidación en el horno de recalentamiento previo a los procesos de laminación, que pueden contribuir a deteriorar la ductilidad en caliente de los aceros brutos de colada.

A lo largo de este capítulo se analizarán los posibles defectos que se pueden encontrar en las zonas más cercanas a la superficie del material debido a los procesos de solidificación durante la colada continua. Así mismo, se verá la evolución de estos defectos durante determinados tratamientos térmicos que pretenden simular las condiciones del horno de recalentamiento previo a la laminación.

4.2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

4.2.1. Estructura de Solidificación

Los productos obtenidos de la colada continua nunca son usados en aplicaciones comerciales, es decir, son productos intermedios, destinados a ser transformados en otros productos, mediante transformación plástica, tales como: barras, tubos, planchas, alambres y perfiles.

Durante la solidificación de los productos de colada continua existen tres zonas diferenciadas que se esquematizan en la Figura 4 - 1 para la sección transversal de una palanquilla. En contacto con las paredes del molde existe una zona equiaxial de grano muy fino (zona chill) que se forma por el enfriamiento rápido del metal fundido al entrar en contacto con el molde. Debido a esto, la nucleación será heterogénea y su velocidad rápida, produciendo la formación de un gran número de núcleos de solidificación de granos pequeños más o menos equiaxiales y de crecimiento dendrítico. La extensión de la zona *chill* depende de varias condiciones como pueden ser: el material del molde, la temperatura del líquido al verterlo en el molde, la temperatura del molde, la conductividad térmica del molde etc. Cuando el líquido está sobrecalentado y las paredes del molde están frías, la zona *chill* será estrecha, pero si el líquido es vaciado al molde a una temperatura levemente superior a la de solidificación, habrá una zona más amplia de líquido sobreenfriado produciéndose más nucleación, y por lo tanto la zona *chill* será más ancha. De aquí podemos deducir que: la zona *chill* decrece con la mayor temperatura del metal líquido (sobrecalentamiento) y con el precalentamiento del molde; si estas condiciones de temperatura se extreman, la zona *chill* puede hacerse imperceptible.

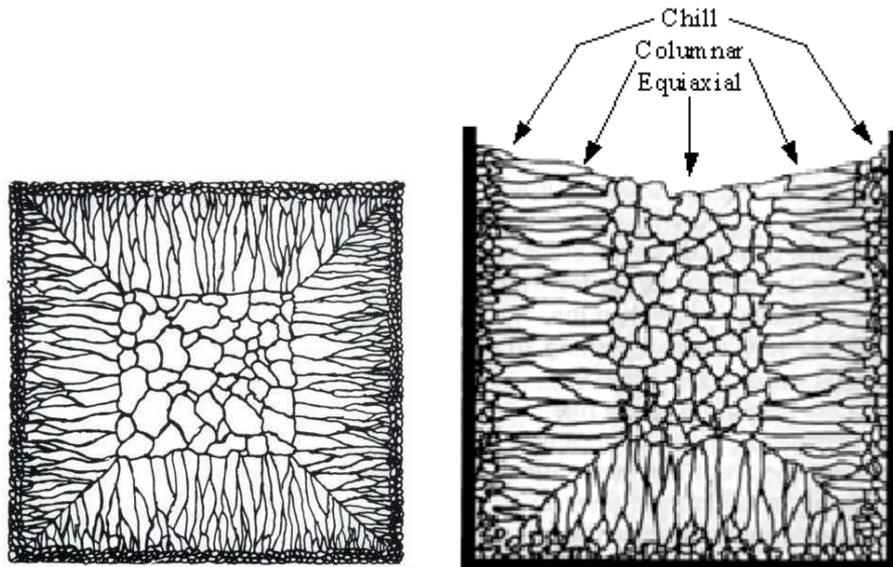


Figura 4 - 1. Estructura de solidificación de la sección transversal del material as-cast [1]

Justo después de esta zona existe otra de crecimiento columnar que se forma al disminuir los gradientes térmicos entre las paredes del molde y el líquido interior. Estos granos columnares se originan en los granos de la zona *chill*, continuando su crecimiento hacia el centro (perpendicularmente a la pared del molde), pues están favorablemente orientados para crecimiento rápido, como se muestra en la Figura 4 - 2. En metales FCC y BCC las direcciones de crecimiento rápido de las dendritas son de la familia $\langle 100 \rangle$; se desarrollan más aquellos granos con direcciones de crecimiento rápido paralelas a la dirección de extracción de calor. La existencia de una zona columnar produce orientaciones preferenciales de los cristales y por consiguiente produce anisotropía de las propiedades mecánicas, lo que hace indispensable la deformación plástica posterior. Es importante destacar que el crecimiento de los granos columnares no es sólo en su longitud, sino también según su diámetro y que los bordes de granos recogen impurezas.

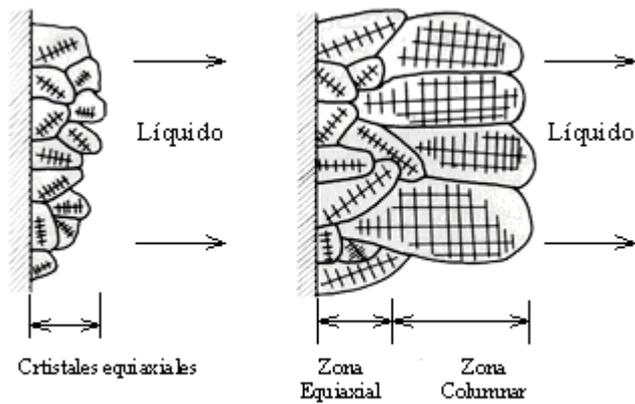


Figura 4 - 2. Esquema de crecimiento de los granos en la estructura de solidificación

En el centro de los productos de colada existe una tercera región equiaxial de granos orientados al azar que podrían haberse formado a partir de brazos secundarios de dendritas rotos o refundidos del cuerpo central de la dendrita y que actuarían como semillas para el crecimiento de nuevas dendritas.

4.2.2. Marcas de Oscilación

Hoy en día el proceso de colada continua está directamente relacionado con los diversos desarrollos que se están efectuando en la laminación en caliente. El proceso de “hot charging” o “direct charge” donde el material es directamente transportado hasta el horno de recalentamiento desde la colada sin efectuar un acondicionamiento de la superficie, se propone como el primer paso hacia el proceso de laminación. Sin embargo, el proceso “hot charging” solo puede ser implementado adecuadamente si el material directo de colada no contiene defectos de superficie como pueden ser grietas transversales y segregación. Estos defectos están directamente asociados a la presencia de pequeñas depresiones, perpendiculares a la dirección de colada, que son características de la superficie de los productos provenientes de colada continua. Estas depresiones tienen un espacio regular y se denominan *marcas de oscilación* y son el resultado de la solidificación inicial que ocurre cerca del menisco según avanza el lingote por el molde (ver Figura 4 - 3). Las marcas de oscilación pueden tener forma de depresión cóncava o con forma de gancho (*hook*).

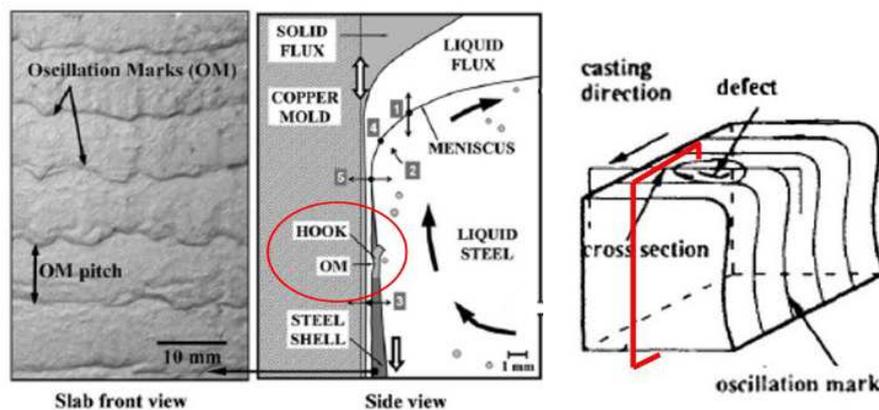


Figura 4 - 3. Ejemplo de marcas de oscilación en la superficie de un material bruto de colada y esquema de la solidificación del acero dentro del molde [2]

Las marcas de oscilación tienen una importante influencia en la calidad superficial de los aceros ya que suelen actuar como punto de nucleación de grietas transversales y por tanto influyen en la formación de las mismas.

Varios autores describen algunos de los mecanismos de formación de las marcas de oscilación [2] y su influencia con diversos factores, como pueden ser la frecuencia de oscilación del molde o el porcentaje de carbono del acero [3,4]. La profundidad de la marca de oscilación disminuye con la frecuencia de oscilación, reduciendo así la posibilidad de aparición de grietas y por otro lado la formación de marcas de oscilación tipo “hook” está favorecida en aquellos aceros con menores contenidos de carbono. Otros factores como pueden ser el sobrecalentamiento y la velocidad de colada también son factores que influyen en la aparición de marcas de oscilación.

Otros autores [4,5] reportan la aparición de inclusiones no metálicas concentradas en las inmediaciones de los hooks más pronunciados, así como la posible aparición de segregación de elementos en la parte inferior de la marca de oscilación.

Hoy en día se están tratando de concentrar esfuerzos en el estudio de este tipo de microestructuras en su versión tridimensional [6]. De este modo, ejemplos como los observados en la Figura 4 - 4 se pueden localizar en la bibliografía, que permiten tener una visión extra de la evolución de las marcas de oscilación, teniendo en cuenta la profundidad a la que penetran desde la superficie. En concreto, podemos ver de forma esquemática de dónde se han obtenido las micrografías ópticas mostradas a diferentes distancias de la superficie donde se observa la línea del menisco solidificado, mostrando el origen del hook, así como la línea superior e inferior al menisco que identifica el espesor del hook.

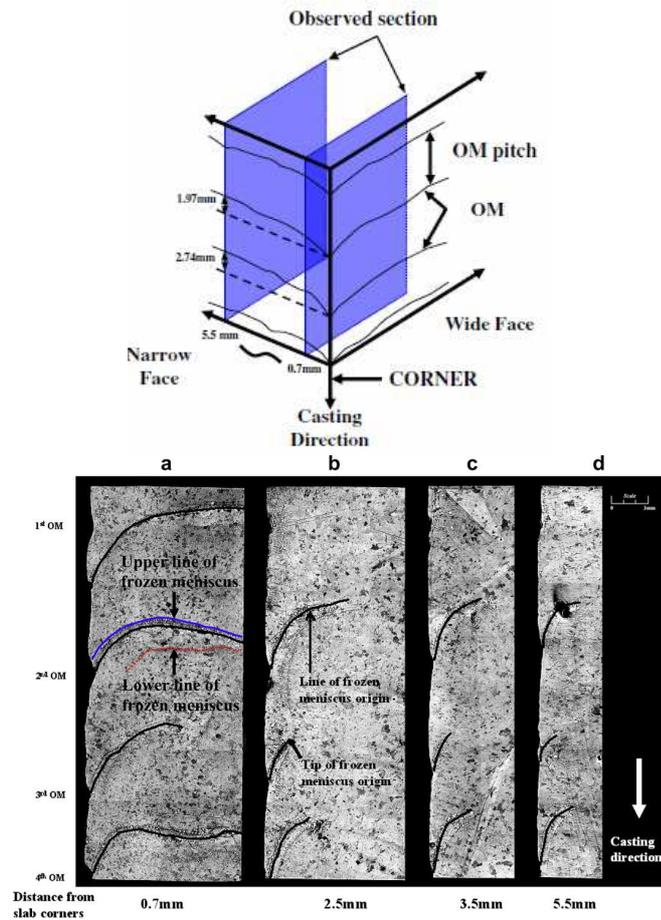


Figura 4 - 4. Esquema y micrografías ópticas de la marca de oscilación tipo hook a diferentes distancias de la superficie [6]

4.2.3. Influencia de la distribución de inclusiones en el crecimiento de tamaño de grano de austenita

En los aceros resulfurados se ha observado que el crecimiento de grano esta limitado por la presencia de gran cantidad de sulfuros de manganeso [7-10]. A las mismas condiciones de temperatura, el tamaño de grano es inferior al que se obtiene, por ejemplo, en un acero C-Mn.

La presencia de una distribución de partículas de segunda fase ejerce una presión sobre la junta de grano que se opone al movimiento. En presencia de precipitados, para que se produzca el crecimiento de grano, la fuerza impulsora efectiva debe considerarse como la diferencia entre la fuerza impulsora y la fuerza de frenado debida a las partículas, F_p , donde F_p viene dada por la ecuación de Tener [10]:

$$F_p = \frac{3 \cdot f \cdot \gamma_b}{2 \cdot r} \quad \text{Ec. 4 - 1}$$

donde γ_b , f y r son la energía de la junta de grano, la fracción volumétrica de partículas y el radio de estas últimas, respectivamente. De acuerdo con la Ec. 4 - 1, la fuerza de frenado debida a la partículas es proporcional a la relación f/r . Por tanto, cuanto mayor es f/r , menor es el tamaño de grano.

En los aceros microaleados el afino de grano se logra mediante la adición de Nb, Al, V o Ti, que inhiben el crecimiento de grano a través de la precipitación fina de nitruros o carbonitruros de tamaños nanométricos. En el caso de los aceros resulfurados, las inclusiones con un tamaño medio que varía entre 2 y 8 μm no tienen en principio influencia en la inhibición del crecimiento de grano y, generalmente, es la alta fracción de partículas de segunda fase la que ejerce ese efecto inhibidor.

Por otro lado, a altas temperaturas en los aceros que contienen precipitados o partículas de segunda fase se suele observar un crecimiento de grano anormal [11-14]. Este crecimiento discontinuo puede estar asociado con la disolución o engrosamiento de los precipitados que se oponen al crecimiento de grano y, por lo tanto, aparecen algunos granos de un tamaño desmesurado. En la Figura 4 - 5, obtenida de trabajos anteriores con aceros resulturados, se observa cierta heterogeneidad en la distribución de tamaños, con colas hacia tamaños grandes. Sin embargo, en los aceros resulturados esta heterogeneidad es mucho menor que la que puede aparecer en aceros microaleados. Ésto es debido a que a la temperatura de precalentamiento empleadas en estos trabajos, $T=1150^{\circ}\text{C}$ (incluso hasta 1300°C) apenas se produce disolución parcial del MnS. Asimismo, para que se produzca un cierto engrosamiento de los sulfuros de manganeso son necesarios tiempos de calentamiento elevados debido a que la difusión del manganeso en fase sólida es lenta. En cambio, en los aceros microaleados a partir de cierta temperatura se produce engrosamiento o disolución de ciertos carburos, nitruros o carbonitruros (VN, TiC, NbCN..) lo que conduce a un crecimiento anormal de grano.

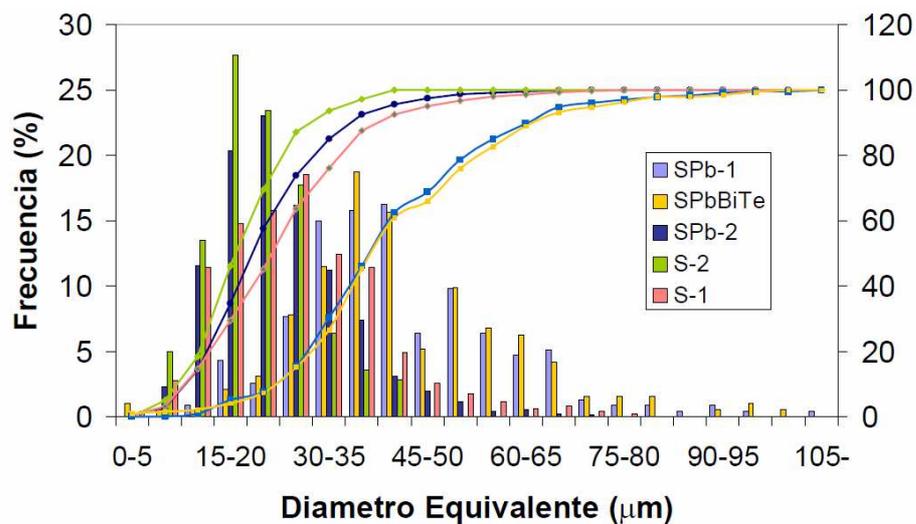


Figura 4 - 5. Distribución de tamaño de grano de austenita inicial en aceros resulturados a $T=1150^{\circ}\text{C}$, 20 min [14]

4.3. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

4.3.1. Generación de grietas

Se han inducido grietas artificiales a través de fatiga por flexión en tres puntos (3PB) para obtener así pequeñas grietas en la superficie as-cast del material con el objetivo de evaluar la evolución de pequeños defectos del material directo de colada. En la mayoría de los casos se observó que la microgrietas nucleaban en zonas que no correspondían a la región de máxima tensión, evidenciando la presencia de puntos débiles en el material. En consecuencia, se decidió realizar ensayos de fatiga por flexión en cuatro puntos (4PB), con el objetivo de favorecer la aparición de los defectos en esos puntos débiles mencionados.

Las probetas han sido mecanizadas a partir de palanquillas correspondientes a los materiales CSM9, CSM38 y AISI 303, como se observa en la Figura 4 - 6.

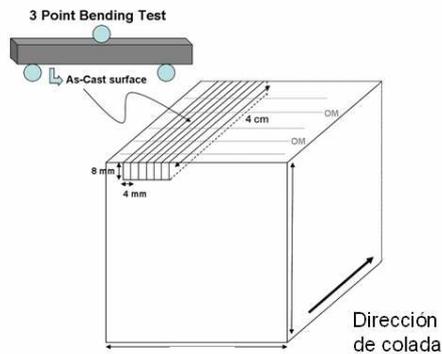


Figura 4 - 6. Esquema de la situación de las probetas preagrietadas por fatiga mediante 3PB y 4PB

Se han obtenido grietas con longitudes inferiores a 1mm utilizando en los ensayos de flexión ondas sinusoidales de diferentes amplitudes y ciclos, dependiendo del acero y del ensayo de fatiga. Aunque en algunos casos se generaron grietas de mayor longitud, el objetivo inicial era producir defectos de poca profundidad.

4.3.2. Tratamientos de recalentamiento

Las probetas del material artificialmente dañado se han utilizado para analizar la evolución de las grietas, así como su interacción con la microestructura durante el calentamiento. De este modo, algunas de estas probetas con grietas así como otras probetas sin grietas (caso del acero SPb-2 Z7 202 y 211) han sido sometidas a un tratamiento térmico simulando las condiciones del proceso que sufre una palanquilla durante el calentamiento en un horno industrial. Se han empleado varias condiciones, que se pueden ver de forma resumida en la Tabla 4 - 1.

Tabla 4 - 1. Condiciones de los tratamientos térmicos en laboratorio

Condiciones de los tratamientos en laboratorio	Materiales
Atmósfera: Aire atmosférico Tiempo = 4 h 15 min. Temperatura = 1170°C Horno (carbolite)	CSM9 - probetas 3PB
Atmósfera: Condiciones seco (%CO ₂ =10.68, %N ₂ =87.21, %O ₂ =2.10) ~10% exceso de aire. Tiempo = 4 h 30 min. (heating: + 5°C/min) Temperatura = 1200°C Horno (alumina)	CSM9 - probetas 4PB AISI 303 - probetas 4PB CSM38 - probetas 4PB LFCS 9TZ7 202/16 LFCS 9TZ7 211/16
Atmósfera: Condiciones húmedo (%CO ₂ =8.85, %N ₂ =72.22, %O ₂ =1.74, %H ₂ O=17.19). ~10% exceso de aire Tiempo = 4 h 30 min. (calentam.: + 5°C/min) Temperatura = 1200°C Horno (alumina)	9SMn28 - 4PB probetas AISI 303 - 4PB probetas CSM38 - 4PB probetas LFCS 9TZ7 202/16 LFCS 9TZ7 211/16

En la Figura 3 - 10 ya se pudo ver el sistema utilizado para efectuar los tratamientos térmicos, en este caso concreto la fotografía mostraba el montaje realizado para las condiciones de atmósfera húmeda. Hay que tener en cuenta que tanto en los tratamientos en seco como en los de húmedo parte de la capa de óxido generada durante el proceso de oxidación ha sido ligeramente eliminada en el proceso de preparación de las muestras para llevar a cabo la caracterización de la sección transversal de las probetas.

En los casos en los que no ha sido necesaria la utilización de una atmósfera especial, como las mostradas en la Tabla 4 - 1 para las condiciones de seco y húmedo, los tratamientos se han realizado en un horno Carbolite en aire atmosférico.

4.4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.4.1. Caracterización as-cast de la superficie y región sub-cutánea

4.4.1.1. Caracterización de la estructura de solidificación

Debido a que la aparición de grietas puede promoverse debido a la presencia de pequeños defectos formados durante el proceso de colada continua, es imprescindible un análisis de la zona cortical, es decir, de la zona inmediatamente inferior a la superficie.

Algunos de los defectos estudiados son comunes para todos los grados de aceros y se pueden resumir esquemáticamente en la Figura 4 - 7. En cuanto a la calidad superficial se han detectado diferentes rugosidades en función del acero así como presencia o ausencia de marcas de oscilación. En relación a la composición química del acero se ha analizado la presencia de óxidos, de elementos de bajo punto fusión (FeS) así como posibles segregaciones de elementos residuales (Ni,Cu). La presencia de grietas superficiales en los aceros directos de colada también ha sido objeto de estudio, así como su interacción con la microestructura, en concreto con la distribución de inclusiones y su morfología. Hay que recordar que las alineaciones de inclusiones pueden resultar perjudiciales ya que favorecen la propagación de grietas.

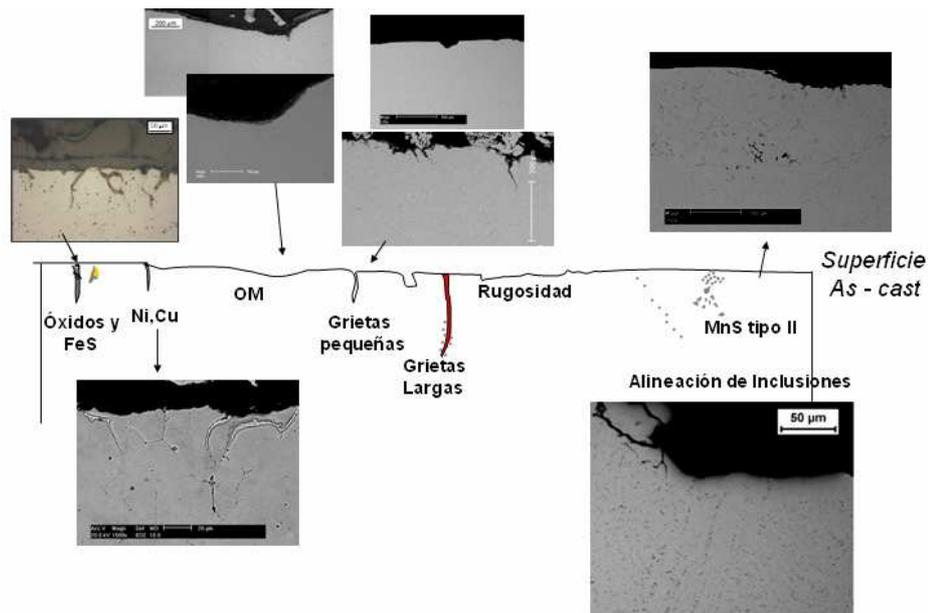


Figura 4 - 7. Esquema de los diferentes defectos identificados en la superficie as-cast

Muchos de estos defectos, debido a su pequeño tamaño serán total o parcialmente eliminados durante las etapas de calentamiento. El espesor de la capa de óxido formada durante los tratamientos térmicos influirá de manera directa en su eliminación. De todas formas, también hay que tener en cuenta la distribución y localización de las inclusiones en las zonas cercanas a la superficie as-cast, ya que inclusiones localizadas en los bordes de grano así como aglomeraciones o alineaciones de inclusiones pueden actuar como caminos preferentes para la propagación de grietas durante la deformación.

En este sentido se ha tratado de hacer un análisis de las diferentes figuras geométricas de las muestras del material as-cast para determinar así cuales son los factores más significativos que influyen en la calidad del acero durante su producción mediante el proceso de colada continua. Un resumen de los puntos analizados se muestra en la Tabla 4 - 2.

Tabla 4 - 2. Resumen de los diferentes aspectos analizados de la superficie del material as-cast

Estructura de Solidificación
Aglomeración y alineación de inclusiones
Rugosidad y Marcas de Oscilación
Distribución de Tamaño de Grano y estructura
Cambios Composicionales
Pre-existencia de defectos

Estructura de solidificación

En la Figura 4 - 8, Figura 4 - 9, Figura 4 - 10 y Figura 4 - 11 se puede observar la estructura de solidificación de la zona cercana a la superficie en la sección transversal para cuatro grados de aceros CSM9, CSM38, SPb-2 Z9 y AISI 303 respectivamente. En el caso del acero CSM38 (Figura 4 - 8) se ha revelado una microestructura propiamente dendrítica y en algunas regiones se pueden distinguir alineaciones de dendritas que incluso superan 1mm de longitud. Estas estructuras dendríticas orientadas en una determinada dirección pueden favorecer la existencia de precipitación en la misma dirección de crecimiento que las dendritas (la existencia de posibles alineaciones de inclusiones se comentará en el siguiente apartado. Se puede decir por tanto que no existe la primera capa de solidificación formada por granos equiáxicos. Esta situación se repite para el resto de aceros, CSM9, SPb-2 y AISI 303, como se ve en la Figura 4 - 9, Figura 4 - 10 y Figura 4 - 11 y con probabilidad se debe a las condiciones que se han dado en el molde para la solidificación. En concreto en el acero CSM9 se han podido distinguir una zona que penetra una distancia de 7.5cm desde la superficie (Figura 4 - 9) y que puede atribuirse a la primera capa solidificada, y por tanto con velocidad de enfriamiento mayor, durante la colada de la palanquilla, mientras se mantiene el núcleo todavía en estado líquido antes del enfriamiento secundario posterior. De una región a otra de la palanquilla, la orientación de estas alineaciones respecto a la superficie cambia significativamente: mientras en algunas zonas tienen una orientación prácticamente perpendicular a la superficie, en otras tienen una orientación paralela. En el caso del acero AISI 303 también se han detectado alineaciones dendríticas penetrando desde la superficie (Figura 4 - 11). Uno de los aspectos que hay que considerar es que la posible alineación de pequeñas inclusiones entre las dendritas puede favorecer la propagación de grietas en la matriz.

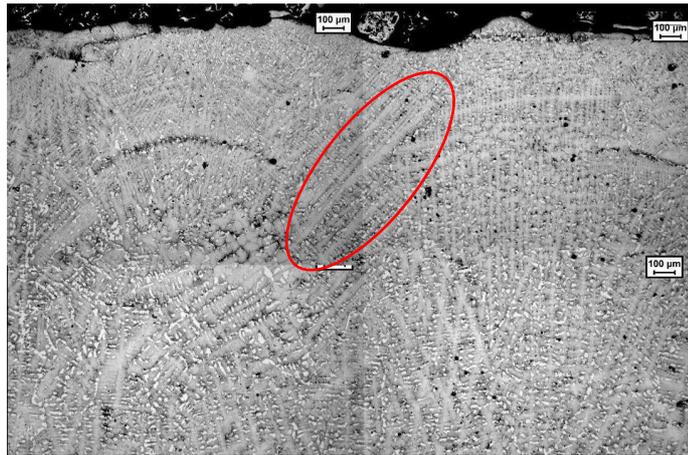


Figura 4 - 8. Estructura de solidificación de la sección transversal del acero CSM38

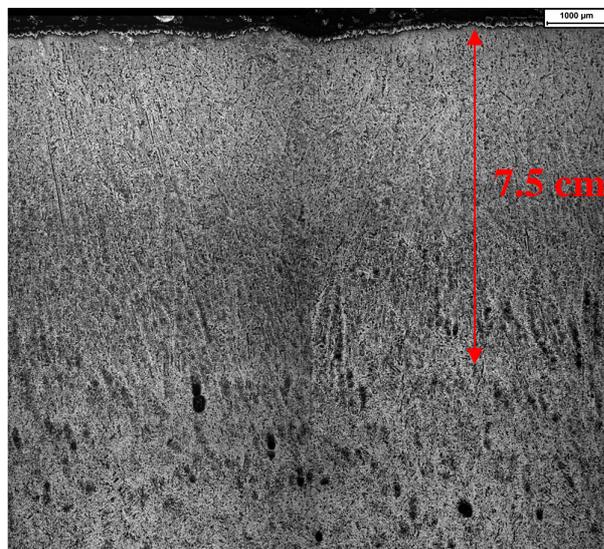


Figura 4 - 9. Estructura de solidificación de la sección transversal del acero CSM9

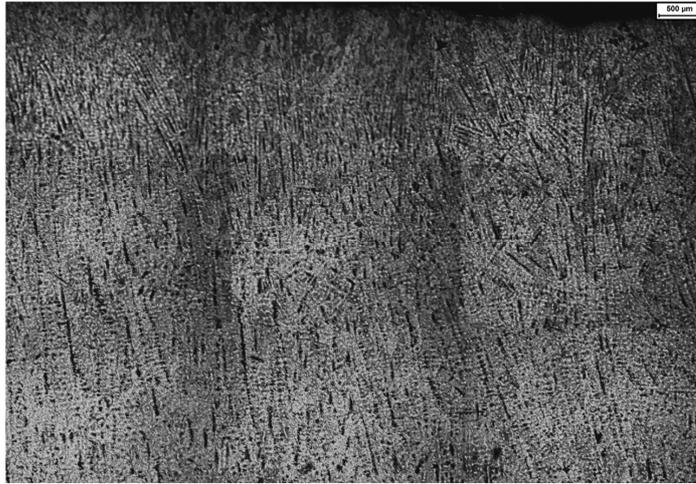


Figura 4 - 10. Estructura de solidificación de la sección transversal del acero SPb-2 Z9

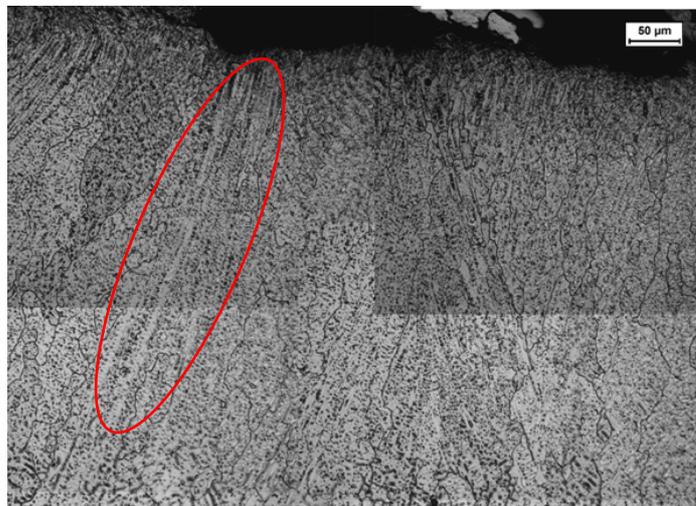


Figura 4 - 11. Estructura de solidificación de la sección transversal del acero AISI 303

Aglomeración y alineación de inclusiones

En los aceros estudiados se han observado no sólo estas posibles alineaciones de inclusiones (Figura 4 - 12 y Figura 4 - 13), que favorecen la propagación de las grietas, sino también zonas de aglomeración de inclusiones (Figura 4 - 14), es decir, zonas locales donde las inclusiones están muy juntas unas de otras, que pueden actuar como puntos de nucleación del daño. Estas alineaciones se han detectado en el caso del acero CSM38 (Figura 4 - 12) y del acero AISI 303 (Figura 4 - 13). Se recuerda como se vio en el Capítulo 2 de la revisión bibliográfica general, que existe todo un proceso de nucleación de cavidades a partir de inclusiones de sulfuro de manganeso, con su posterior fase de crecimiento y coalescencia de las mismas.

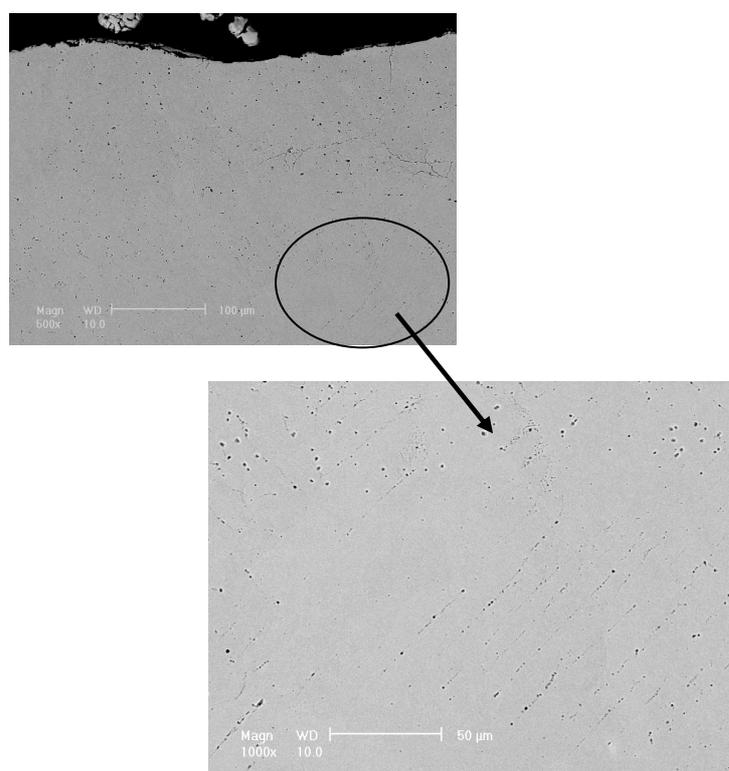


Figura 4 - 12. Segregaciones con alineación de inclusiones para el acero CSM38

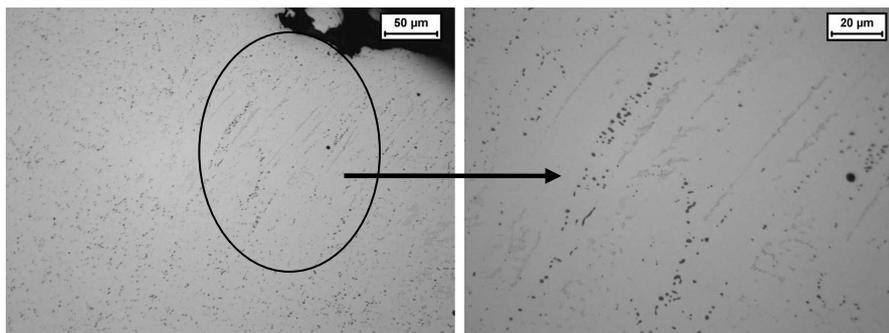


Figura 4 - 13. Alineaciones de inclusiones para el acero AISI 303

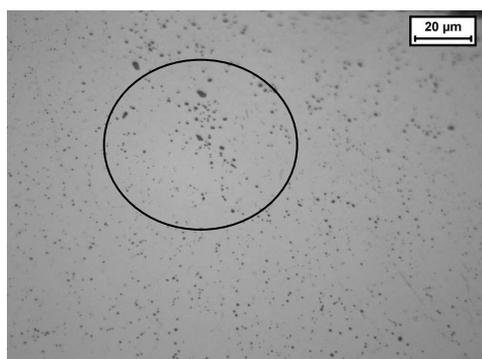


Figura 4 - 14. Segregaciones sin alineación de MnS para el acero AISI 303

Hay que destacar que en el caso del acero CSM38 y SPb-2 también se han encontrado zonas con inclusiones de distinto tamaño, además de inclusiones tipo II para los aceros CSM38 y AISI 303, como se observa en la Figura 4 - 15 y Figura 4 - 16. El tamaño de la inclusión es un factor relevante a la hora de determinar la posible aparición de cavidades y la evolución de las mismas con la deformación. [15]. La existencia de estas familias de inclusiones de distinto tamaño se debe probablemente a que se han formado en momentos distintos de la solidificación, las más grandes se han formado en primera lugar y han tenido un mayor tiempo para su engrosamiento, mientras que las más pequeñas se habrán creado posteriormente a instancias de las últimas zonas líquidas a solidificar.

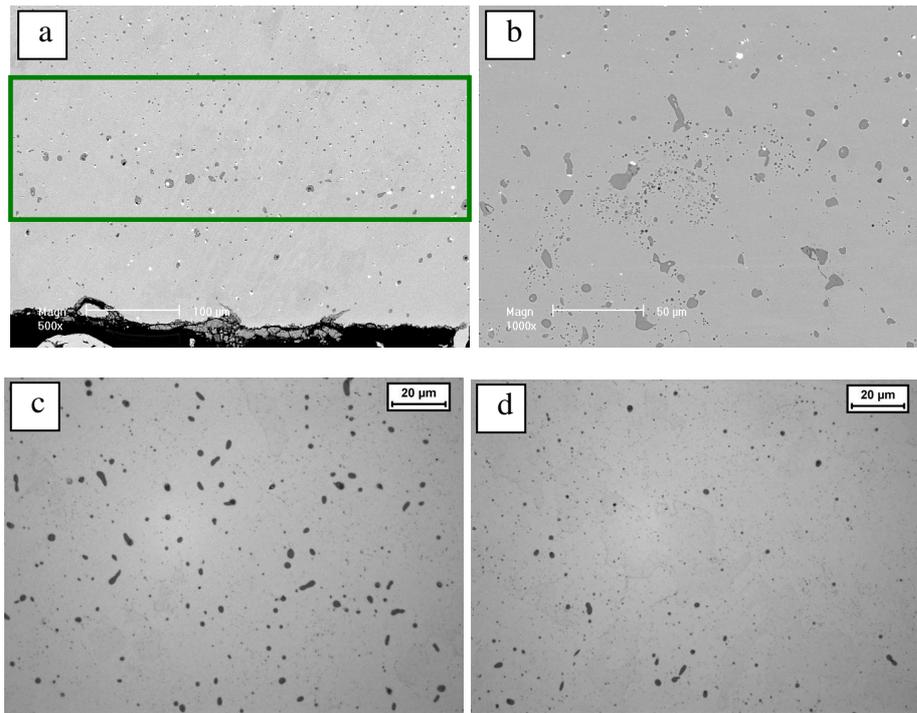


Figura 4 - 15. a) Áreas con inclusiones de mayor tamaño en el acero SPb-2 Z7-204. b) Presencia de inclusiones Tipo II en el acero SPb-2 Z7-211. c) y d) Existencia de dos familias de tamaños de inclusión a igual distancia de la superficie para el acero CSM38

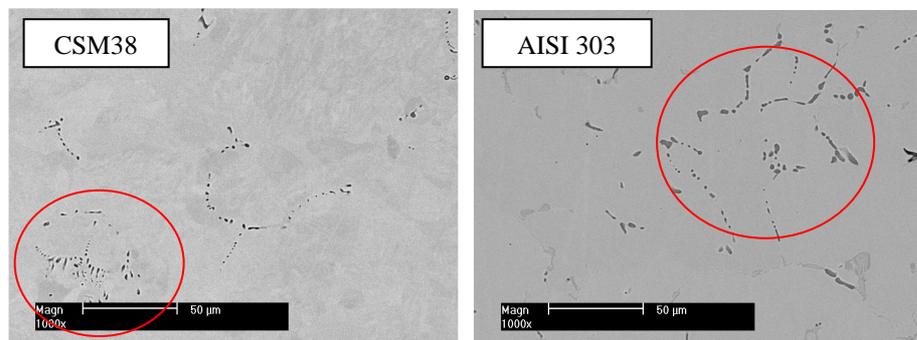


Figura 4 - 16. Inclusiones de MnS Tipo II localizadas en los aceros CSM38 y AISI 303

Rugosidad y Marcas de Oscilación

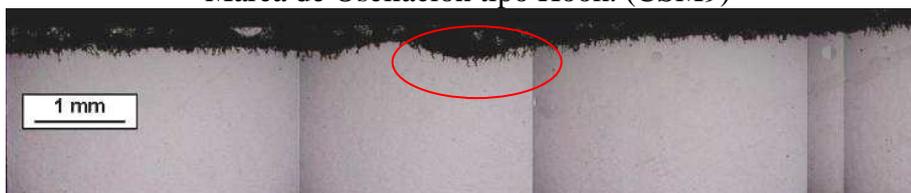
La Figura 4 - 17 resume las diferencias encontradas para los distintos tipos de aceros, en lo referente a la rugosidad de la superficie y a la presencia de marcas de oscilación. La presencia de marcas de oscilación se ve favorecida con la disminución del contenido en carbono [2,4,6]. Como se puede observar en la figura, el acero CSM38 (acero de medio carbono) no tiene marcas de oscilación o zonas que hayan sufrido una depresión de la superficie, mientras que para el resto de aceros, CSM9 y AISI 303 si que aparecen (aceros de bajo carbono) de forma más frecuente.



Superficie homogénea sin presencia de MO (CSM38)



Marca de Oscilación tipo Hook. (CSM9)



Marca de Oscilación (AISI 303)

Figura 4 - 17. Ejemplo de los distintos niveles de rugosidad de la palanquilla del material as-cast

No obstante, se ha realizado para el caso del acero CSM38 un exhaustivo análisis de la microestructura de solidificación, como se observa en la Figura 4 - 18. Se han realizado pulidos sucesivos e igualmente espaciados paralelos a la dirección de colada y con la

caracterización microestructural de cada uno de ellos ha sido posible identificar la presencia del menisco de solidificación típico de marcas de oscilación con forma de gancho (tipo Hook). Esto revela la importancia del análisis microestructural en una escala tridimensional.

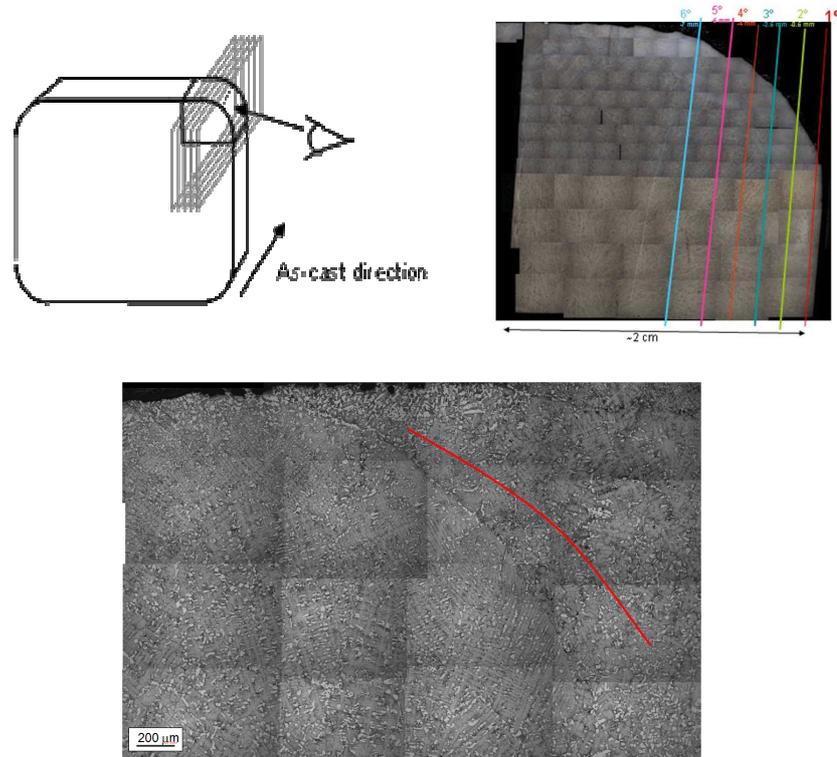


Figura 4 - 18. Análisis de las microestructura as-cast a diferentes localizaciones de la superficie. Presencia de hooks en el acero CSM38

En lo referente a la rugosidad superficial, hay que tener en cuenta que en una misma palanquilla, la rugosidad puede ser distinta dependiendo de la parte de la misma que se visualice. Por lo tanto, puede haber zonas donde la posibilidad de propagación de grietas de manera local sea mayor. Además, para el caso de las palanquillas del acero SPb-2 Z7 (202, 204, 209, 211) la rugosidad es diferente dependiendo de las condiciones de colada. Como se observa en la

Figura 4 - 19, las condiciones del acero SPb-2 Z7 204 son las que muestran menor rugosidad exhibiendo una superficie prácticamente lisa, a diferencia de las otras condiciones donde la rugosidad superficial es más notable.

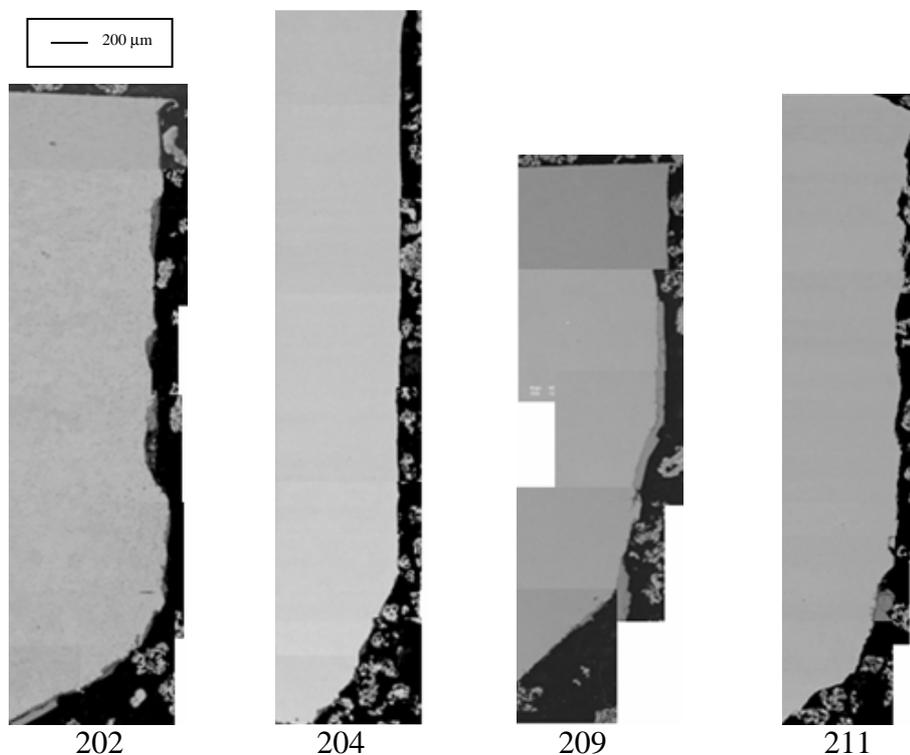


Figura 4 - 19. Rugosidad superficial para las distintas condiciones de colada del acero SPb-2 Z7

Puede resumirse por tanto, que en los aceros con bajo contenido en C se observa la presencia de marcas de oscilación. No son muy profundas (500 μm) aunque las diferentes condiciones de solidificación realizadas por el suministrador de la calidad SPb-2 Z7 sugieren que es posible reducir de forma considerable su incidencia.

Distribución de Tamaño de Grano y estructura

La distribución de tamaño de grano de austenita se ha analizado para el caso del acero AISI 303. La distribución de tamaño de grano es bastante heterogéneo (Figura 4 - 20 y Figura 4 - 21). En algunas partes, hay regiones donde se forman pequeños granos equiaxiales cerca de la superficie seguido de los típicos granos columnares de la estructura de solidificación, mientras que en otras zonas estos granos de austenita equiaxiales no están presentes.

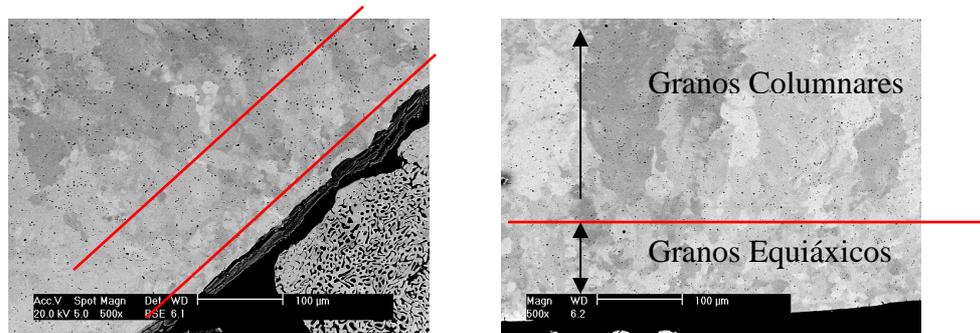


Figura 4 - 20. Zona cortical del acero AISI 303

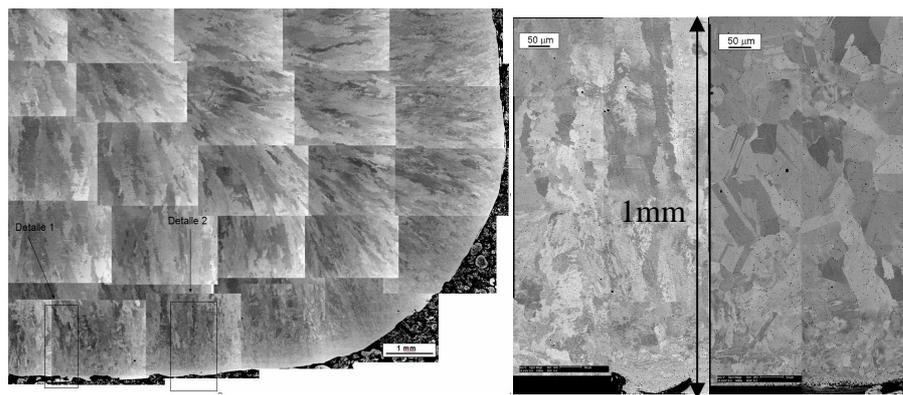


Figura 4 - 21. Estructura de solidificación de la zona cortical del acero AISI 303

Cambios composicionales

(Difusión de elementos residuales (Cu, Ni, etc.), depleción de Mn, existencia de FeS, oxidación)

En el caso del acero CSM38, sí que se han encontrado segregación de elementos tales como el Ni o el Cu. Estos elementos aparecen filtrándose desde la superficie hacia el interior como se observa en las micrográficas de la Figura 4 - 22 y la Figura 4 - 23 y en el mapa composicional de la Figura 4 - 24. La Figura 4 - 22 muestra adicionalmente algunos análisis Edax, cuya composición se adjunta en la Tabla 4 - 3.

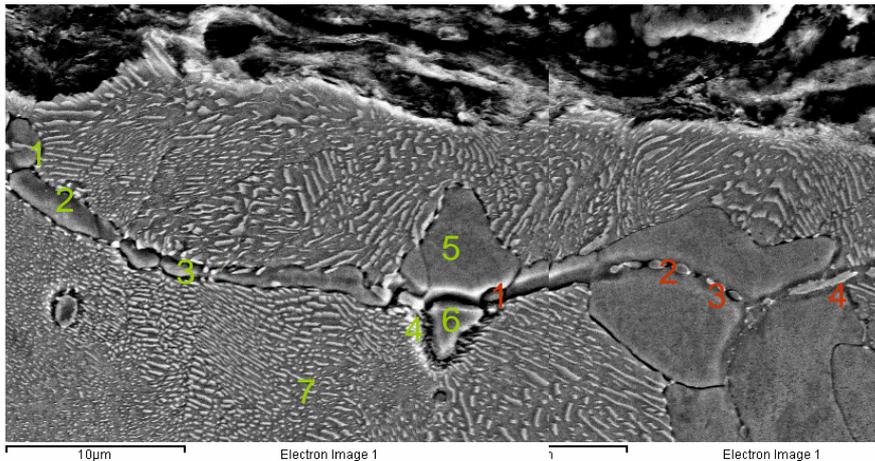


Figura 4 - 22. Segregaciones en la superficie del acero CSM38

Tabla 4 - 3. Análisis químico de zonas puntuales de la Figura 4 - 22

Spectro	%O	%Si	%S	%Ti	%V	%Cr	%Mn	%Fe	%Ni
1	4.6		25.1				46.8	15.2	
2	3.4	0.5	11.5	0.4	0.5	0.6	19.0	61.1	0.8
3	3.4	0.4	12.8	0.8	0.7	0.5	18.5	58.6	1.3
4	2.4	0.6						85.1	7.7

Spectro	%Si	%S	%Cr	%Mn	%Fe
1	0.7		1.4	1.4	96.1
2	0.8		1.3	1.3	95.9
3	0.7		1.4	1.4	95.3
4	0.7		1.5	1.5	96.4
5	0.6		1.6	1.6	96.4
6		22.4	36.8	36.8	31.4
7	0.3	20.3	35.5	35.5	35.2

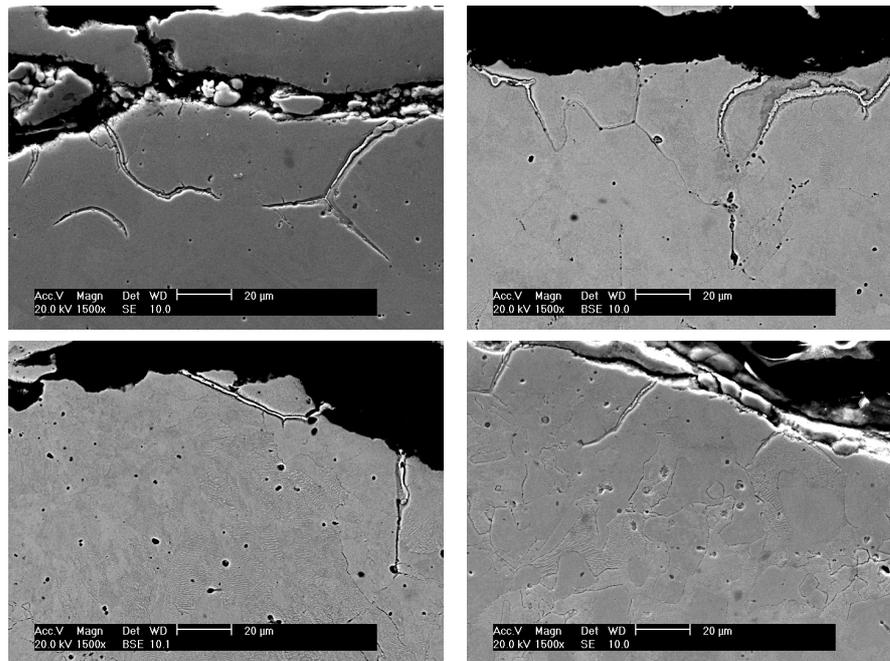


Figura 4 - 23. Segregaciones de Ni en la superficie del acero CSM38

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

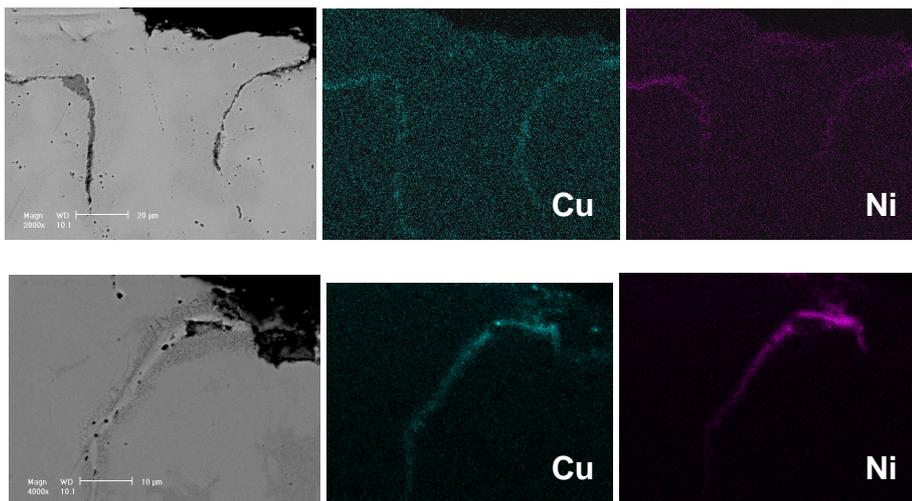
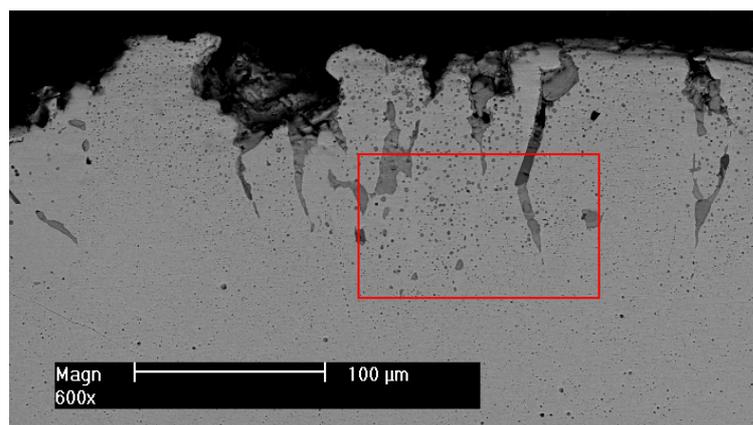


Figura 4 - 24. Segregaciones en la superficie del acero CSM38

Las muestras del acero CSM9 (Figura 4 - 25) tienen también redes de óxidos en la superficie as-cast, asociadas a la presencia de sulfuros de hierro y a la segregación de Ni y Cu.



Continúa en la siguiente página

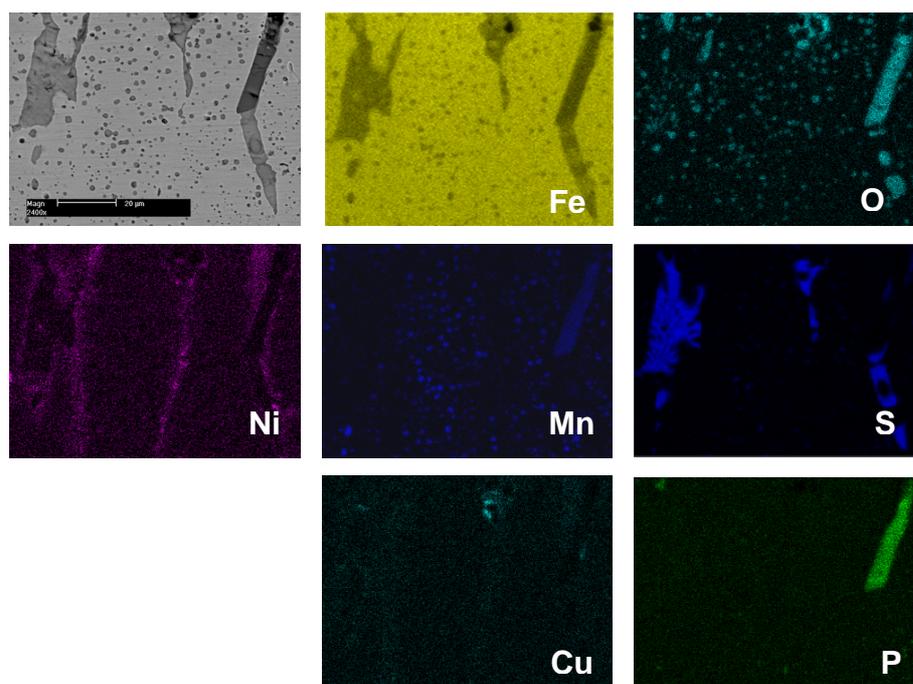


Figura 4 - 25. Penetración de óxidos y mapa composicional del acero CSM9

Las palanquillas de material as-cast del acero SPb-2 tienen algunas diferencias dependiendo de ruta de procesado para su producción. Los aceros que han seguido la ruta EAF (SPb-2 Z9) tienen muchos más óxidos penetrando desde la superficie hacia el interior de la palanquilla y tienen también mucha más segregación de elementos residuales en la superficie as-cast, en comparación con los aceros que han seguido la ruta BOS (SPb-2 Z7) como se observa en la Figura 4 - 26 y Figura 4 - 27. En general la penetración de los óxidos está asociada con sulfuros y óxidos de hierro (FeS, FeO) y también con elementos residuales que se adentran hacia el interior, como se observa en el mapa composicional de la Figura 4 - 28, pero en general no tienen una longitud superior a 100 μ m.

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

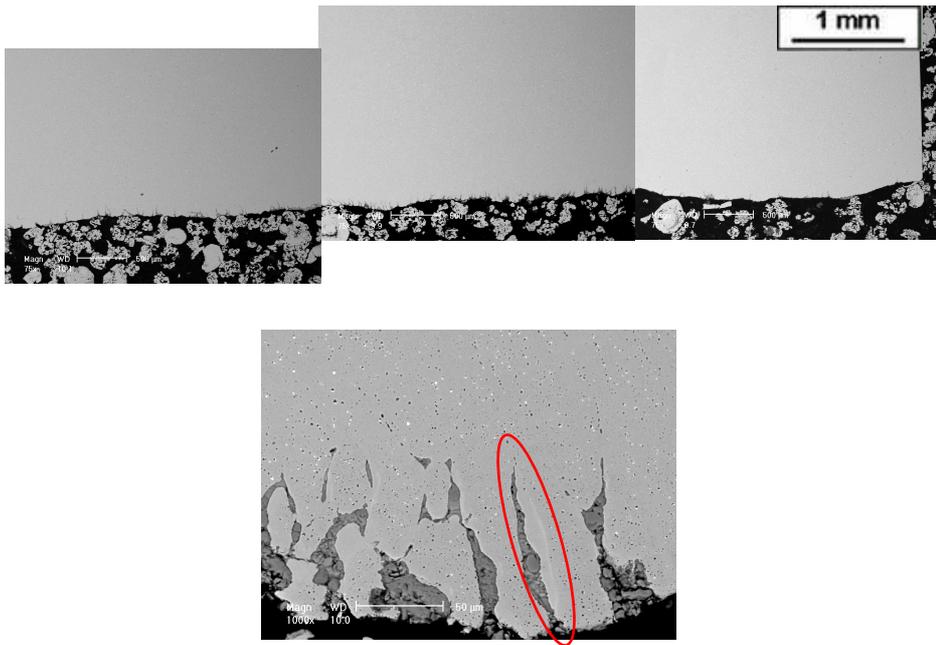


Figura 4 - 26. Penetración de óxidos para el acero SPb-2 Z9 con ruta EAF

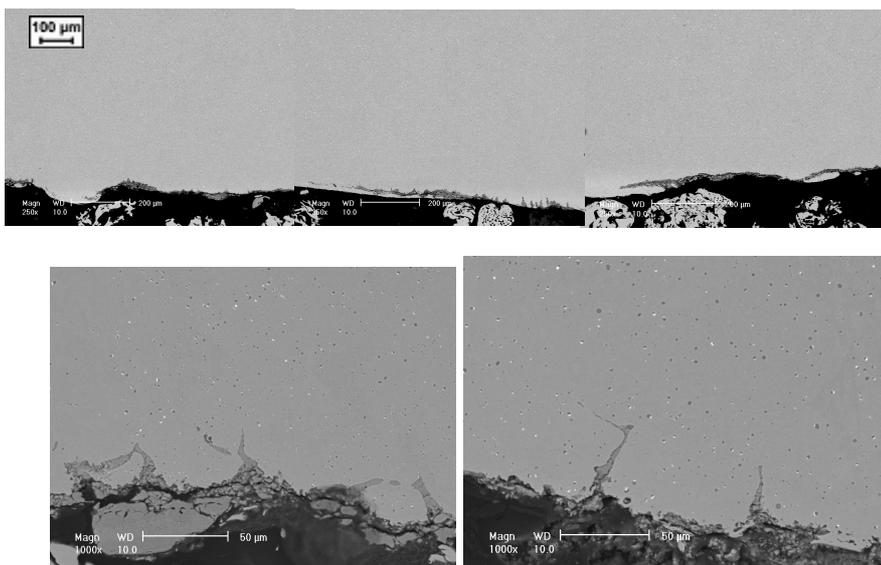


Figura 4 - 27. Penetración de óxidos para el acero SPb-2 Z7 con ruta BOS

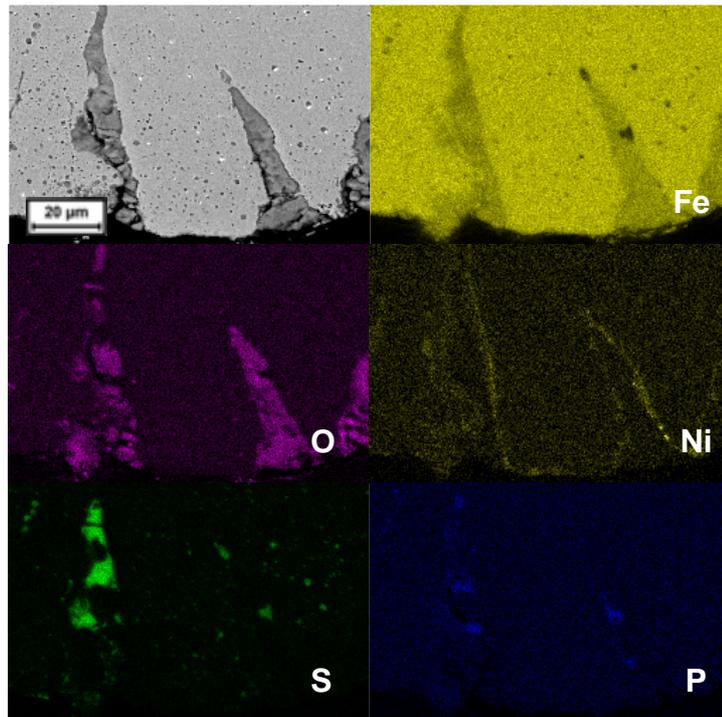


Figura 4 - 28. Mapa composicional del acero SPb-2 Z9 con ruta EAF

En el caso de acero inoxidable AISI 303, no se han encontrado zonas de óxidos o regiones ricas en FeS en las zonas cercanas a la superficie as-cast. Sin embargo sí se han encontrado en este material, como ya se ha comentado con anterioridad, regiones aisladas con inclusiones tipo II, en zonas cercanas a la superficie.

De estos resultados hay tres aspectos a considerar:

- El acero procedente de la ruta BOS es el que mayor calidad superficial posee.
- El acero procedente de la ruta EAF es el que tiene mayor presencia de óxidos entrando al interior desde la superficie.

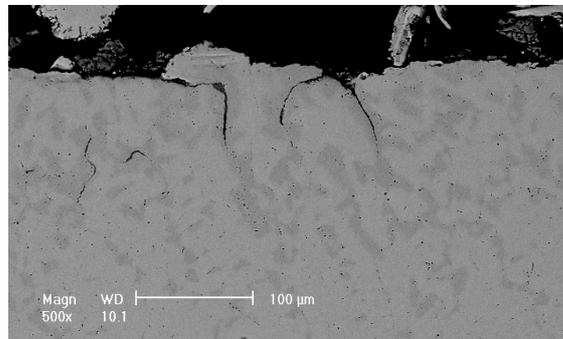
- Existe una posible presencia de Cu y Ni en función de la composición química (nivel de elementos residuales) en la ruta EAF.

Este último aspecto es el más esperable. La presencia de Cu, tal y como puede apreciarse en la Figura 4 - 24, estaría sugiriendo que a lo largo de la colada continua la oxidación relativa del Fe está induciendo un enriquecimiento de Cu que se estaría segregando posiblemente por los bordes de los granos de austenita, hacia el interior del acero [16-18]. La presencia de Ni en compañía con el Cu confirmaría esta hipótesis. La posible permanencia de la palanquilla (durante la colada continua) en el rango de temperatura peligroso para la segregación del Cu (aproximadamente entre 1050 y 1150°C) durante un tiempo no muy largo ha podido ser el motivo de que la profundidad de las zonas segregadas sea pequeña.

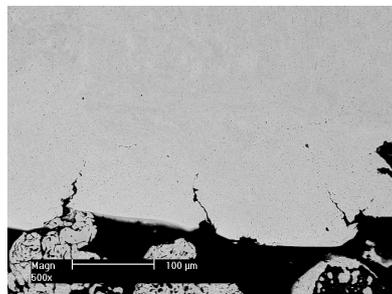
Las diferencias entre las rutas BOS y EAF en relación a la menor presencia de defectos superficiales con óxidos resultan más complejas de analizar. Por una parte, el nivel sensiblemente inferior de la suma total de elementos residuales en la ruta BOS va afectar, por lo menos cualitativamente, a la calidad superficial. De forma similar, las condiciones de solidificación y colada continua han sido completamente diferentes: mientras que en la ruta BOS se produjeron blooms, la ruta EAF se utilizó para producir palanquillas. Ello indica que necesariamente los radios de curvatura de la colada continua para producir el bloom deberían ser notablemente mayores. Este factor ayudaría a una mejor calidad superficial al reducir la incidencia en la formación de pequeñas grietas superficiales que posteriormente se oxidarían y originarían defectos tales como los de la Figura 4 - 28.

Pre-existencia de defectos

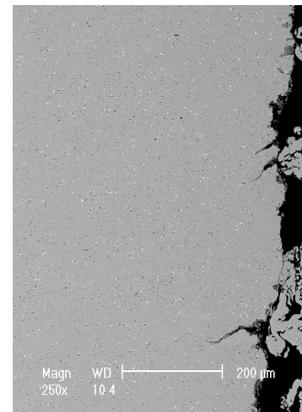
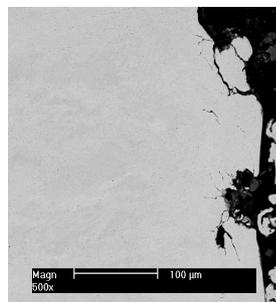
En todos los aceros existen pequeñas grietas cercanas a la superficie, como se muestra en las micrografías recogidas en la Figura 4 - 29.



CSM 38



AISI 303



SPb2 Z9

Figura 4 - 29. Ejemplos de defectos pre-existent en el material de as-cast

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

Un resumen de parte de la caracterización realizada hasta el momento se muestra en la Tabla 4 - 4 y en la Tabla 4 - 5. Los resultados de la parte superior de la tabla (en amarillo) corresponden a la caracterización de los principales defectos presentes en las superficies as-cast (grietas, rugosidad superficial, oxidación, presencia de FeS así como de segregación de elementos como pueden ser el Ni o el Cu). Los resultados de la parte inferior de las tablas (sin colorear) corresponden a una caracterización de otros aspectos como puede ser el grano de austenita (superficial o situado a 5-6mm hacia el interior), la distribución y detección de alineaciones de inclusiones de MnS, presencia de las mismas con tamaños inferiores a 1µm y su composición química. Estos últimos aspectos se verán con más detalle en el capítulo siguiente.

Tabla 4 - 4. Resumen de la caracterización microestructural de la zona cortical para el acero SPb-2 (BOS y EAF)

	SPb2 - Z7 (BOS)				SPb2-Z9 (EAF)
	202	204	209	211	
Grietas	No	No	No	No	Si
OM/Rugosidad	1 cm	Rugosidad alta	<1cm	1cm	---
Oxidación	Poco profunda < 50 µm	Poco profunda < 100 µm	Más oxidac. Profund ~ 50 µm Separac ~ 50 µm	Profund ~ 50 µm Separac ~ 100 µm	Si Profund ~ 100 µm
FeS	Muy Poco	Muy Poco Profund ~ 50 µm	Más FeS	---	Si
Segregación de Ni,Cu	No detectado	No detectado	No detectado	No detectado	Si, cerca de los óxidos. Profund ~ 100 µm
Tamaño de grano austenita	---	---	---	---	---
Distribución MnS Tamaño medio: Superficie / Interior (5mm)	---	---	---	Detectadas MnS Tipo II	Mayor Homog..a 5 mm 1.5/2 µm
Alineación MnS	Si	No detectado	No detectado	No detectado	Si
MnS<1µm	---	---	---	---	Si
MnS Composición	MnS	MnS	MnS	MnS	---

Tabla 4 - 5. Resumen de la caracterización microestructural de la zona cortical para los aceros CSM9, CSM38 y AISI 303

	CSM9	CSM38	AISI 303
Grietas	---	Si <100µm	Si <100µm
OM/Rugosidad	Si	C mayor-menos OM	---
Oxidación	Si, Profund ~ 100 µm Separac ~ 40 µm	No	No
FeS	Si, con óxidos, 100µm	No detectado, Mn/S alto	No detectado, Mn/S alto
Segregación de Ni,Cu	Si, cerca de óxidos	Si, profund. < 100 µm	---
Tamaño de grano austenita	---	---	Zonas con granos equiáxicos y otras con granos columnares
Distribución MnS Tamaño medio: Superficie / Interior (5mm)	1.3 / 2.1 µm	Menos homogeneid. a 5 mm 0.73 / 0.96 µm	Más homogeneid. a 5 mm. 0.82 / 1.77 µm
Alineación MnS	No	Si	Si, elevada
MnS<<1µm	Si	MnS en general <1 µm	Si
MnS Composición	MnS	MnS + TiN+VTiN	MnS e inclusiones duplex MnS+SiO ₂ , (Mn,Cr)S

4.4.1.2. Simulación del preagrietamiento durante la colada

En el apartado anterior se constató la presencia de defectos superficiales de diferente naturaleza y extensión en todas las calidades de los aceros analizados. Un aspecto importante es analizar como pueden evolucionar los mismos durante la etapa de recalentamiento previa a la laminación en caliente. Debe tenerse en cuenta que una de las estrategias habituales en la industria, cuando aparecen roturas del acero en las primeras cajas de laminación, es incrementar el tiempo y la temperatura del horno a fin de favorecer una mayor oxidación. Con ello se busca un posible “saneado” de grietas procedentes de la colada continua. Sin embargo, dicha estrategia, además de inducir más pérdida de material por oxidación y aumentar el consumo energético, puede que no resulte siempre adecuada.

En este contexto, se ha procedido a generar grietas artificiales de diferentes tamaños para, posteriormente, analizar cómo evolucionan durante las condiciones de precalentamiento previas a la laminación.

En la Figura 4 - 30 y Figura 4 - 31 se muestran algunos ejemplos de las grietas artificiales generadas tras los ensayos de fatiga 3PB y 4PB, respectivamente. En el caso del acero CSM38, las grietas más pequeñas aparecen en algunos casos asociadas con segregaciones de Ni y Cu que existen cerca de la superficie as-cast del material. En el caso de las probetas mecanizadas para los ensayos de 3PB para el acero CSM9, aunque debería haber existido una tendencia a que las grietas aparecieran en el centro de la probeta, en la mayoría de los casos la nucleación de las mismas ha estado unida a la presencia de marcas de oscilación y óxidos superficiales que parten desde la superficie hacia el interior. En el caso de las probetas de los ensayos 4PB también las grietas están asociadas con defectos y óxidos. Sin embargo también hay que señalar que no todas las marcas de oscilación ni todos los óxidos tienen grietas vincualadas después de los ensayos. En el caso de las probetas del acero AISI 303 las grietas aparecen conectadas a defectos y regiones con inclusiones de MnS tipo II. Después de los ensayos, hay grietas de longitud bastante grande que aparecen paralelas a la superficie as-cast del material.

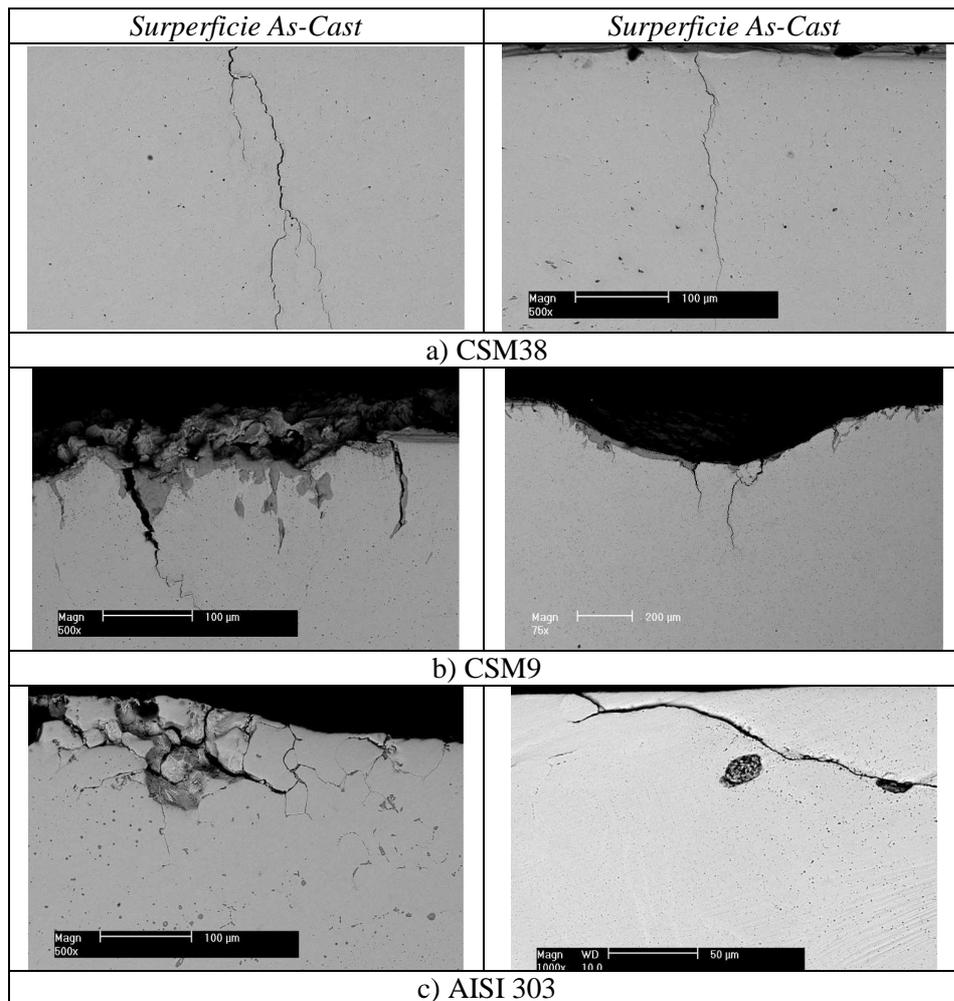


Figura 4 - 30. Grietas inducidas artificialmente en los ensayos de fatiga 3PB en la zona superficial de los distintos aceros

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

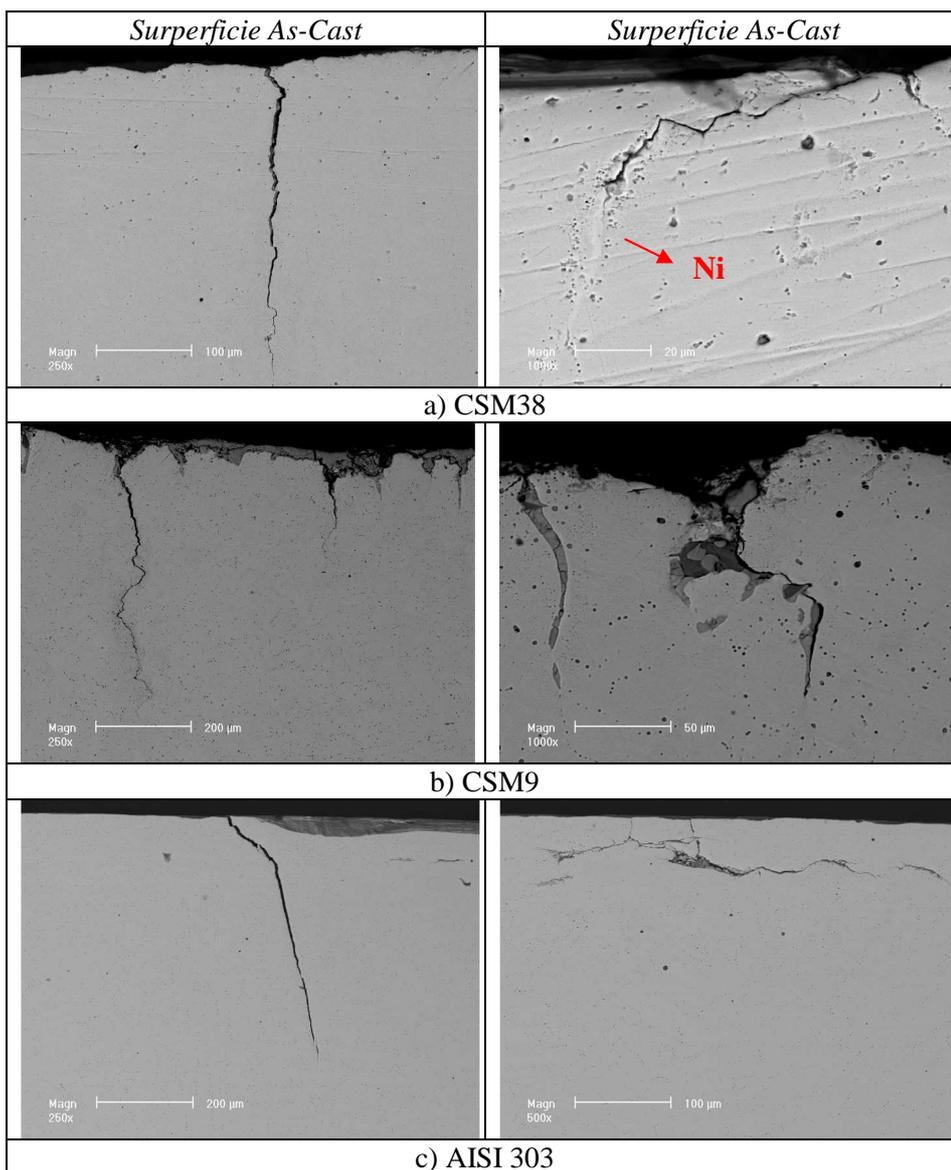


Figura 4 - 31. Grietas inducidas artificialmente en los ensayos de fatiga 4PB en la zona superficial de los distintos aceros

4.4.2. Evolución de la superficie durante condiciones de recalentamiento

4.4.2.1. Caracterización microestructural

La caracterización de los distintos materiales en la fase posterior a los tratamientos térmicos se ha realizado tanto a nivel de lo que ocurre con la capa de oxidación como de lo que ocurre con las grietas que habían sido generadas previamente por fatiga. En ambos niveles se ha pretendido realizar un estudio, en función del tipo de atmósfera, de la composición de la capa de oxidación así como de los óxidos que se adentran en el material desde la superficie y además se ha centrado un especial interés en la posible formación de sulfuros de hierro y enriquecimiento de zonas con Níquel y Cobre.

La Figura 4 - 32 muestra el aspecto de la probetas después del tratamiento térmico con atmósfera seca y húmeda de aire respectivamente. Se pudo constatar como para el caso de los tratamientos realizados en atmósfera húmeda, la adherencia de la capa de oxidación era más fuerte que en el caso de los tratamientos realizados en atmósfera seca. En este sentido el vapor de agua es uno de los parámetros críticos para la adherencia de la capa de óxido [19,20].



4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO



Figura 4 - 32 .Probetas de 4PB (excepto del material SPb-2 Z7) tras los tratamientos térmicos en laboratorio

4.4.2.1.1. Distribución de Tamaño de Grano

Con el objetivo de analizar la interacción entre la presencia de inclusiones y el tamaño de grano de austenita se han realizado mediciones del mismo a diferentes distancias de la superficie de colada para los aceros CSM38, SPb-2 y CSM9, en muestras calentadas a 1220°C en atmósfera Argón durante 2 horas y después templadas en agua. Los resultados obtenidos se resumen en la Figura 4 - 33. En ella se pueden ver los tamaños de grano de la austenita previa, D_γ , a las distancias de 0.5 y 6 mm de la superficie. Se observa como prácticamente no existen diferencias en el tamaño de grano de una región a otra, y tampoco se ven cambios significativos al considerar uno u otro acero. Los tamaños de grano de austenita se mantienen en un rango de entre 26 – 40µm.

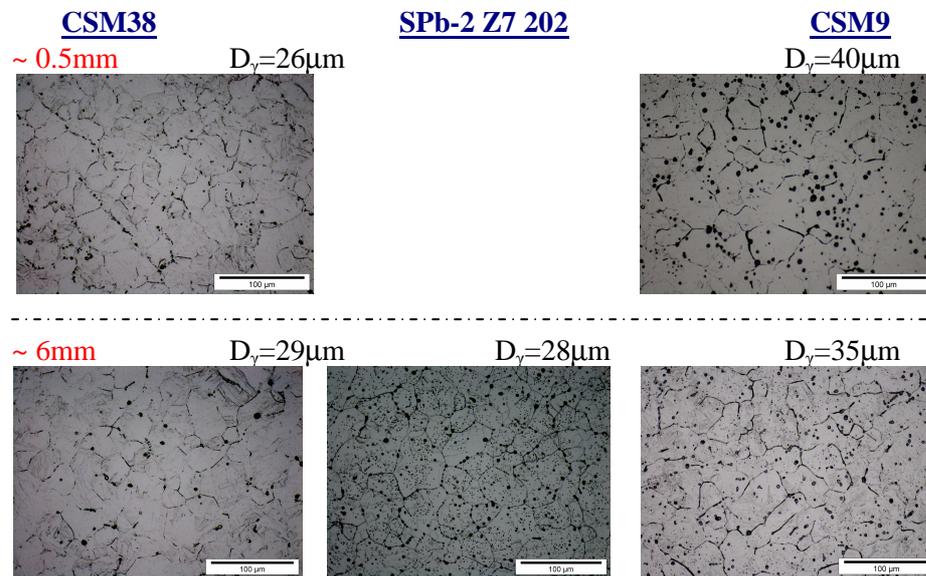


Figura 4 - 33. Tamaño de grano medio de austenita de muestras recalentadas en laboratorio a 1220°C a diferentes distancias de la superficie (0.5 y 0.6mm)

El tamaño de grano obtenido sugiere que las inclusiones de MnS están controlando su crecimiento puesto que se conoce de resultados bibliográficos [21,22] que en aceros C-Mn el tamaño de grano sería bastante superior al obtenido en estos resultados a 1220°C (ver Figura 4 - 34).

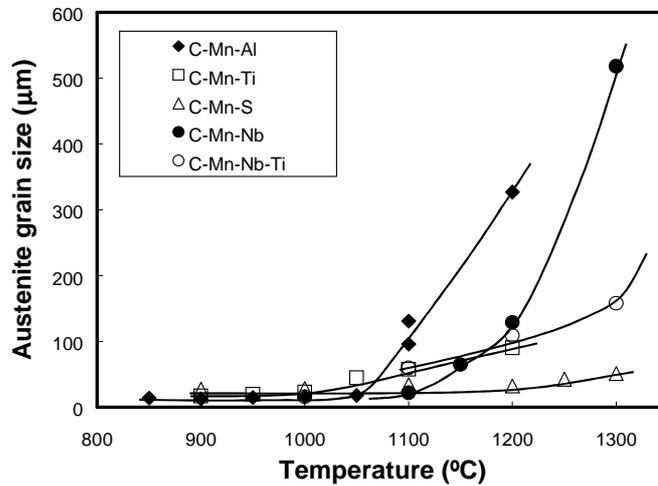


Figura 4 - 34. Evolución del tamaño de grano de austenita durante el recalentamiento para diferentes aceros [22]

En este contexto y tal como se conoce de la ecuación de Gladman [23,24] (Ec 4 - 2), que controla la evolución en el crecimiento de grano debido a la precipitación, no sólo la precipitación fina (del orden de nanómetros) puede inhibir el crecimiento de grano, inclusiones más grandes, como las que pueden existir en un acero resulfurado (2-3μm), combinadas con una fracción volumétrica alta de las mismas, también pueden estar controlando el crecimiento de grano. En esta ecuación, los términos f , r , R y Z , hacen referencia a la fracción volumétrica y radio de partículas, radio de grano de austenita y heterogeneidad del tamaño de grano respectivamente.

$$R = \frac{\pi}{6} \cdot \frac{r}{f} \cdot \left(\frac{3}{2} - \frac{2}{K} \right) \quad \text{Ec.4 - 2}$$

4.4.2.1.2. Evolución Microestructural de capa de óxido y redes

En la sección transversal de las muestras tratadas pueden observarse dos regiones, tal y como aparece en el ejemplo de la Figura 4 - 35. En primer lugar aparece una capa óxido bien definida, normalmente con defectos en su interior. Además, se aprecia una zona en el acero, próxima a la superficie, que se caracteriza por óxidos de distinta naturaleza que se adentran hacia el interior del material.

La Tabla 4 - 6 resume el espesor de penetración de la capa de oxidación después de los tratamientos para todos los grados de acero. La adherencia de la capa externa, en el caso de las condiciones de atmósfera seca, es reducida de modo que se puede desprender con facilidad, por ello en algunos casos no hay datos. En general la capa ext. formada durante los tratamientos es más gruesa para las condiciones de atmósfera húmeda. Los % de peso de las probetas medidos antes y después del tratamiento térmico (Tabla 4 - 7) corroboran estos resultados. El acero CSM38 es el que muestra más tendencia a la oxidación, mientras que el acero inoxidable AISI 303, como era de esperar, es el que muestra una tendencia más reducida.

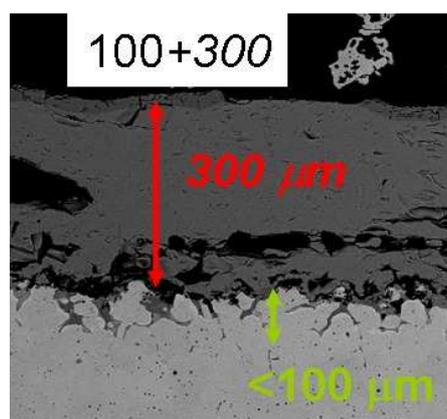


Figura 4 - 35. Ejemplo de las capas oxidadas que aparecen en los aceros durante el proceso de recalentamiento

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

Tabla 4 - 6. Espesor de la capa de oxidación (μm). (Capa de oxidación interna + capa de oxidación externa)

Espesor de la capa de oxidación (μm)								
Condiciones Atmósfera	CSM38		CSM9		SPb-2 Z7		AISI 303	
	1100°C	1200°C	1100°C	1200°C	1100°C	1200°C	1100°C	1200°C
Seco	50+60	200/-	150/-	200/-	50+150	100+100	50/-	100/-
Húmedo	50+700	250/-	150/300	250/-	50+50	100+1mm	100+50	250/-

Tabla 4 - 7. Porcentaje de ganancia de peso tras los tratamientos térmicos

% Δ Peso								
Condiciones Atmósfera	CSM38		CSM9		SPb-2 Z7		AISI 303	
	1100°C	1200°C	1100°C	1200°C	1100°C	1200°C	1100°C	1200°C
Seco	4.27	3.74	3.99	4.08	2.58/2.04	4.29/3.7	-0.16	-1.32
Húmedo	5.14	6.99	4.17	5.99	2.92/1.9	5.50/3.7	1.02	2.3

La Figura 4 - 36 muestra la superficie as-cast del acero CSM38 tanto antes como después de los tratamientos térmicos en diferentes condiciones atmosféricas (condición de atmósfera seca y condición de atmósfera húmeda). Se observa como existen antes de partida en la superficie as-cast algunos defectos, depresiones y pequeñas grietas adentrándose hacia el interior desde la superficie. Después de los tratamientos térmicos la capa de óxido formada llega a un espesor de hasta 700 μm . En este acero, como se muestra en la Figura 4 - 37 y Figura 4 - 38, se observan algunas segregaciones de Mn y Si en la capa de oxidación además de alguna segregación local de Cu.

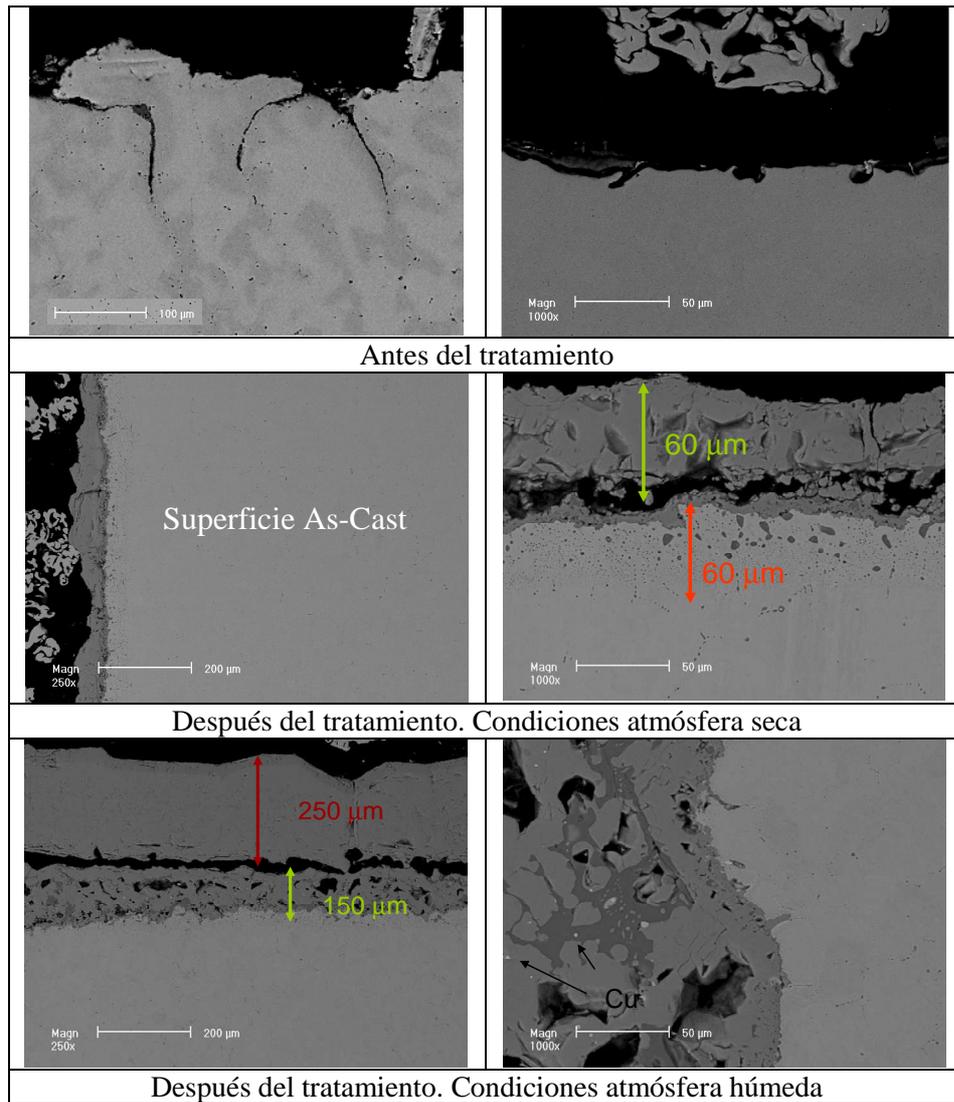


Figura 4 - 36. Superficie as-cast del acero CSM38 antes y después de los tratamientos de oxidación en laboratorio en diferentes condiciones (1200°C, 4h30)

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

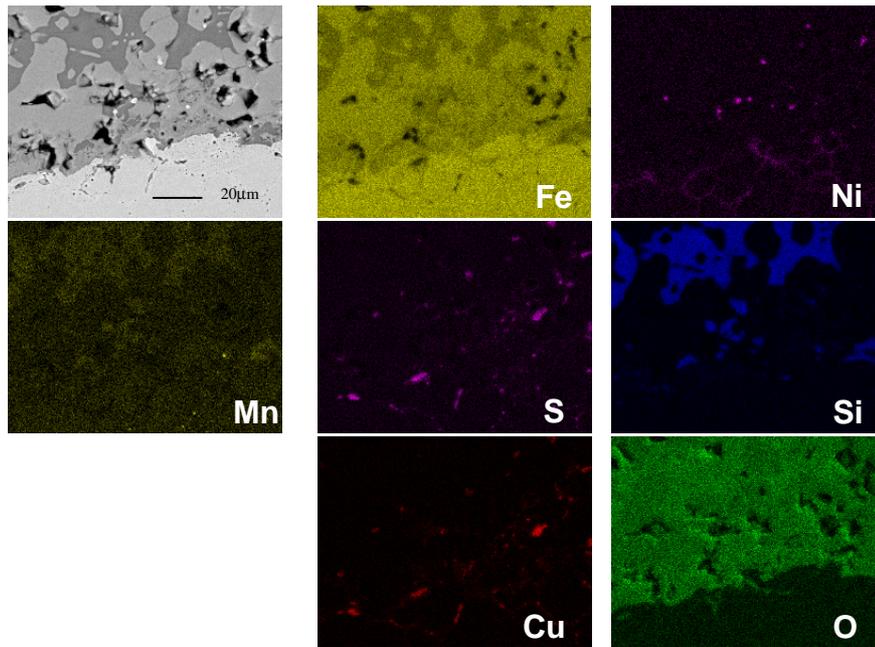
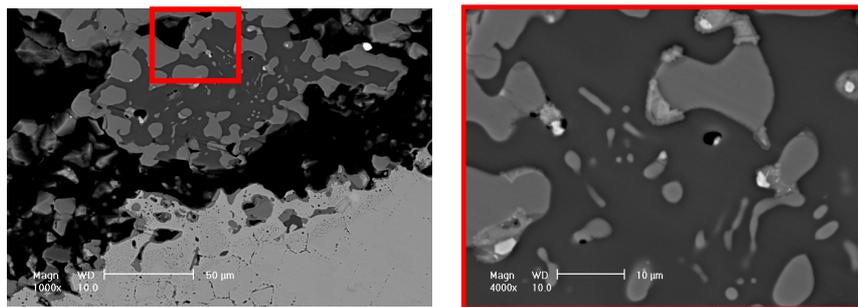


Figura 4 - 37. Mapa de composición de la superficie de oxidación del acero CSM38 (Condiciones Húmedo 1200°C)



Continúa en la siguiente página

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

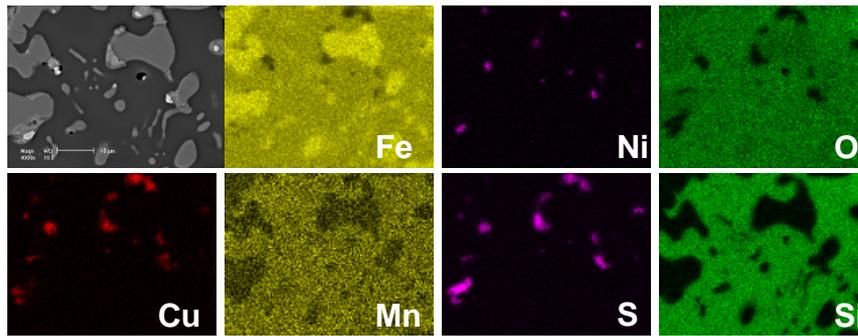
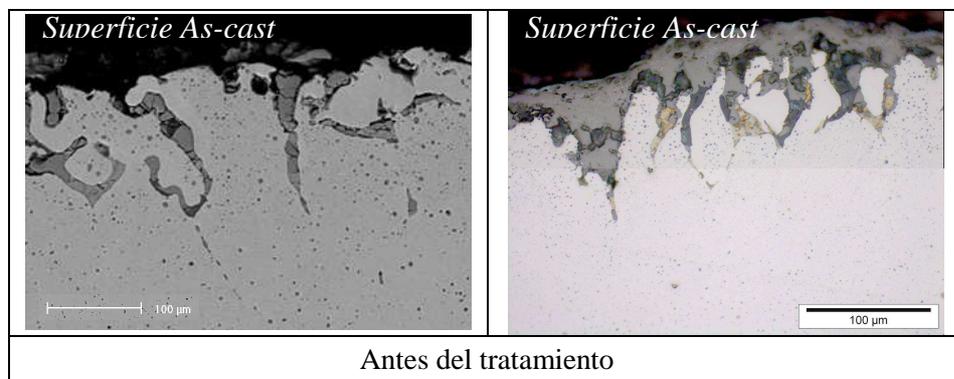


Figura 4 - 38. Mapa de composición de la superficie de oxidación del acero CSM38 (Condiciones Seco 1200°C)

La Figura 4 - 39 muestra las diferentes micrografías para el acero CSM9. En este caso se puede observar como antes del tratamiento ya existían algunas regiones que contienen óxidos y sulfuros de hierro Fe (color amarillo) adentrándose hacia el interior desde la superficie, aunque en ningún caso son mayores de 200μm de longitud, como ya se indicó en el apartado 4.4.1. Después de los tratamientos de calentamiento, estos óxidos mencionados desaparecen y hay nuevos óxidos decorando los bordes de grano de la antigua austenita independientemente de las condiciones de la atmósfera de oxidación seleccionada. La profundidad de esta capa de redes de óxidos es muy similar en todos los casos y no se han encontrado diferencias significativas entre la atmósfera seca y húmeda.



4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

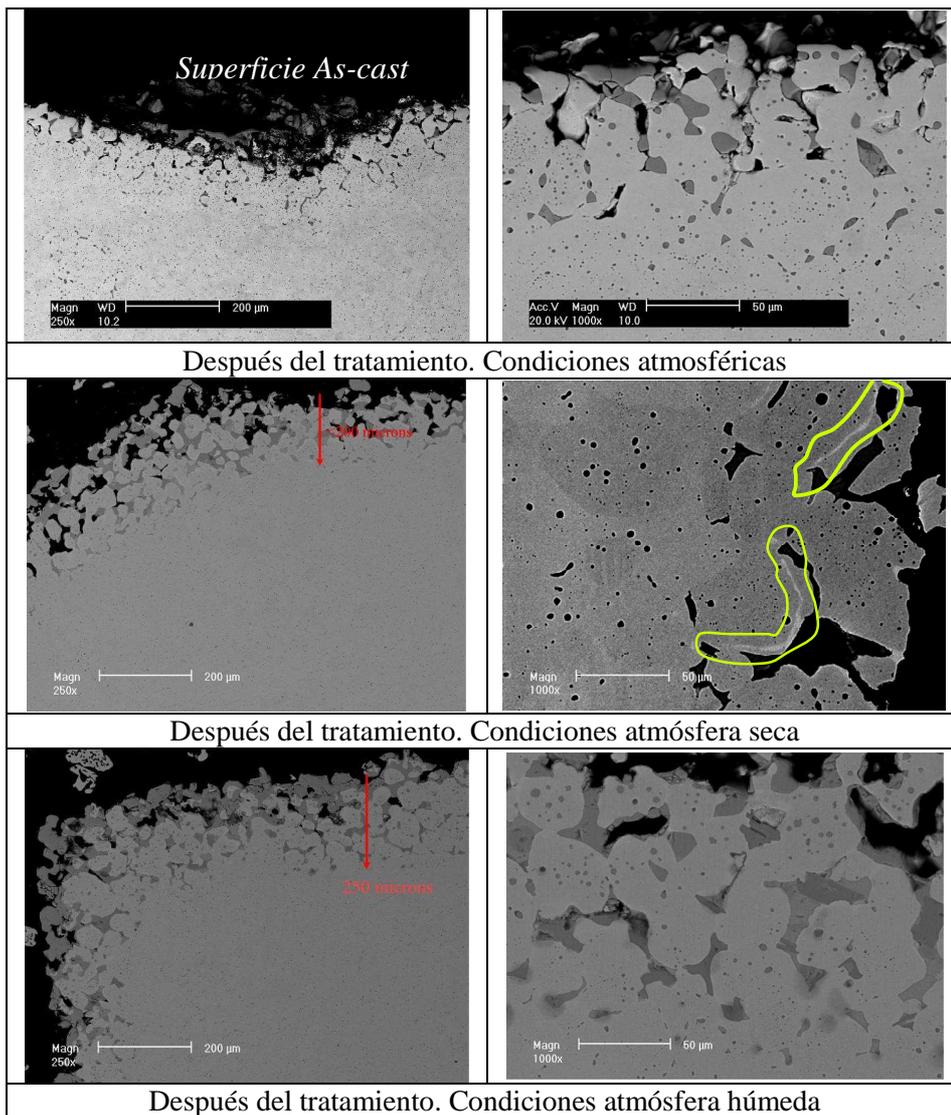


Figura 4 - 39. Superficie as-cast del acero CSM9 antes y después de los tratamientos de oxidación en laboratorio en diferentes condiciones (1200°C, 4h30)

Las micrografías correspondientes al acero SPb-2 Z7 202 (BOS) (similar al acero 211/16) se observan en la Figura 4 - 40 y Figura 4 - 41. Después del tratamiento se ha detectado como se forma una delgada capa de redes de óxidos de unas 50 μm , con la presencia de algunas regiones de FeS. Hay que señalar que anteriormente a los tratamientos de oxidación, las superficies as-cast de estos aceros (202 y 211) apenas tenían óxidos y sulfuros de hierro FeS penetrando hacia el interior en comparación con el acero CSM9. Después del calentamiento industrial (Figura 4 - 40), los materiales SPb-2 Z9 (EAF) muestran una red de óxidos, FeS y elementos residuales que se distribuyen de una manera distinta a como lo hacían antes del calentamiento. La profundidad de estas redes es inferior a 1 mm.

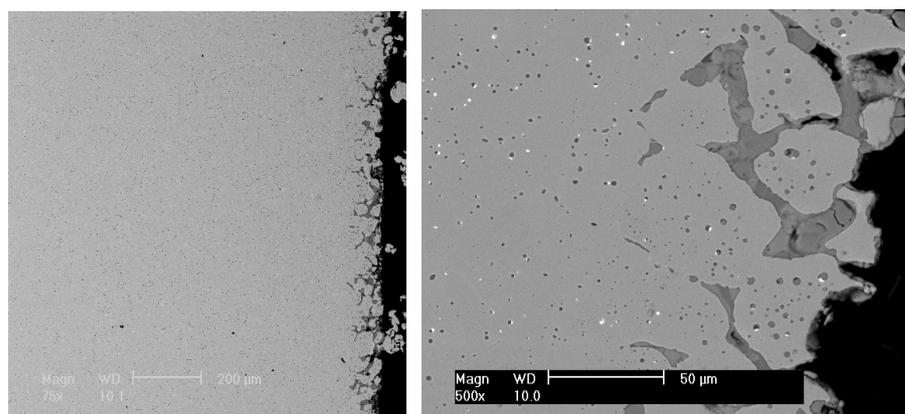


Figura 4 - 40. Superficie del acero SPb-2 Z9 A

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

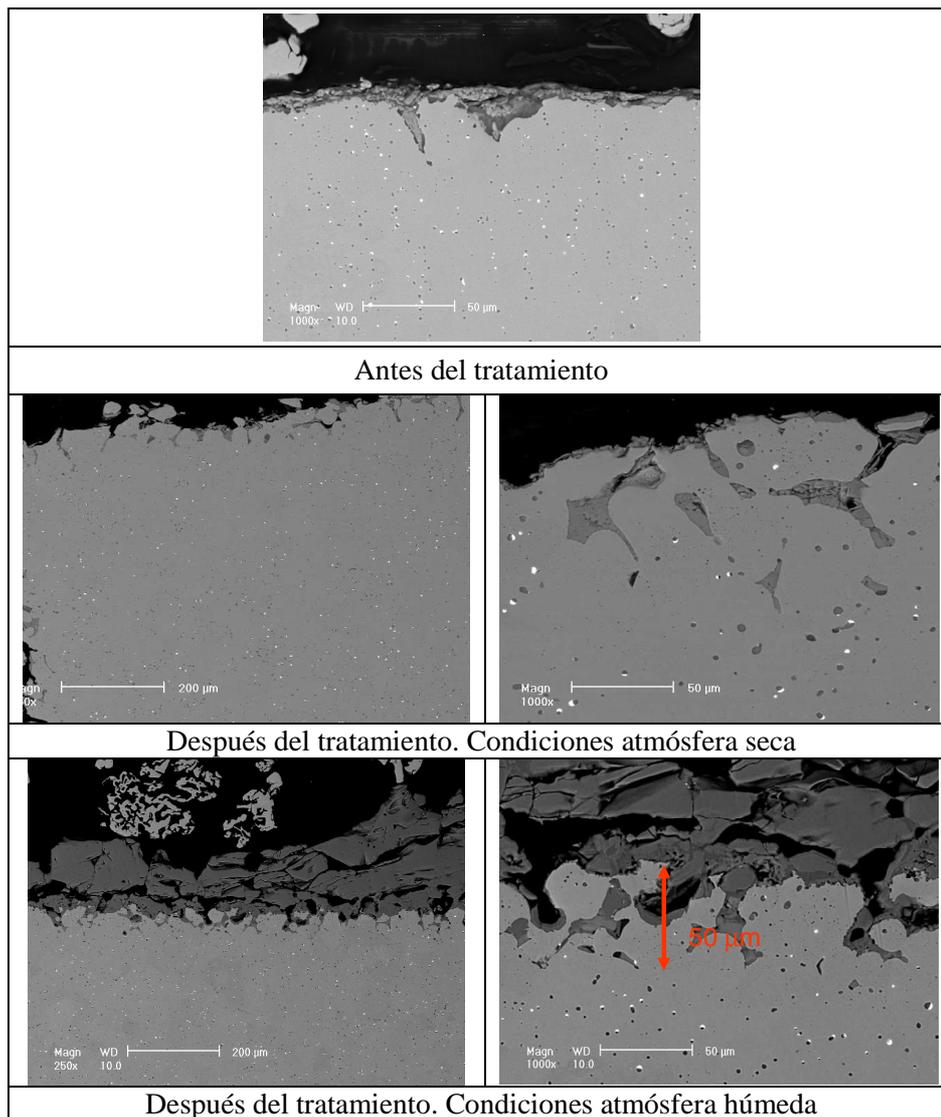


Figura 4 - 41 .Superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 202 antes y después de los tratamientos de oxidación en laboratorio en diferentes condiciones (1200°C, 4h30)

Por otro lado, en la caracterización de la sección transversal la ligera eliminación de la capa de óxido a permitido identificar una red de óxidos internos además de inclusiones de bajo punto de fusión, que se localizan en los bordes de grano de la austenita. Estos bordes de grano decorados por el óxido sugieren que el tamaño de grano de austenita de la región cercana a la superficie es relativamente pequeño (alrededor de 40-60 μm), confirmando los tamaños de austenita que se vieron en el apartado anterior. Para el caso del acero SPb-2 Z7 también hay diferencias en cuanto a la aparición o ausencia de redes de óxido decorando los bordes de grano de austenita, únicamente son visibles para las condiciones del acero SPb-2 Z7 209, como se observa en la Figura 4 - 42.

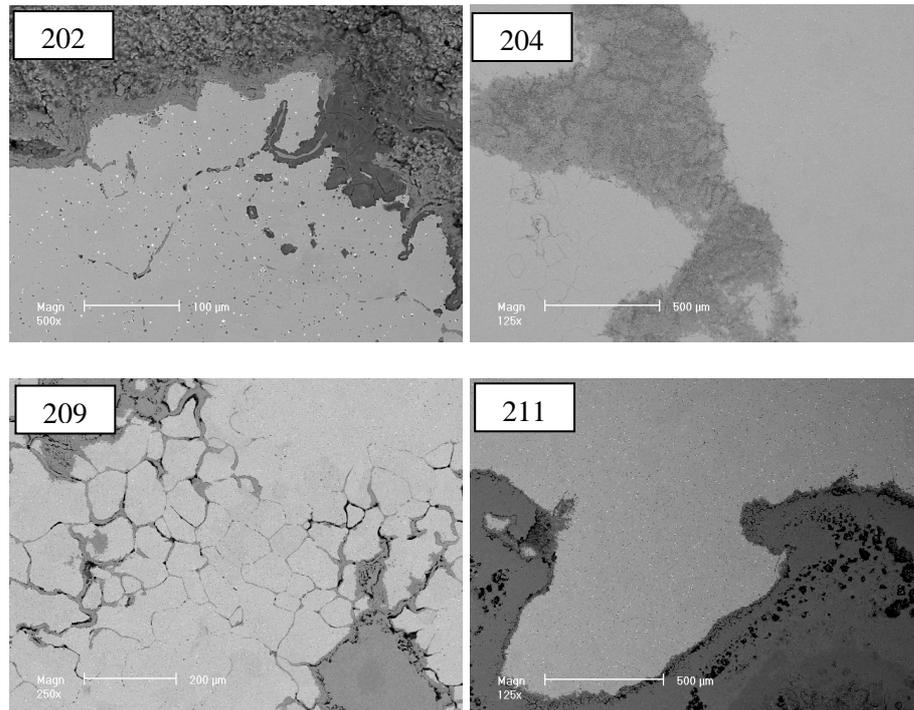
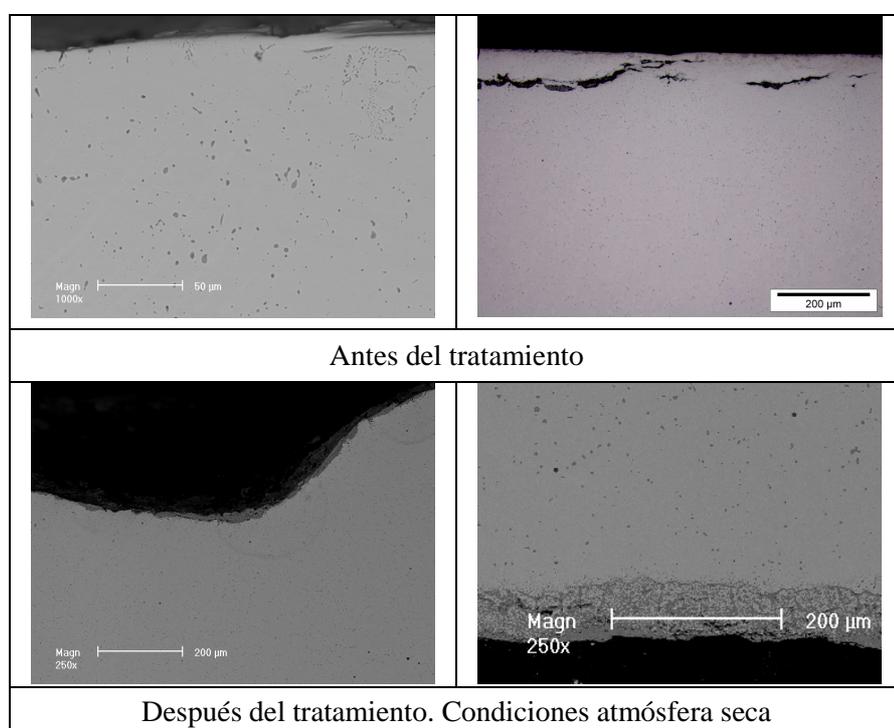


Figura 4 - 42 . Redes de óxidos para diferentes condiciones de colada del acero SPb-2 Z7

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

En la Figura 4 - 43 se puede observar como el acero AISI 303, en la etapa anterior al tratamiento, tiene algunas regiones cercanas a la superficie as-cast del material que contienen inclusiones Tipo II así como algunas grietas paralelas a la superficie. Después de los tratamientos de oxidación, no ha sido posible la identificación de estas inclusiones mencionadas. La capa de oxidación formada en la superficie as-cast del material es más gruesa en las condiciones de oxidación con atmósfera húmeda. En la Figura 4 - 44 se muestra el mapa de composición del este acero para las condiciones mostradas en la figura y se puede apreciar como hay una segregación de Ni con algo de Si en la capa de oxidación y además hay una zona local libre de Mn (depleción de Mn) donde la presencia de S indica altas probabilidades de la existencia de FeS.



4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

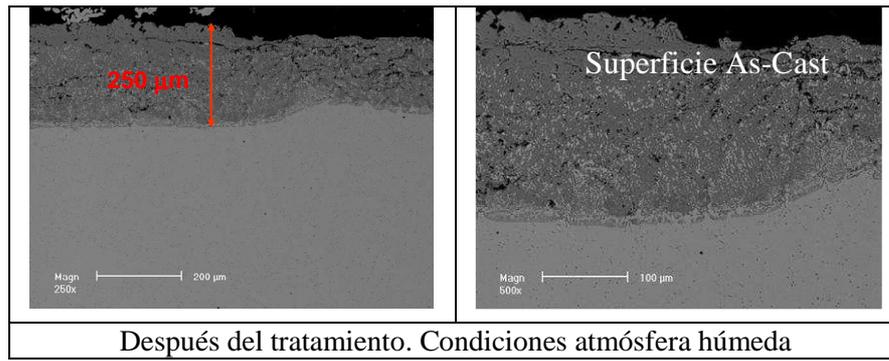


Figura 4 - 43. Superficie as-cast del acero AISI 303 antes y después de los tratamientos de oxidación en laboratorio en diferentes condiciones (1200°C, 4h30)

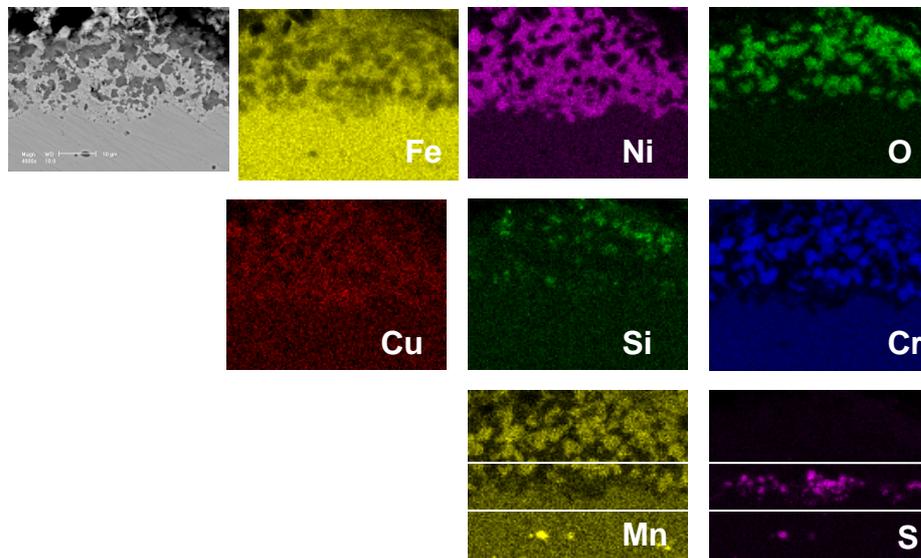


Figura 4 - 44. Mapa de composición de la superficie de oxidación del acero AISI 303 (Condiciones Húmedo 1200°C)

4.4.2.1.3. Quemado del acero y depleción de Mn

Después de la oxidación que tiene lugar durante el tratamiento de recalentamiento del acero, en todos los casos existe riesgo de producirse quemado del acero (*Hot Shortness*) y depleción de Mn en la superficie as-cast del material. La Figura 4 - 45, Figura 4 - 46, Figura 4 - 47 y Figura 4 - 48 (el resto de mapas para las distintas condiciones en que se han realizado los tratamientos se pueden ver en el apartado 4.5.1 del Anexo de este capítulo 4) muestran algunos mapas de composición para todos los aceros en zonas cercanas a la superficie. En el acero CSM38 (Figura 4 - 45), no hay ningún rastro de FeS en general en las zonas cercanas a la superficie, en concordancia con la predicción del ratio Mn/S y el índice crítico ($MAC > 1$), como se puede observar en la Tabla 4 - 8. En el caso del acero CSM9 de la Figura 4 - 46, se aprecia cómo en una región próxima a la superficie hay zonas ricas en S con una presencia muy pobre de Mn, la cual sugiere la existencia de regiones con (Fe,Mn)S. De forma similar, hay algunos puntos ricos en Cu, posiblemente cercanos a la intercara óxido /Fe. Todo éste tipo de defectos existían antes de la oxidación, con la presencia de algunos óxidos y FeS adentrándose hacia el interior desde la superficie. Para el acero SPb-2 Z7 (Figura 4 - 47), la presencia de FeS se ve favorecida con la oxidación de la superficie as-cast. Como se observa en la figura, existe azufre que no está asociado con el Mn y que con probabilidad lo esté con el Fe, para formar los ya comentados compuestos de bajo punto de fusión. En el acero AISI 303 (Figura 4 - 48) también se han encontrado algunos FeS en zonas cercanas a la superficie después de los tratamientos de oxidación. En este acero, de nuevo, se vuelve a apreciar que algunas regiones ricas en S con carencia de Mn.

Tabla 4 - 8. Porcentaje (%) de composición en peso para los distintos grados de acero y valor MAC

	C	Mn	S	Pb	Mn/S	(Mn/S)_c	MAC[*]
CSM38	0.37	1.35	0.057	0.001	23.68	13.05	1.81
CSM9	0.09	1.10	0.42	-	2.61	2.68	0.97
SPb-2 Z	0.07	1.05	0.32	0.31	3.28	3.32	0.98
AISI 303	0.07	1.6	0.28	0.001	5.63	3.65	1.54

*MAC= (Mn/S)/(Mn/S)_c

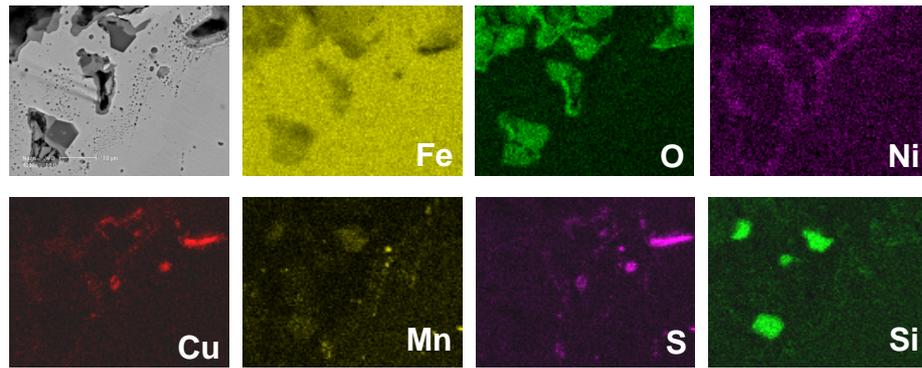


Figura 4 - 45. Mapa de composición para el acero CSM38 de la zona cercana a la superficie después del tratamiento térmico en aire seco (1200°C 4h 30min) después

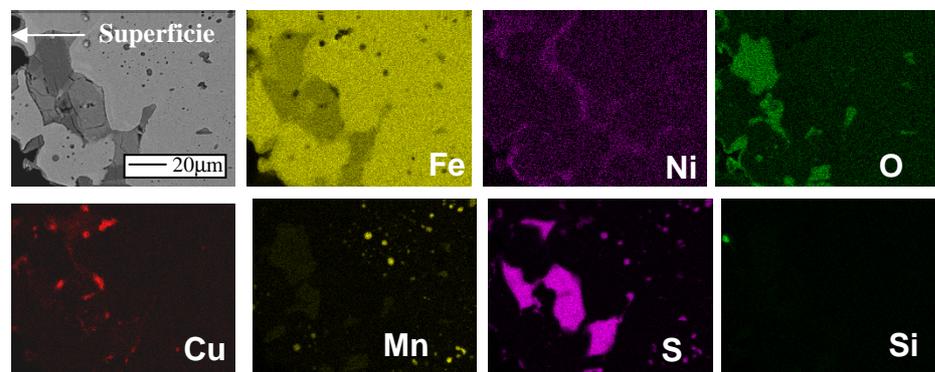


Figura 4 - 46. Mapa de composición para el acero CSM9 de la zona cercana a la superficie después del tratamiento térmico en aire seco (1200°C 4h 30min)

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

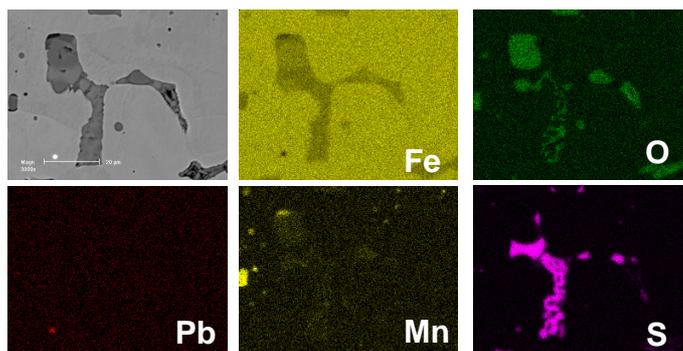


Figura 4 - 47. Mapa de composición para el acero SPb-2 Z7 de la zona cercana a la superficie después del tratamiento térmico en aire seco (1200°C 4h 30min)

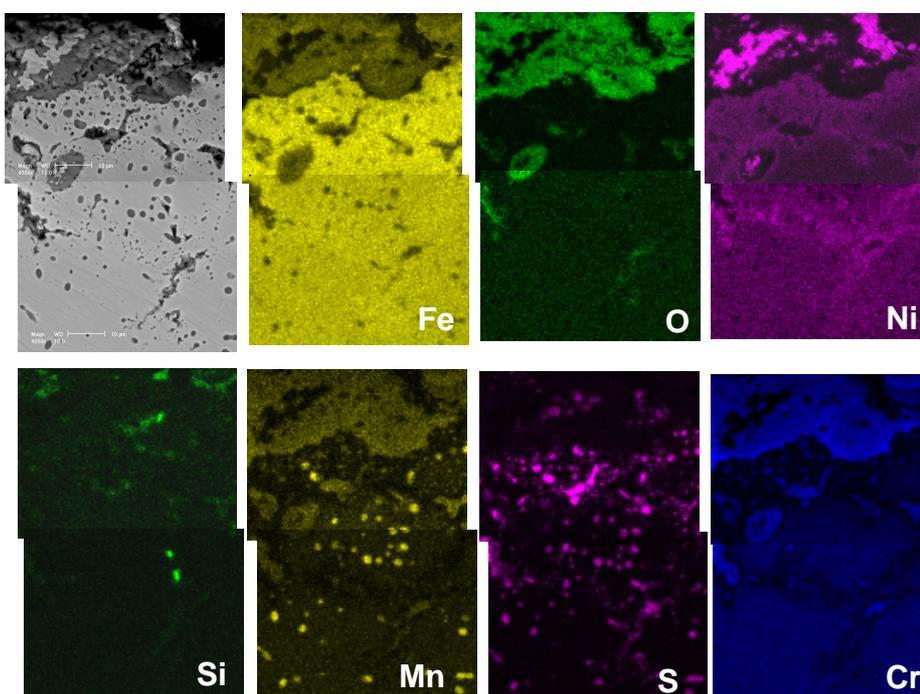


Figura 4 - 48. Mapa de composición para el acero AISI 303 de la zona cercana a la superficie después del tratamiento térmico en aire húmedo (1200°C 4h 30min)

4.4.2.1.4. Influencia de la segregación de elementos residuales

En relación a la presencia de elementos residuales como pueden ser el Cu y el Ni, éstos aparecen en algunas regiones filtrándose hacia el interior desde la superficie as-cast para el caso de los aceros CSM9 y CSM38. Se han observado segregaciones de Cu que queda atrapado en el interior de la capa de oxidación para el caso del acero CSM38. Hay que comentar que, como ya se vio anteriormente en el apartado 4.4.1, ya existían para este acero segregaciones de Cu filtrándose desde la superficie. En el caso de los aceros CSM9, SPb-2 Z9 y AISI 303 estos elementos aparecen segregados decorando los bordes de grano de austenita en las zonas cercanas a la superficie y cercanas a los óxidos existentes.

La Figura 4 - 49 muestra un mapa de composición correspondiente a la superficie as-cast del acero CSM9 tras la realización del tratamiento térmico y se puede observar la segregación de Ni, así como FeS alrededor de los óxidos. Estos óxidos no tienen una profundidad de penetración demasiado alta, en torno a 50 μm . En el caso del acero SPb1 se han encontrado segregaciones de Pb en las inmediaciones de la superficie as-cast, como se observa en la Figura 4 - 50, pero esto sólo ha ocurrido en las condiciones de atmósfera húmeda. Para el acero AISI 303 se han encontrado segregaciones de Ni, como se ve en la Figura 4 - 51 localizadas preferentemente en los bordes del grano columnar que penetran hasta profundidades superiores a 150 μm y que además coinciden con zonas de inclusiones alineadas.

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

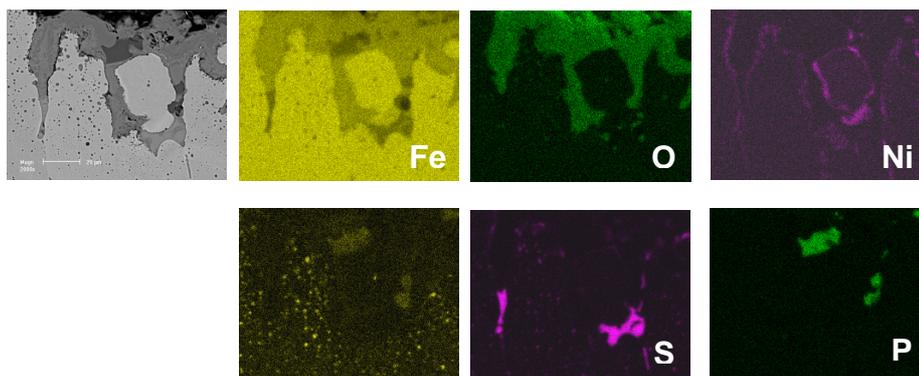


Figura 4 - 49 . Mapa de composición para el acero CSM9 de la superficie as-cast después del tratamiento térmico en atmósfera húmeda (1100°C 4h 30min)

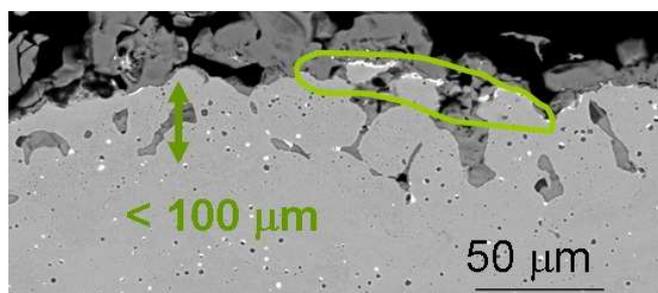


Figura 4 - 50. Detalle de Pb segregado en la superficie as-cast del acero SPb-1 tras en tratamiento en atmósfera húmeda (1100°C, 4h 30min)

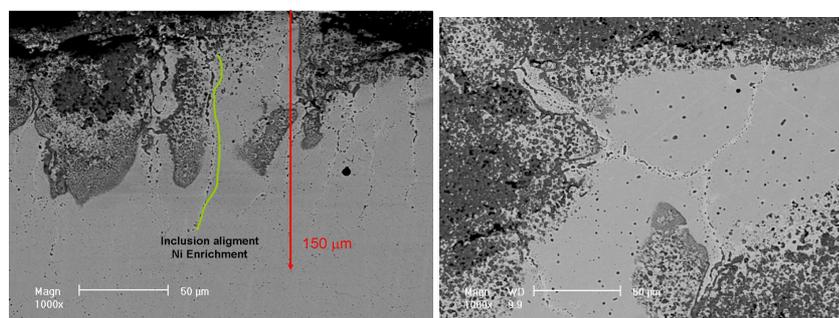


Figura 4 - 51 .Alineaciones de óxidos y MnS en la superficie as-cast con zonas de enriquecimiento en Ni para el acero AISI 303 en atmósfera húmeda (1100°C 4h 30min)

Además en el caso del material SPb-2 Z, la Figura 4 - 52 y la Figura 4 - 53 muestran las micrografías correspondientes a la oxidación y como se puede observar únicamente en el caso del material que ha seguido la ruta EAF (SPb-2 Z9), hay presencia de difusión de elementos residuales como pueden ser el Cu y el Ni. Todo ello evidencia una vez más la importancia de la ruta y proceso empleado en la producción del acero indicando como la ruta EAF con chatarra tiene una mayor presencia de elementos residuales no deseables frente a la ruta BOS.

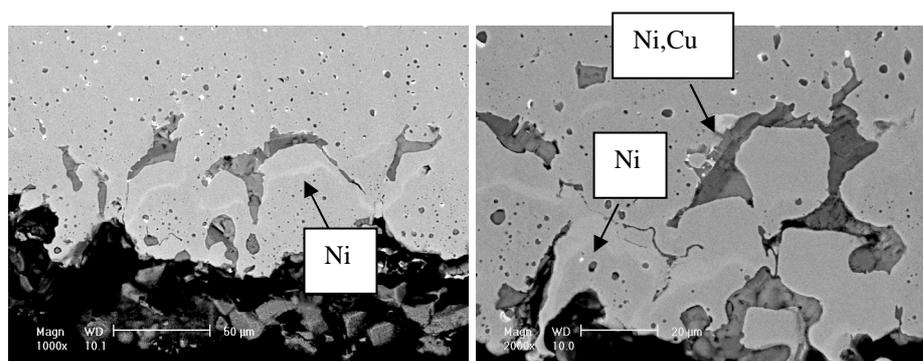


Figura 4 - 52. Presencia de elementos residuales para el acero SPb-2 Z9 ruta EAF tras el tratamiento térmico

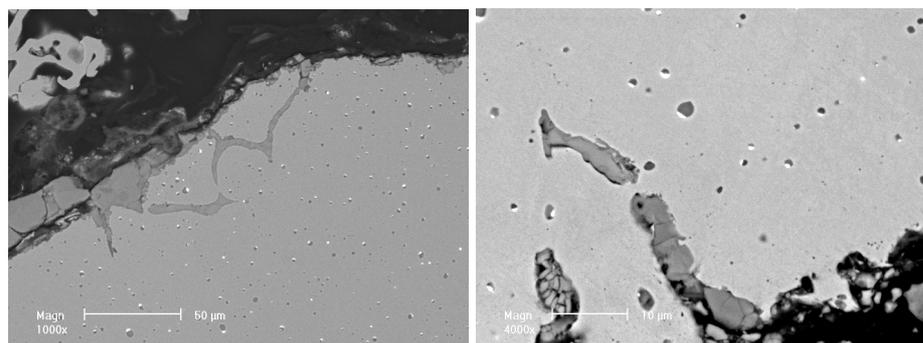


Figura 4 - 53. Ausencia de elementos residuales para el acero SPb-2 Z7 ruta BOS tras tratamiento térmico

4.4.2.2. Influencia del tratamiento térmico en las grietas previas de la colada continua

En lo que se refiere a la influencia de los procesos térmicos en defectos anteriores, así como en los artificialmente generados en relación a las grietas más pequeñas, aquellas de 200 μm o menos, no se han observado después de los tratamientos, lo que significa que la capa de óxido formada durante los tratamientos térmicos elimina todos estos pequeños defectos que se encontraban de partida en las zonas cercanas a la superficie as-cast del material. Un ejemplo de ello se muestra en la Figura 4 - 55 para el acero CSM9.

Sin embargo, en cuanto a la longitud de las grietas más largas, no se observan diferencias muy significativas es decir, la longitud de las grietas largas antes y después de los tratamientos es similar. Ejemplos de ello se observan en la Figura 4 - 54, Figura 4 - 56, Figura 4 - 57 y Figura 4 - 58 para los aceros CSM38 y AISI 303. El mayor cambio es que en todos los aceros las grietas aparecen con óxidos en su interior, produciendo en general un ensanchamiento de la grieta, pero sin embargo como se ha comentado no hay cambios demasiado significativos en cuanto a la longitud de la grieta. Más ejemplos de las grietas antes y después del proceso de oxidación, se pueden ver en el apartado 4.5.2 del Anexo de este capítulo 4.

Por otro lado, como se observa en los mapas de composición de la Figura 4 - 58, Figura 4 - 59, Figura 4 - 60, Figura 4 - 61, Figura 4 - 62 y Figura 4 - 63 los tratamientos de recalentamiento en las grietas más largas que no han sido eliminadas, promueven la existencia de óxidos y FeS en el interior de las grietas. En la Figura 4 - 62 se observa la existencia de FeS con óxidos en la punta de la grieta creada artificialmente, lo que puede ser muy dañino en los procesos posteriores de laminación. Más ejemplos de los mapas de composición de las grietas después de los tratamientos térmicos se pueden ver en el apartado 4.5.3 del Anexo de este capítulo 4.

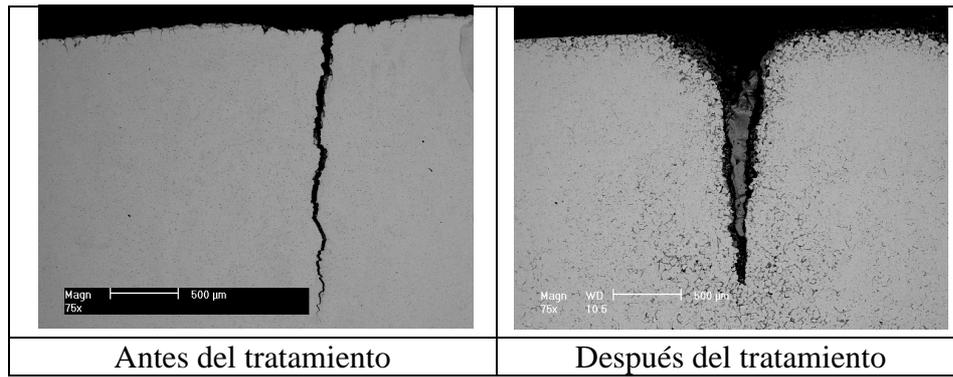


Figura 4 - 54. Influencia de los tratamientos térmicos (atmósfera seca) en la superficie as-cast y en la generación de grietas del acero CSM9. En este caso la grieta no es la misma pero en general se ha detectado un ensanchamiento de grieta tras el tratamiento.

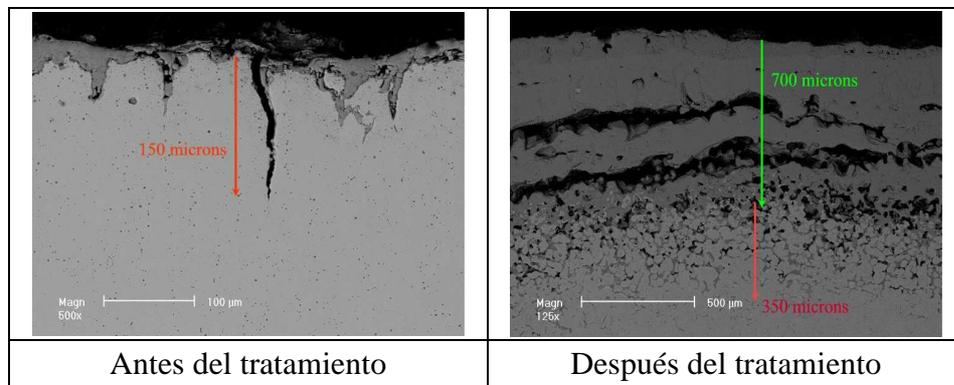


Figura 4 - 55. Influencia de los tratamientos térmicos (atmósfera húmeda) en la superficie as-cast y en la generación de grietas del acero CSM9. No hay indicios de grieta tras los tratamientos

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

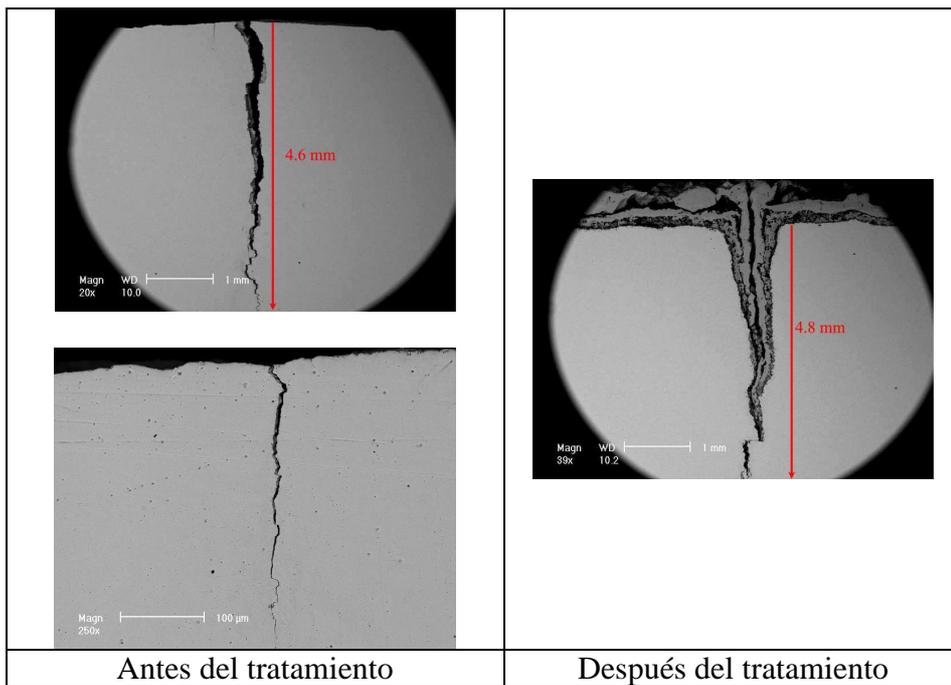


Figura 4 - 56. Influencia de los tratamientos térmicos (atmósfera seca) en la superficie as-cast y en la generación de grietas del acero CSM38

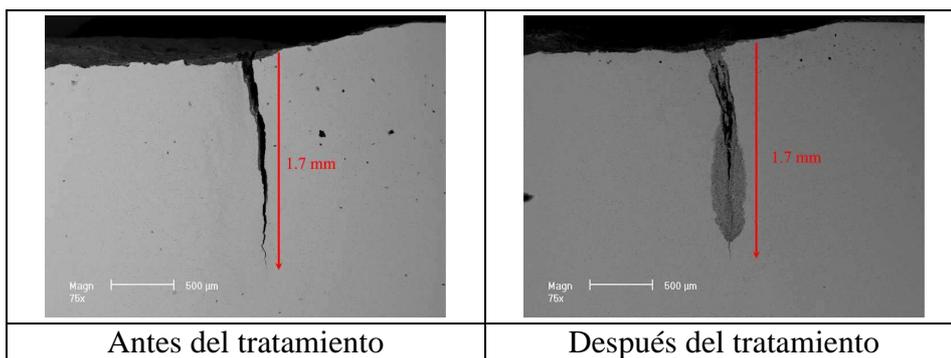


Figura 4 - 57. Influencia de los tratamientos térmicos (atmósfera seca) en la superficie as-cast y en la generación de grietas del acero AISI 303

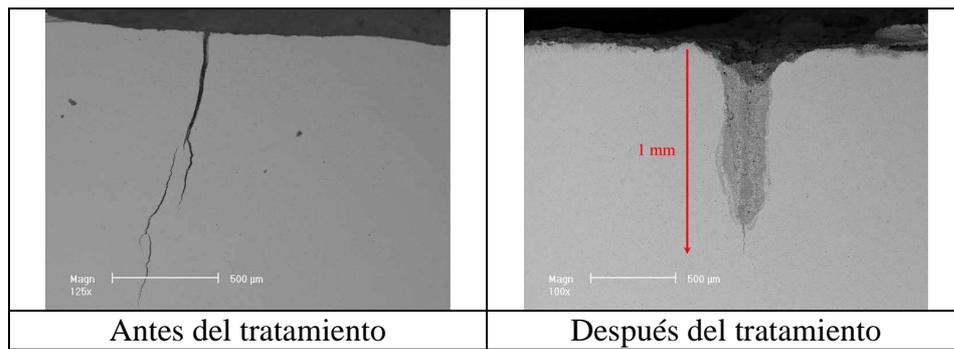


Figura 4 - 58. Influencia de los tratamientos térmicos (atmósfera húmeda) en la superficie as-cast y en la generación de grietas del acero AISI 303

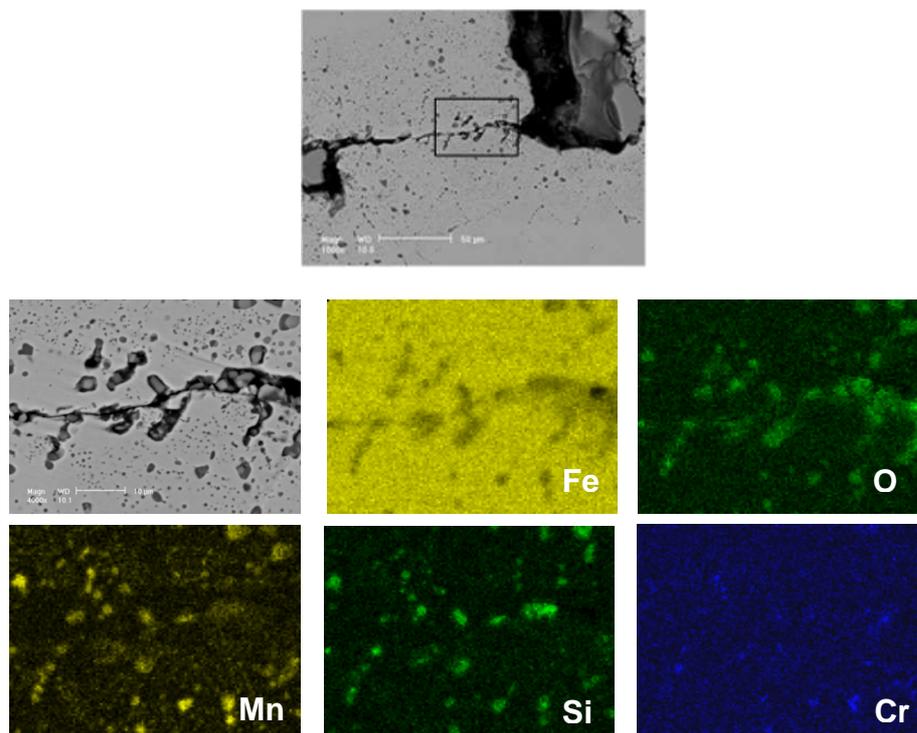


Figura 4 - 59 . Mapa de composición después de tratamiento de la zona cercana a la grieta del acero CSM38 (atmósfera seca). Ejemplo de oxidación interna en las proximidades de la grieta. Presencia de óxidos de Fe y Si. Parte del Mn aparece también en forma de óxido.

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

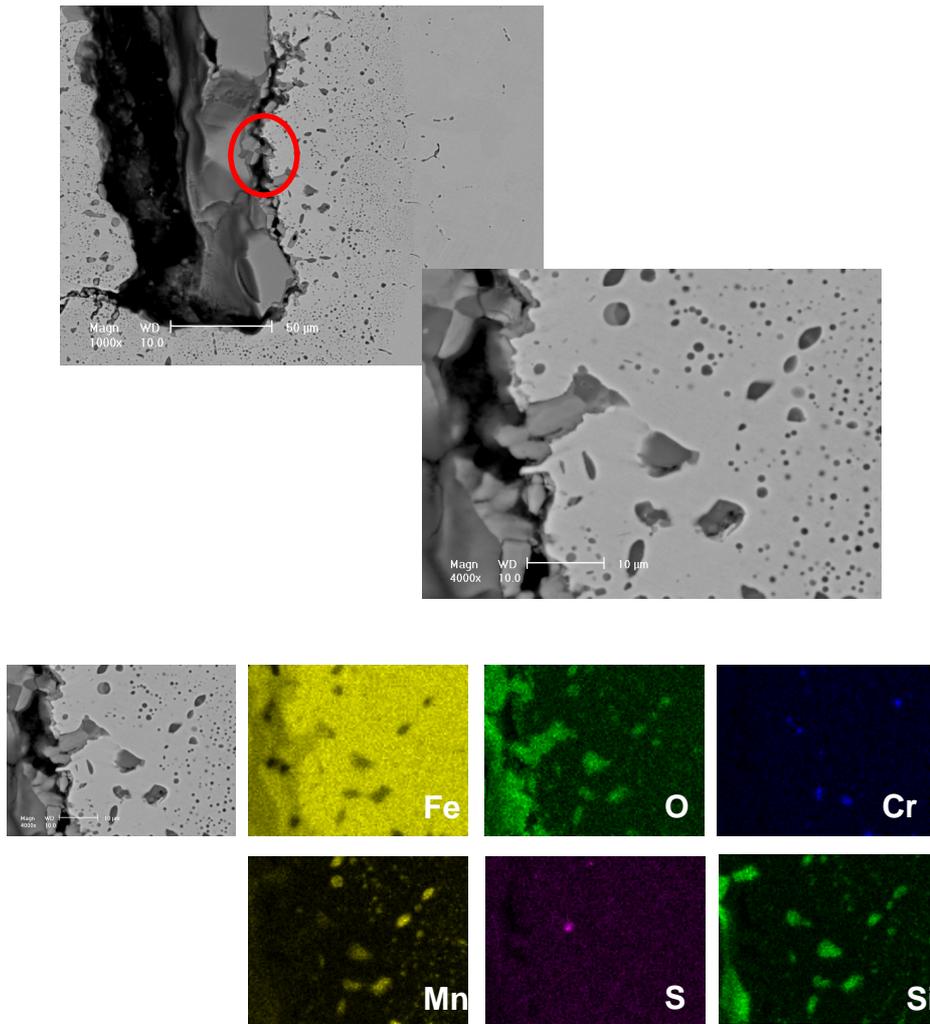


Figura 4 - 60. Mapa composicional de zona de grieta del acero CSM38 (Condiciones seco 1200°C). En la oxidación interna se aprecia de nuevo perdida de Mn (combinado con Si) en forma de óxido

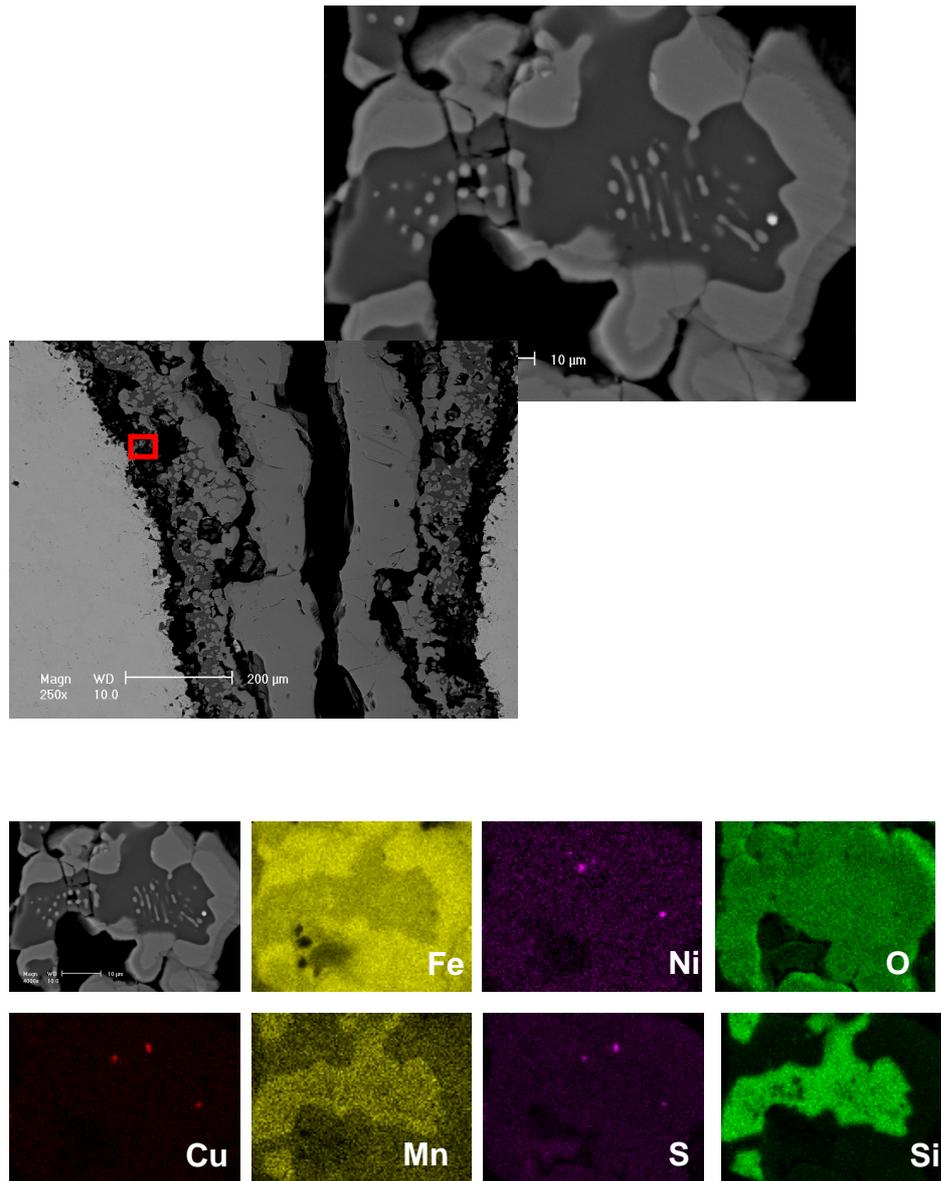


Figura 4 - 61. Mapa composicional en el interior de grieta del acero CSM38 (Condiciones seco 1200°C)

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

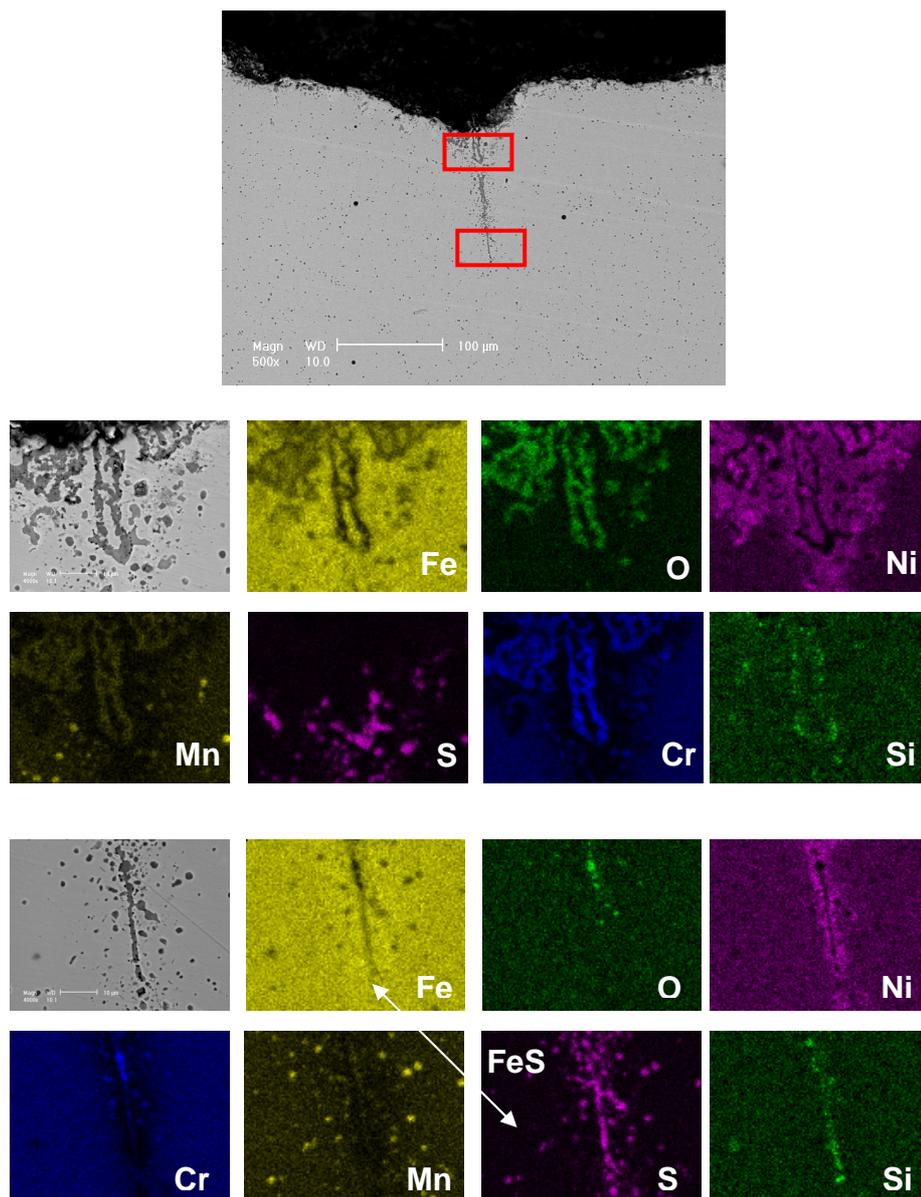


Figura 4 - 62. Mapa de composición en punta de grieta en el acero AISI 303 (Atmósfera húmeda). Presencia de FeS. Se observa claramente una depleción de Mn en la región circundante a la grieta con posible presencia de FeS

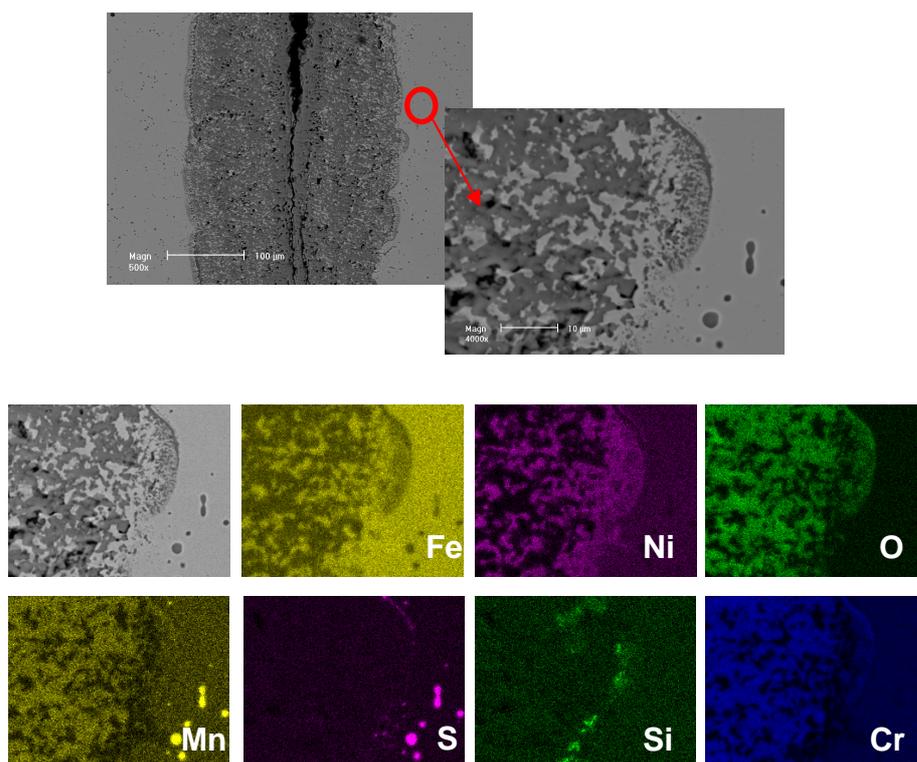


Figura 4 - 63. Mapa composicional de zona de grieta del acero AISI 303 (Condiciones seco 1200°C). Si bien ha habido oxidación interna, las inclusiones próximas a dicha zona mantienen su naturaleza como MnS

En todo este contexto se tienen que tener en cuenta por tanto dos aspectos. Por un lado, las grietas pequeñas son eliminadas durante el tratamiento de recalentamiento lo que lleva a un saneado de las superficie, pero sin embargo, en las grietas más largas la oxidación promueve la existencia de segregaciones de elementos residuales y compuestos de bajo punto de fusión, como es el FeS, en zonas que inicialmente, antes de la oxidación, estaban limpias de estos componentes. Hay que tener en cuenta que las redes de óxidos son diferentes tras los tratamientos térmicos y que los óxidos y los FeS no están distribuidos de la misma forma.

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

Finalmente y a modo de resumen las Tabla 4 - 9 y Tabla 4 - 10 se muestran una recopilación de los resultados obtenidos para los tratamientos de recalentamiento en horno a las temperaturas de 1100 °C y 1200 °C. Se muestra una información detallada en lo que concierne a la oxidación de la superficie as-cast, así como la influencia de los tratamientos en las grietas generadas artificialmente. También aparecen algunas secciones correspondientes a la segregación de elementos, concretamente Ni y Cu, así como la presencia de FeS en las grietas más largas, que pueden provocar un efecto totalmente perjudicial en los consiguientes procesos de laminación. Se ha observado que las diferencias de temperatura y tipo de atmósfera no influyen de manera significativa en lo que concierne a la composición de los óxidos generados.

Tabla 4 - 9. Resumen de la caracterización microestructural posterior a los tratamientos térmicos para los aceros SPb2 Z7 y CSM9 (1100 y 1200 °C)

		1200°C	Condiciones	CSM38	CSM9
Superficie As-cast	Capa de oxidac.externa		Seco	FeO—Franjas cercanas a superficie ricas en Si,Mn,O	Fe,Mn,O
			Húmedo		Fe,Mn,O
	Oxidación Interna		Seco	Fe,Mn,Si,O	O,Mn,Si,Fe,P
			Húmedo	Fe,Mn,Si,O,V,Cr	O,Mn,Si,Fe,P
	FeS		Seco	No	Si
			Húmedo	No	Si
	Segregación de Ni,Cu		Seco	Si, Ni y Cu alrededor de la capa de óxido externa y alrededor de los óxidos	Si, Ni alrededor de las red de óxidos
			Húmedo		Si, Ni alrededor de las red de óxidos

Grietas artificialmente creadas	Capa de oxidac.externa	Seco	0.7mm	Grietas pequeñas no detectadas tras la oxidación
		Húmedo	Grietas finas	
	Oxidación Interna	Seco	Fe,Mn,Si,O	---
		Húmedo	---	---
	FeS	Seco	No	---
		Húmedo	No	---
	Segregación de Ni,Cu	Seco	Si	---
		Húmedo	Si	---

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

	1100°C	Condiciones	CSM38	CSM9
Superficie As-cast	Capa de oxidac. externa	Seco	FeOMn & Franja cercana a la superficie rica en Si, Mn, O	Eliminada
		Húmedo		Fe, Mn, O
	Oxidación Interna	Seco	FeO + (Mn, Si, Fe)O	O, Mn, Si, Fe, P
		Húmedo		O, Mn, Si, Fe, P
	FeS	Seco	No	Si
		Húmedo	No	Si
	Segregación de Ni, Cu	Seco	Ni y partículas de Cu en la capa de óxido externa	Si, Ni
		Húmedo		Si, alrededor de la red de óxidos

Grietas artificialmente creadas	Capa de oxidac. externa	Seco	Superficie: 250µm. Punta de grieta: red fina de óxidos	Redes
		Húmedo	Red de óxidos: 50 µm	En el interior de grieta y formando red de óxido
	Oxidación Interna composición	Seco	FeOMn + (Mn, Si, Fe)O	O, Mn, Si, Fe, P
		Húmedo	FeOMn + (Mn, Si, Fe)O	O, Mn, Si, Fe, P
	FeS	Seco	No	Si
		Húmedo	No	Si
	Segregación de Ni, Cu	Seco		Si
		Húmedo	No	Si, Ni rodeando grieta; Cu si

Se puede comprobar que la ausencia más clara de FeS en el material se da en el acero CSM38 ya que éste es el acero cuya relación Mn/S es mayor. Ello hace que las inclusiones que existan en este acero estén preferentemente en forma de MnS y no en forma de compuestos de bajo punto de fusión como lo es el FeS. El acero CSM9 es el más propenso en principio a la formación de FeS, puesto que presenta en su composición química la relación Mn/S más baja (ver Tabla 3 - 1), incluso menor a la $(Mn/S)_c$ crítica. En los aceros AISI 303 y SPb2, a pesar de tener relaciones Mn/S mayores, también se han detectado algunos FeS. En cualquier caso no se han observado diferencias con los cambios de condiciones de temperatura y de atmósfera en cuanto a la presencia de FeS. Sin embargo si se ha detectado con el aumento de temperatura que la penetración de los óxidos en el interior del material es mayor (Tabla 4 - 6).

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

En cuanto a la presencia de grietas y tal y como se ha comentado, el proceso de oxidación que tiene lugar durante la etapa de recalentamiento permite una eliminación de las grietas más pequeñas (<200µm). La utilización de temperaturas mayores en el horno supone una mayor capa de oxidación (ver Tabla 4 - 6), lo que puede conllevar a un saneamiento de grietas de mayor longitud, lo cual estaría de acuerdo con la práctica industrial. Sin embargo, una mayor oxidación promueve la aparición de más oxidación interna, que puede resultar perjudicial, por lo que sería necesario llegar a un equilibrio en este sentido.

Tabla 4 - 10. Resumen de la caracterización microestructural posterior a los tratamientos térmicos para los aceros CSM38 y AISI 303 (1100 y 1200 °C)

		1200°C	Condiciones	SPb2 Z7- 202/211	AISI 303
Superficie As-cast	Capa de oxidac.externa	Seco		Fe,Mn,O	---
		Húmedo		Fe,Mn,O	Cr,Mn,O,Fe
	Oxidación Interna	Seco		FeO + (Fe,Mn,P)O	Cr,O,Mn,Fe
		Húmedo		FeO + (Fe,Mn,P)O	
	FeS	Seco		Si	Si
		Húmedo		Si	Si
	Segregación de Ni,Cu	Seco		No	Áreas ricas en Ni y Si alrededor de óxidos— Cr, depleción de Mn.
		Húmedo		No	Si, alrededor de óxidos

Grietas artificialmente creadas	Capa de oxidac.externa	Seco	Sin ensayar	125µm
		Húmedo		Cerca de superf:50 µm. En punta grieta: 25 µm
	Oxidación Interna composición	Seco	---	(Mn,Fe,Cr)O, (Cr,Mn)S Enriquec. de Si alrededor de óxidos
		Húmedo	---	
	FeS	Seco	---	Si
		Húmedo	---	Si
	Segregación de Ni,Cu	Seco	---	Áreas ricas en Ni alrededor de óxidos—Cr, depleción de Mn.
		Húmedo	---	

	1100°C	Condiciones	SPb2 Z7- 202/211	AISI 303
Superficie As-cast	Capa de oxidac.externa	Seco	Fe,Mn,O	- - -
		Húmedo	Fe,Mn,O	Cr,O,Fe
	Oxidación Interna	Seco	FeO + (Fe,Mn,P)O	Cr,Fe,Mn,O
		Húmedo		Cr,Fe,Mn,O
	FeS	Seco	Si	Si
		Húmedo		Si
	Segregación de Ni,Cu	Seco	No	Si,Ni
		Húmedo	Pb en la superf.as-cast	Si,Ni

Grietas artificialmente creadas	Capa de oxidac.externa	Seco	Sin ensayar	~20µm
		Húmedo		~70µm
	Oxidación Interna composición	Seco	- - -	Cr,Fe,Mn,O
		Húmedo	- - -	Cr,Fe,Mn,O
	FeS	Seco	- - -	
		Húmedo	- - -	Si
	Segregación de Ni,Cu	Seco	- - -	Si, enriquecimiento de Ni alrededor de grieta (Cr y depleción de Mn)
		Húmedo	- - -	

4.5. CONCLUSIONES

- El proceso de oxidación que tiene lugar en los tratamientos de recalentamiento en horno industrial implica una mejora de la calidad superficial del acero ya que muchos de los defectos pre-existentes en la superficie son eliminados. El aspecto más relevante ha sido la eliminación de grietas pequeñas ($<200\mu\text{m}$), aunque no es así para longitudes grandes.
- La utilización de temperaturas mayores en el horno de recalentamiento puede conllevar a un saneamiento de grietas de mayor longitud, debido a capas de oxidación mayores. Sin embargo, promueve la aparición de más oxidación interna.
- El tratamiento de recalentamiento promueve la existencia de segregaciones de elementos residuales (Ni,Cu) y compuestos de bajo punto de fusión (FeS), en zonas que anteriormente estaban limpias de estos elementos.
- Relaciones Mn/S bajas en el acero promueven la formación de compuestos de bajo punto de fusión, tales como el FeS. En función de las condiciones de oxidación del horno (y del riesgo de pérdida de Mn en forma de óxido) pueden variar los requerimientos mínimos necesarios de Mn.
- La ruta EAF, frente a la ruta BOS, es la que tiene mayor presencia de oxidación interna adentrándose desde la superficie.
- Las inclusiones de MnS inhiben el crecimiento de grano de austenita durante un recalentamiento, tanto en los aceros resulfurados de bajo como de medio contenido en C.

- Se han identificado diferentes defectos y heterogeneidades en las estructuras as-cast que posteriormente pueden intervenir en la formación de daño durante las primeras etapas de la laminación. Entre ellos hay que destacar la posible presencia de aglomeraciones de inclusiones de MnS, a veces siguiendo los espaciados interdendríticos, en zonas corticales de las estructuras as-cast

4.6. ANEXO

4.6.1. Mapas de composición de la superficie as-cast tras los tratamientos térmicos

A continuación (Figura 4 - 64, Figura 4 - 65, Figura 4 - 66, Figura 4 - 67, Figura 4 - 68, Figura 4 - 69, Figura 4 - 70, Figura 4 - 71, Figura 4 - 72, Figura 4 - 73, Figura 4 - 74, Figura 4 - 75, Figura 4 - 76, Figura 4 - 77, Figura 4 - 78, Figura 4 - 79, Figura 4 - 80, Figura 4 - 81, Figura 4 - 82, Figura 4 - 83, Figura 4 - 84, Figura 4 - 85, Figura 4 - 86 y Figura 4 - 87) se mostrarán los mapas de composición de las zonas cercanas a la superficie as-cast correspondientes a los aceros CSM9, CSM38, AISI 303 y SPb-2 Z7 para las distintas condiciones de los tratamientos térmicos efectuados en laboratorio.

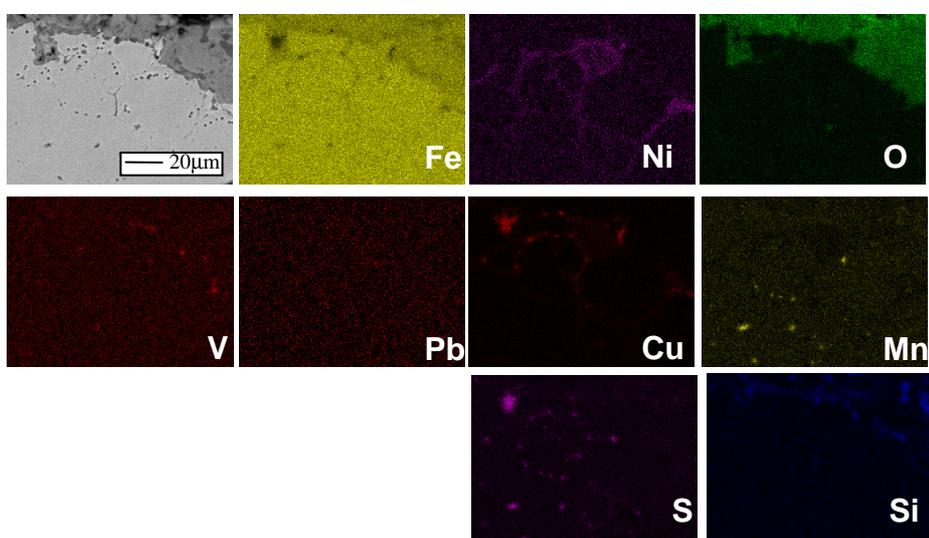


Figura 4 - 64. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM38 (Condiciones Húmedo 1200°C)

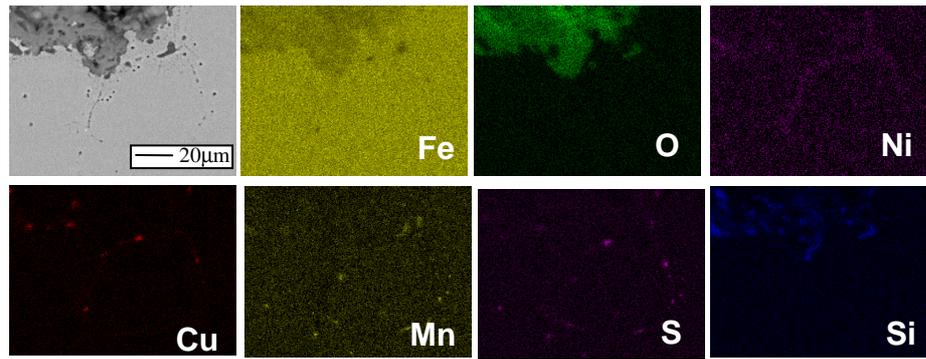


Figura 4 - 65. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie ascast del acero CSM38 (Condiciones Húmedo 1200°C)

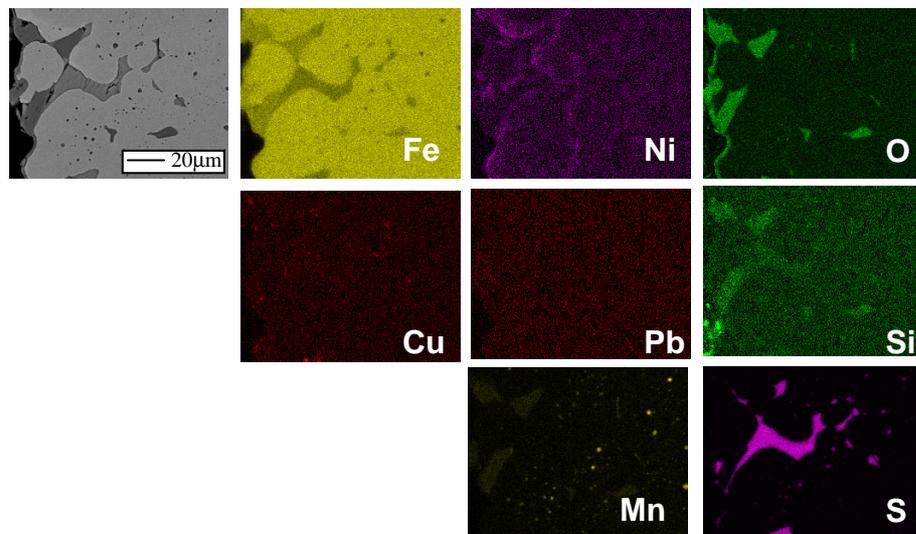


Figura 4 - 66. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie ascast del acero CSM9 (Condiciones Seco 1200°C). Presencia de FeS

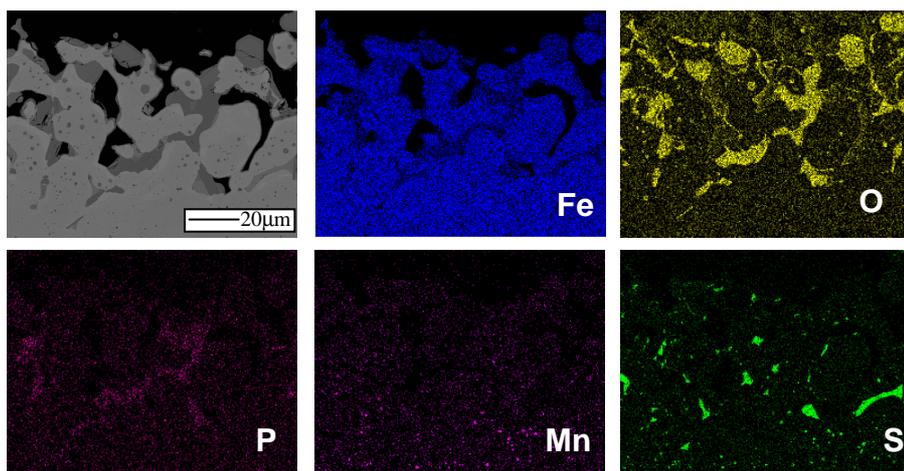


Figura 4 - 67. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie ascast del acero CSM9 (Condiciones Seco 1200°C). Presencia de FeS

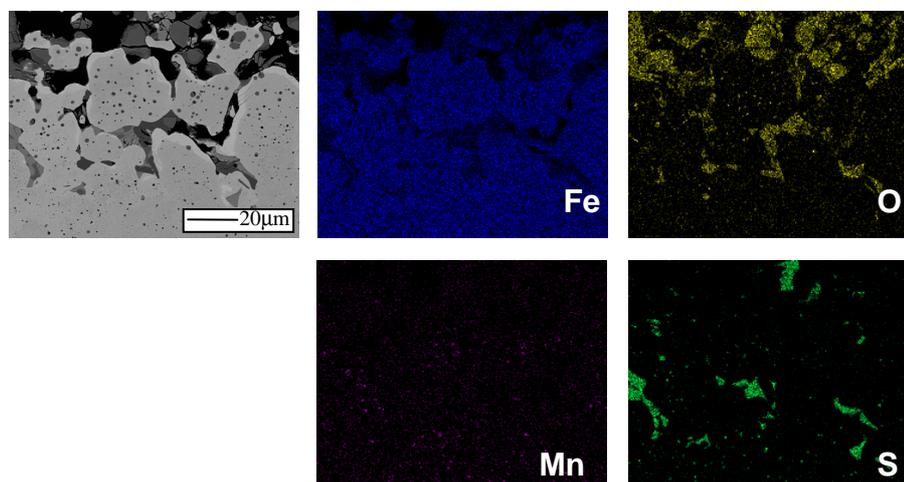


Figura 4 - 68. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie ascast del acero CSM9 (Condiciones Seco 1200°C). Presencia de FeS en zonas adyacentes a óxidos de Fe.

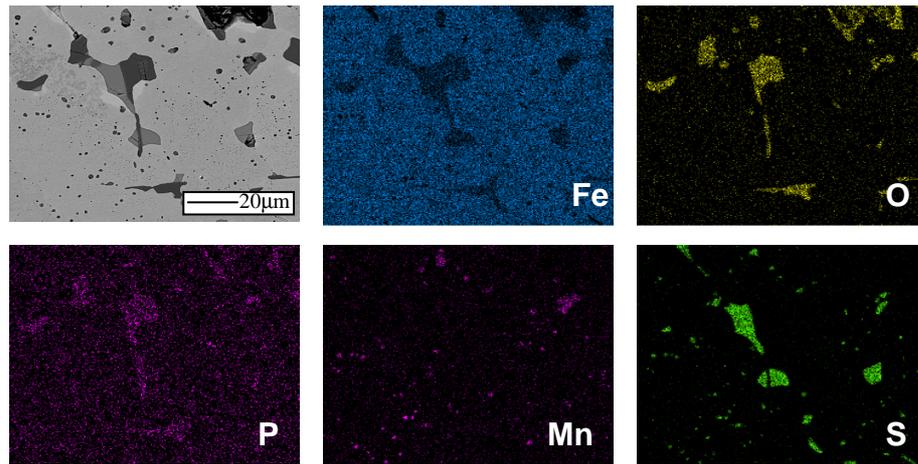


Figura 4 - 69. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM9 (Condiciones Seco 1200°C)

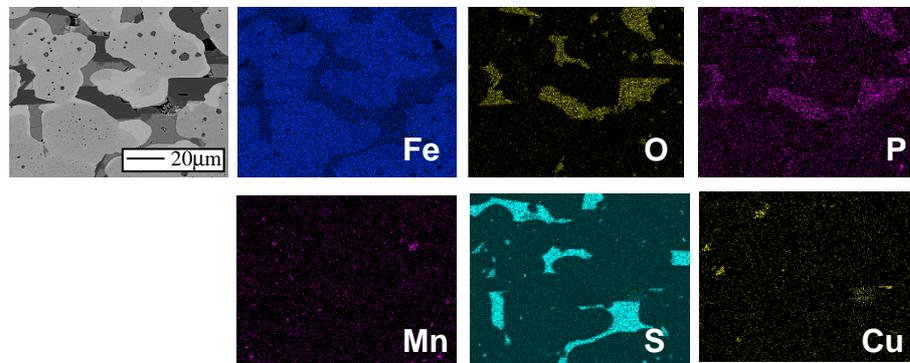


Figura 4 - 70. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM9 (Condiciones Seco 1200°C)

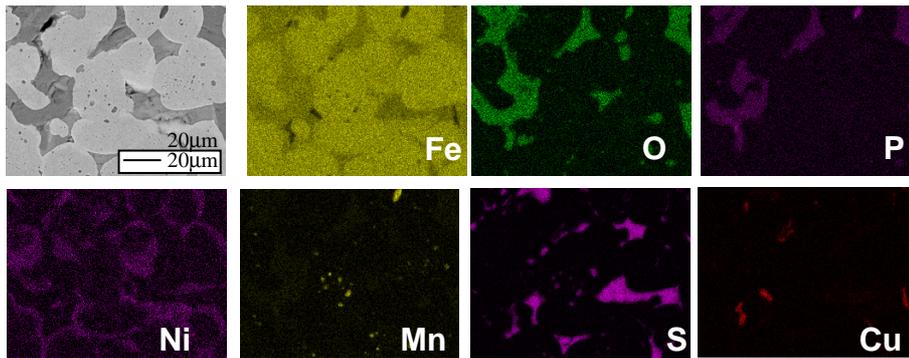


Figura 4 - 71. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM9 (Condiciones Húmedo 1200°C)

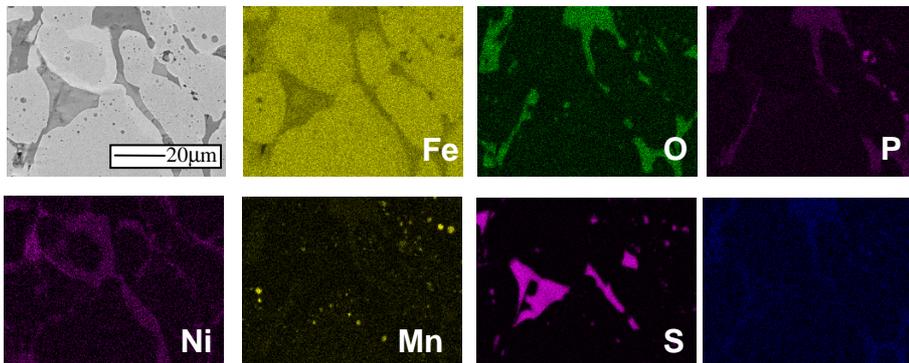


Figura 4 - 72. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM9 (Condiciones Húmedo 1200°C)

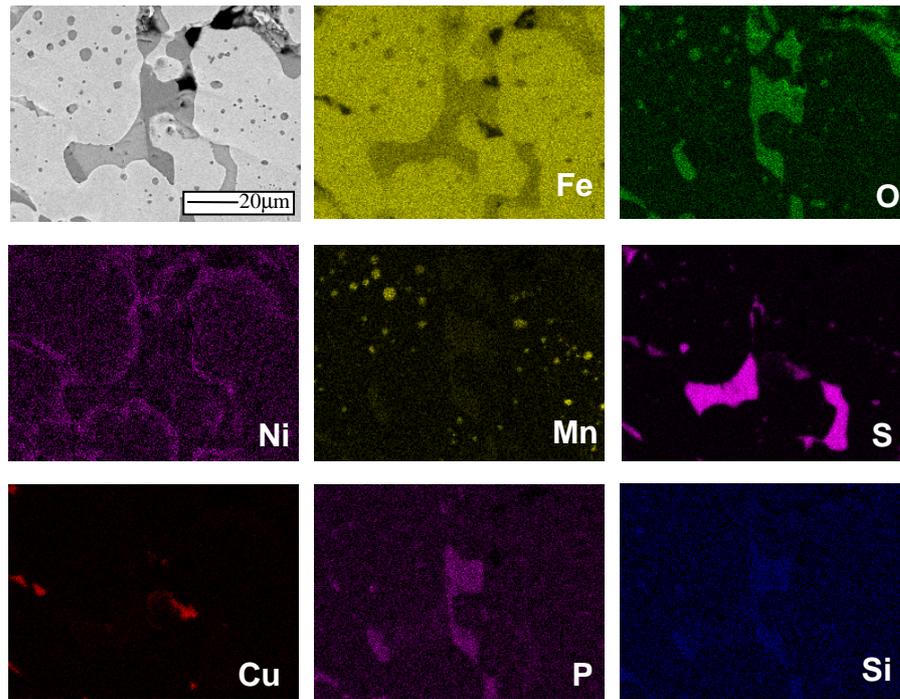


Figura 4 - 73. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie ascast del acero CSM9 (Condiciones Húmedo 1200°C)

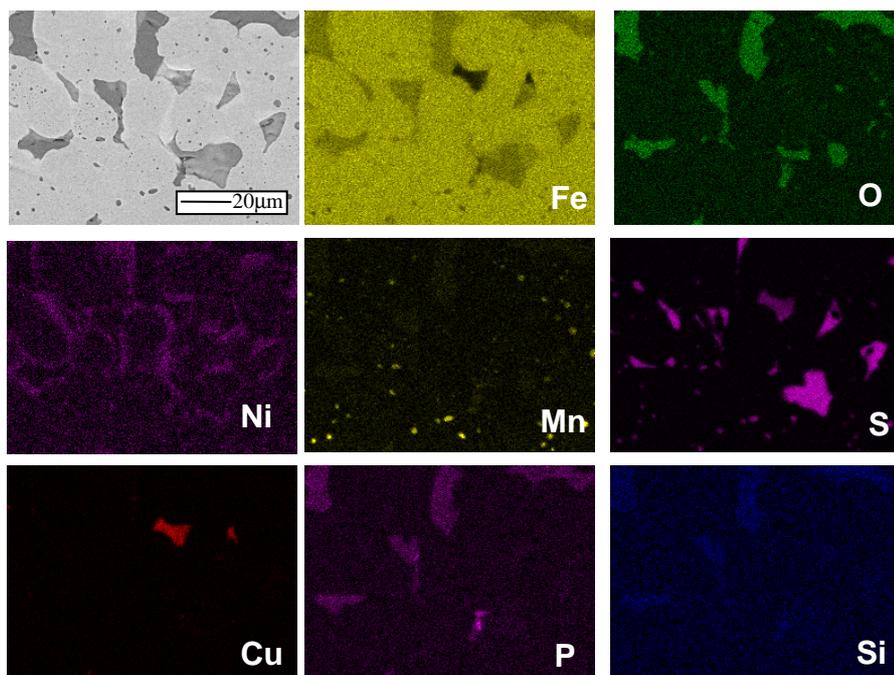


Figura 4 - 74. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM9 (Condiciones Húmedo 1200°C)

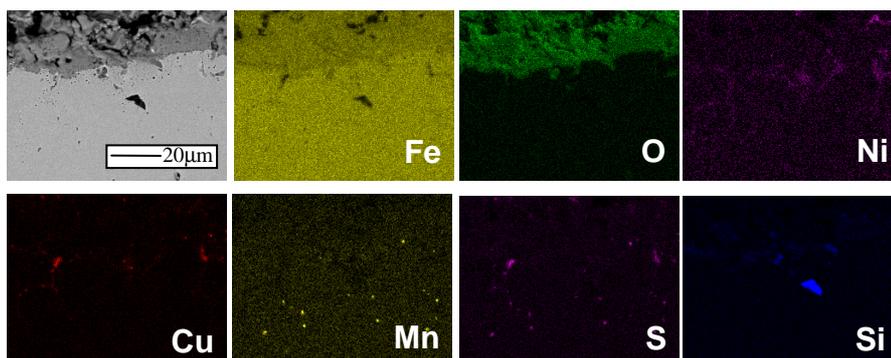


Figura 4 - 75. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero CSM9 (Condiciones Húmedo 1200°C)

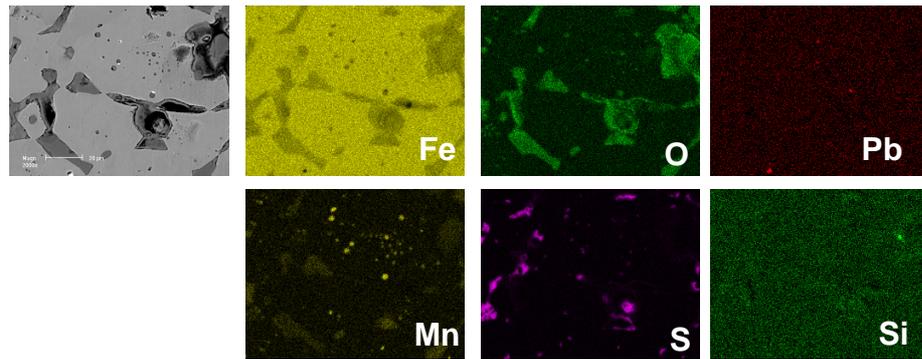


Figura 4 - 76. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 202 (Condiciones Seco 1200°C). Hay partículas de tipo Fe(Mn,S)

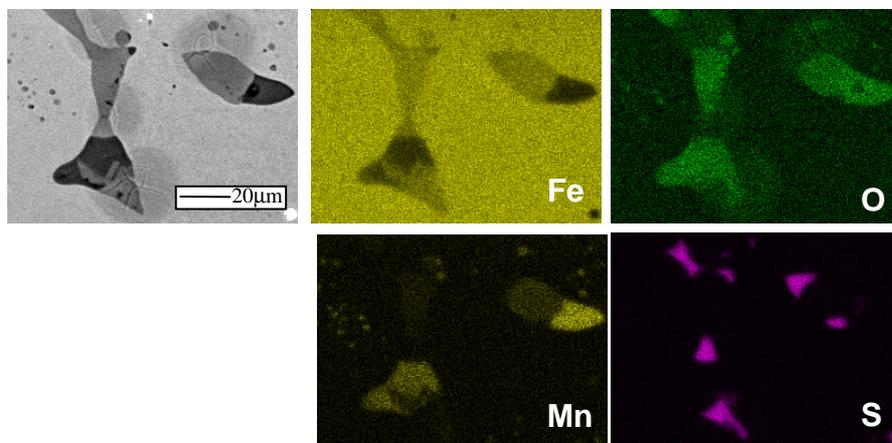


Figura 4 - 77. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 202 (Condiciones Seco 1200°C). No todo el S está combinado con el Mn.

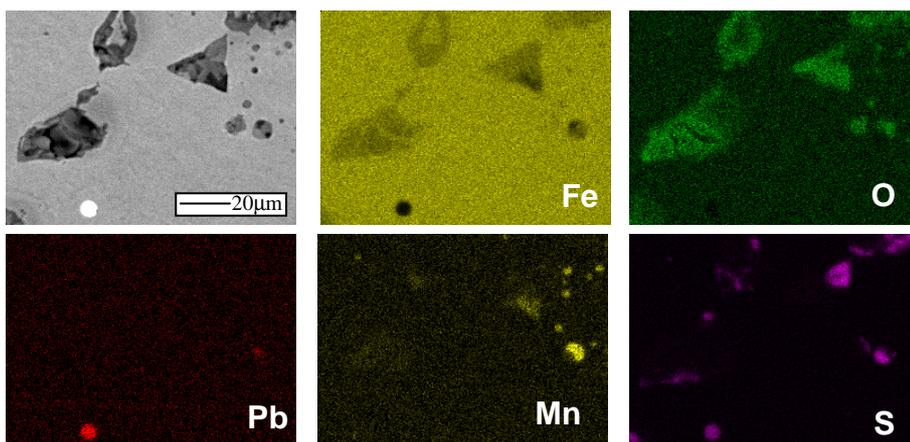


Figura 4 - 78. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 202 (Condiciones Seco 1200°C)

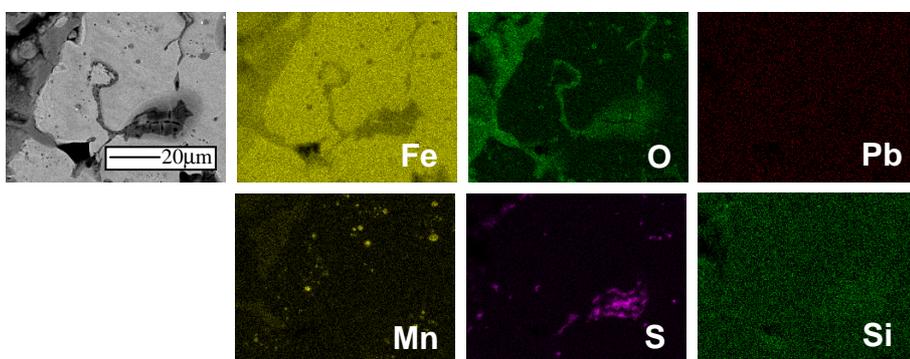


Figura 4 - 79. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 202 (Condiciones Seco 1200°C)

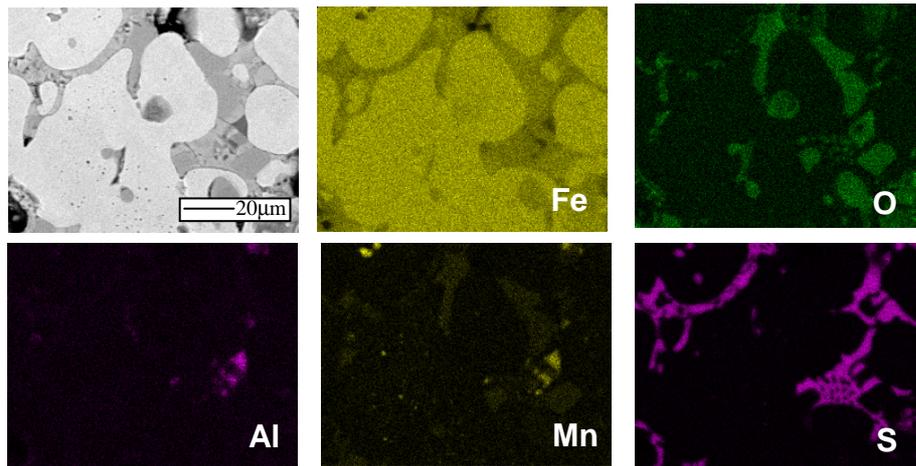


Figura 4 - 80. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Seco 1200°C). Hay zonas con FeS

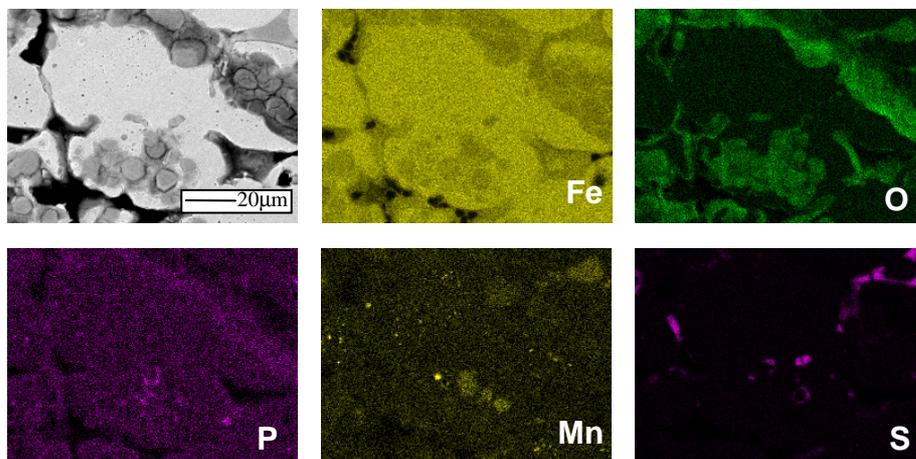


Figura 4 - 81. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Seco 1200°C). Las zonas ricas en S no coinciden siempre con joyas de alta concentración de Mn.

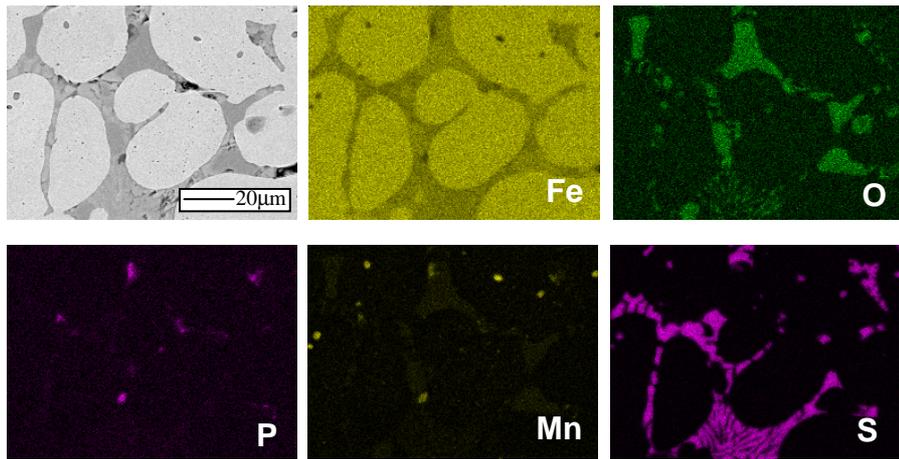


Figura 4 - 82. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Seco 1200°C). Red de FeS

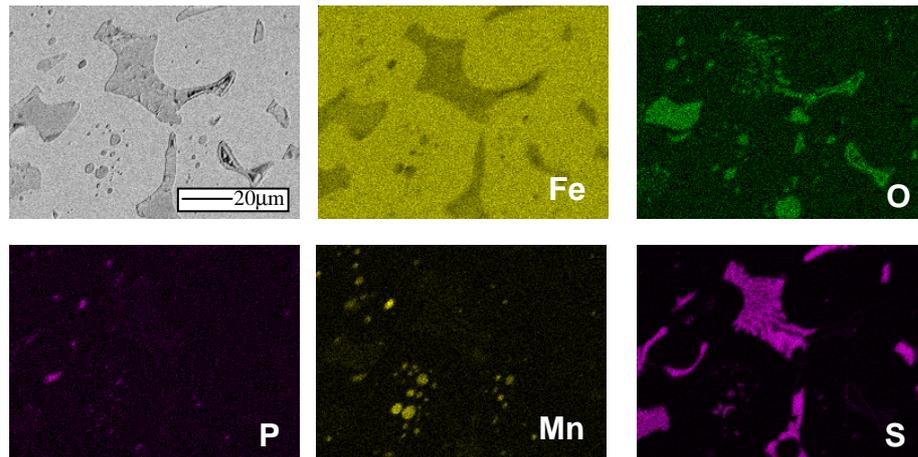


Figura 4 - 83. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Seco 1200°C)

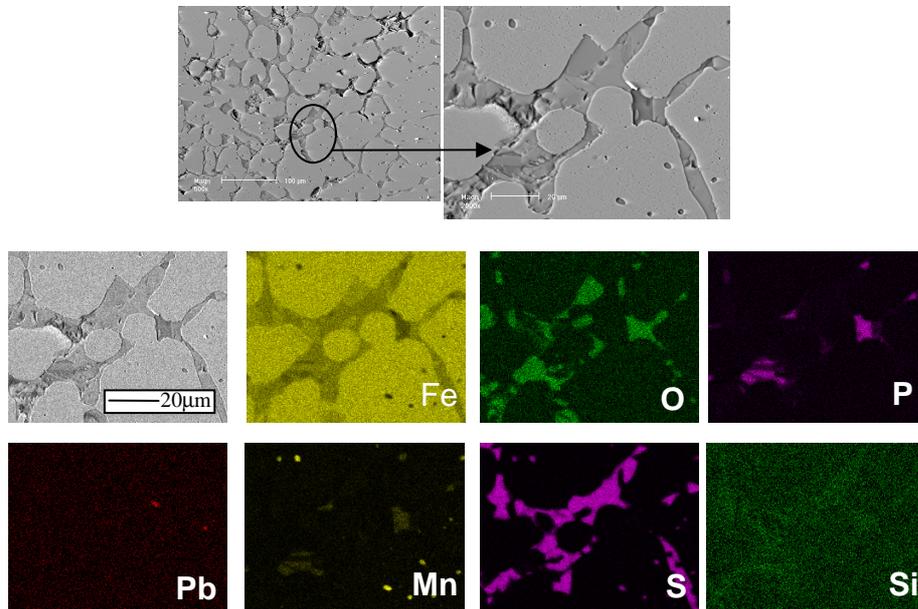


Figura 4 - 84. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Húmedo 1200°C). Alta presencia de FeS

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

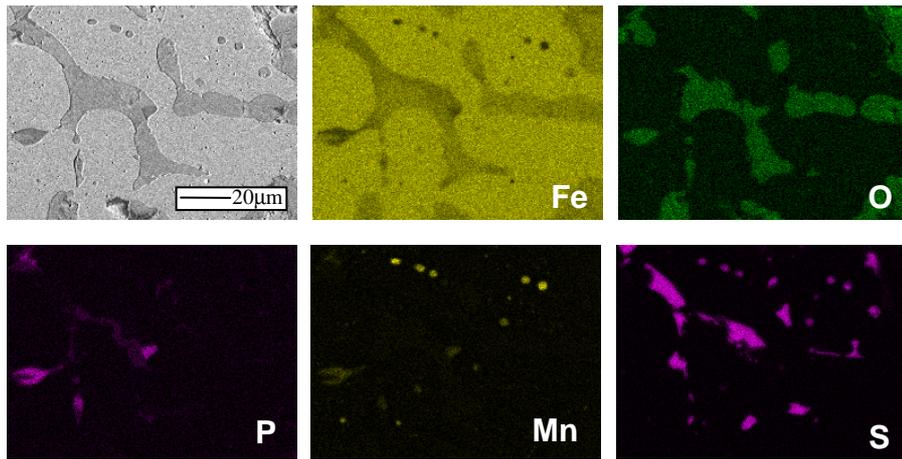


Figura 4 - 85. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Húmedo 1200°C)

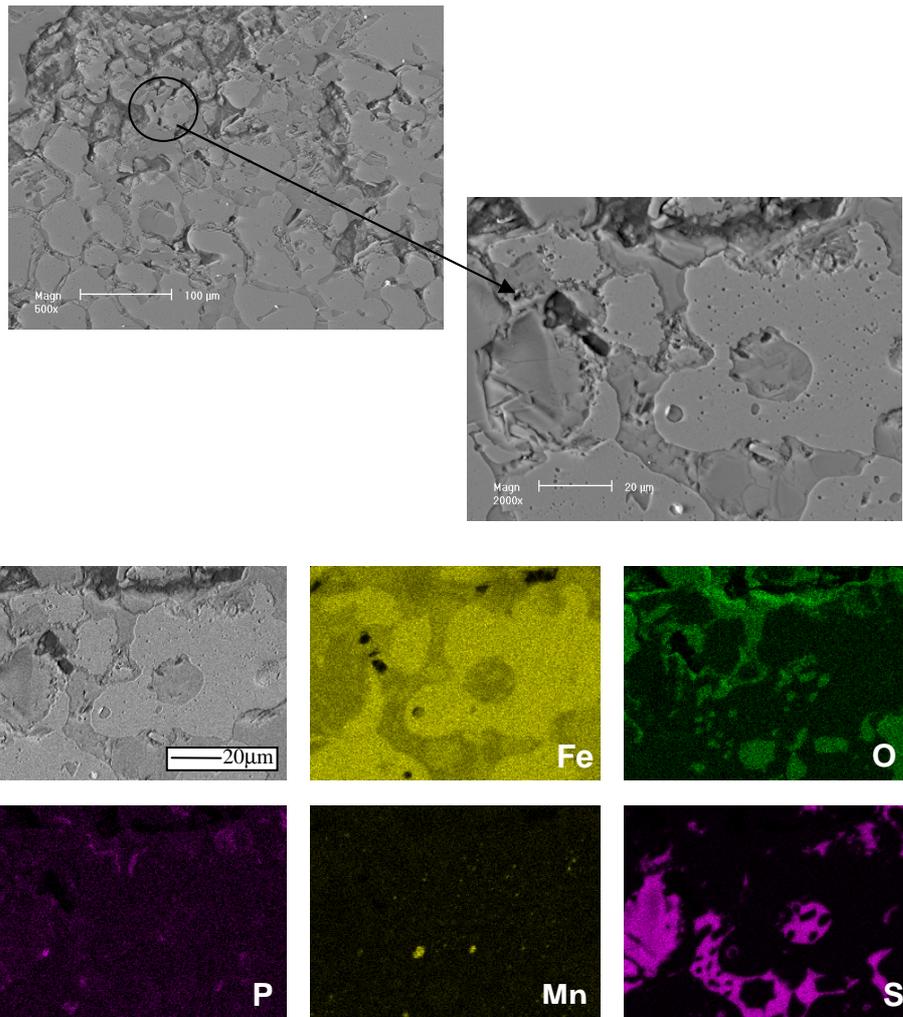


Figura 4 - 86. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Húmedo 1200°C)

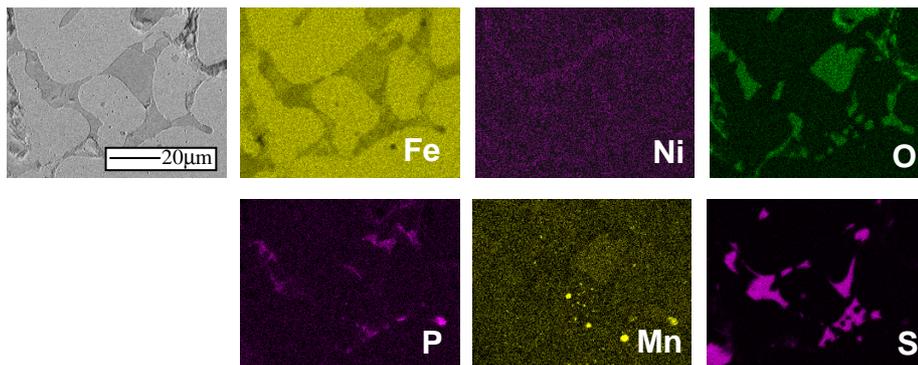


Figura 4 - 87. Mapa de composición de la zona cercana a la superficie as-cast del acero SPb-2 Z7 211 (Condiciones Húmedo 1200°C)

4.6.2. Grietas de superficie antes y después de los tratamientos de recalentamiento

Las siguientes figuras (Figura 4 - 88, Figura 4 - 89 y Figura 4 - 90) muestran las grietas creadas artificialmente tanto antes como después del tratamiento térmico de oxidación. En la mayoría de los casos se observa que no hay cambios relevantes en la longitud de la grieta. En algunos casos se observa además que las grietas están parcialmente rellenadas con óxidos.

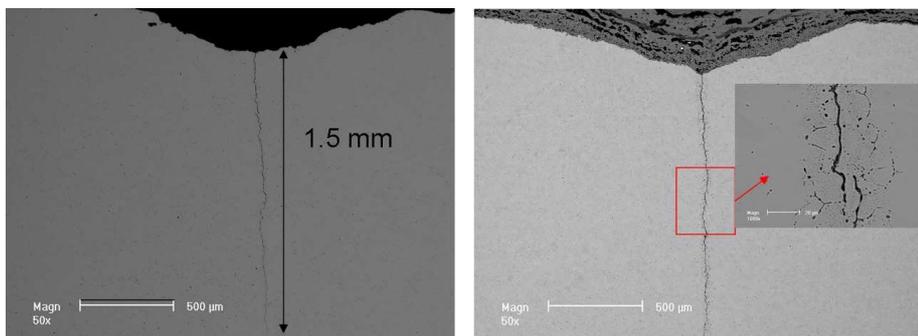


Figura 4 - 88. Grietas de los ensayos 4PB del acero CSM38 antes y después de los tratamientos térmicos a 1100°C en condiciones de atmósfera húmeda

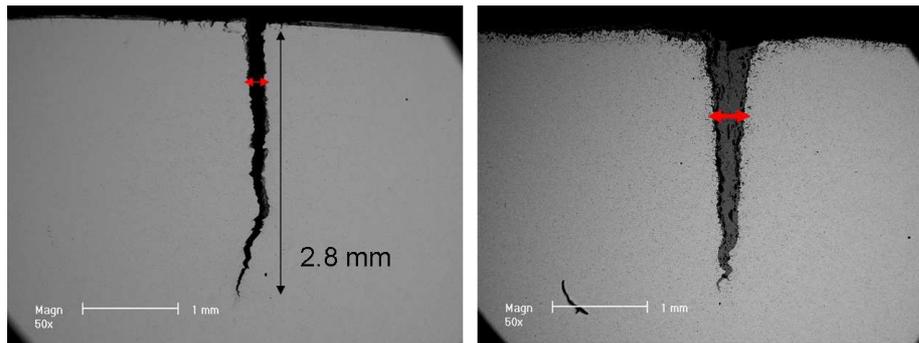


Figura 4 - 89. Grietas de los ensayos 4PB del acero CSM9 antes y después de los tratamientos térmicos a 1100°C en condiciones de atmósfera húmeda

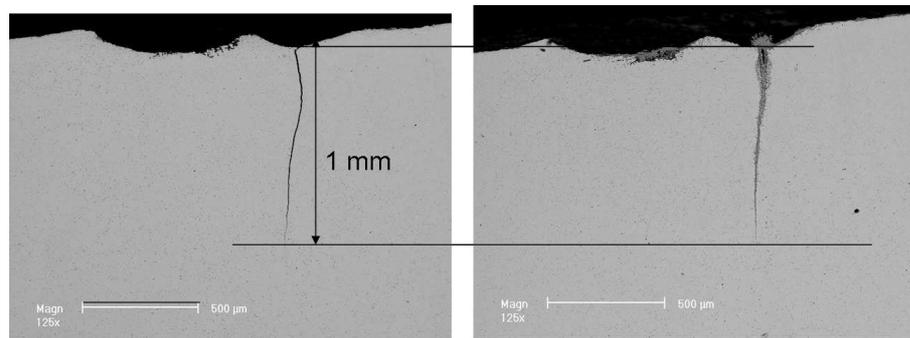


Figura 4 - 90. Grietas de los ensayos 4PB del acero AISI 303 antes y después de los tratamientos térmicos a 1100°C en condiciones de atmósfera seca

4.6.3. Mapas de composición de grietas tras los tratamientos térmicos

Las siguientes Figuras (Figura 4 - 91, Figura 4 - 92, Figura 4 - 93, Figura 4 - 94, Figura 4 - 95) muestran los mapas de composición en las inmediaciones de las grietas una vez efectuados los tratamientos térmicos de oxidación.

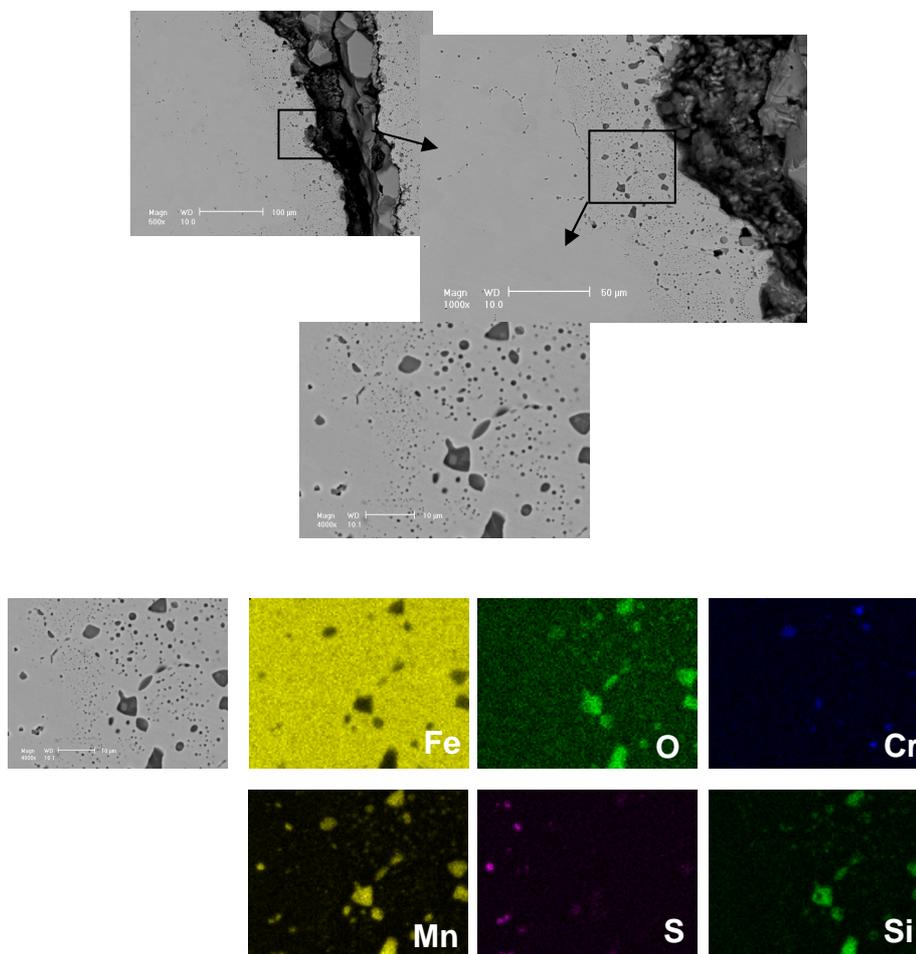


Figura 4 - 91. Mapa composicional de zona de grieta del acero CSM38 (Condiciones de atmósfera seca a 1200°C)

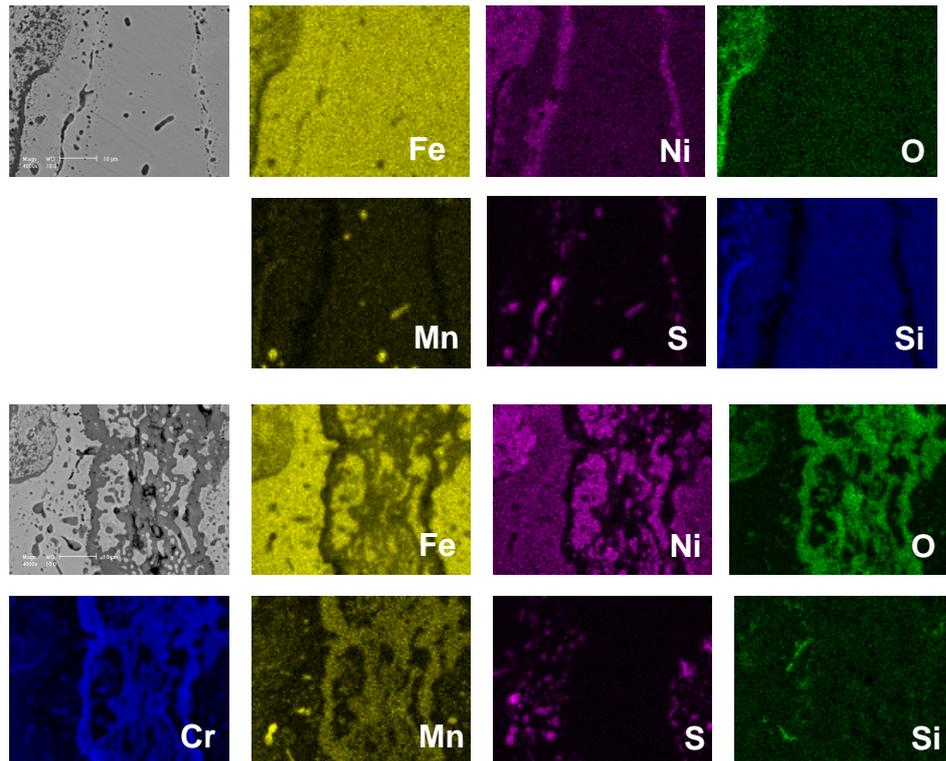
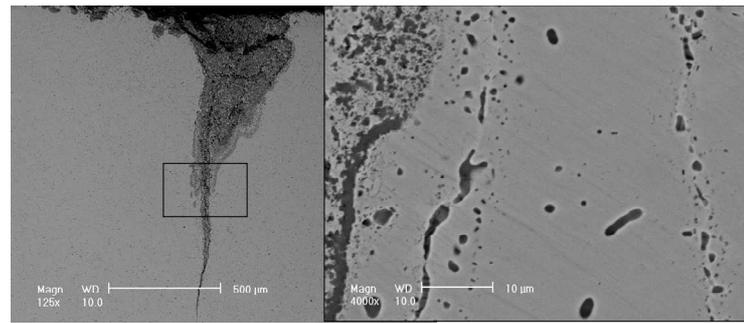


Figura 4 - 92. Mapa composicional de zona de grieta del acero AISI 303 (Condiciones de atmósfera húmeda a 1200°C)

4. ESTADO Y DAÑO PRESENTE EN LA MICROESTRUCTURA DURANTE EL PROCESO DE RECALENTAMIENTO EN HORNO

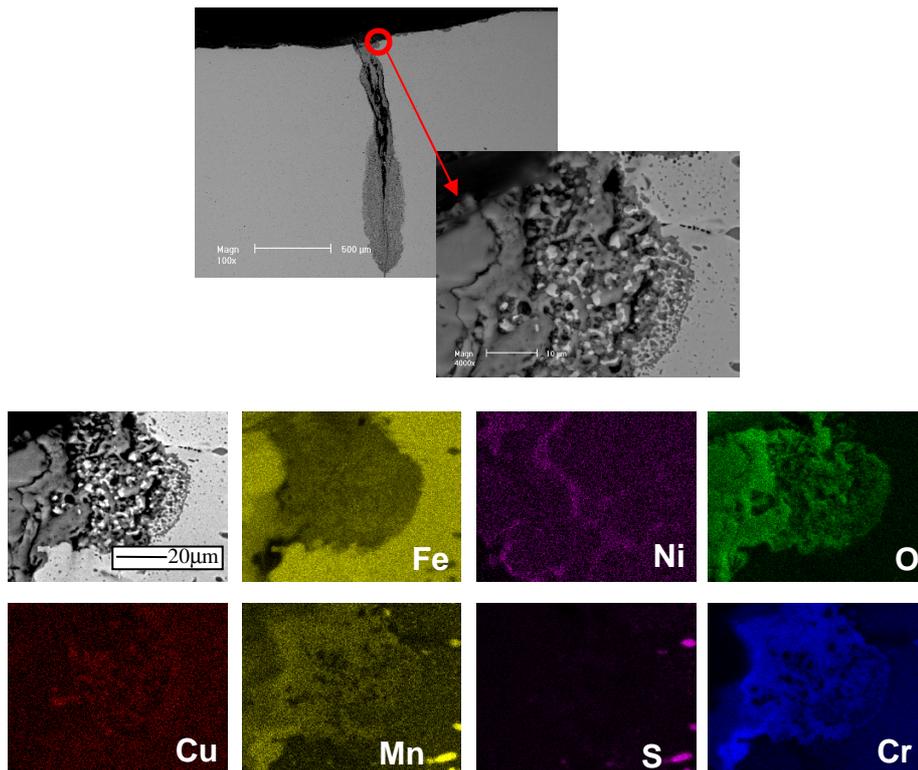


Figura 4 - 93. Mapa composicional de zona de grieta del acero AISI 303 (Condiciones de atmósfera seca a 1200°C)

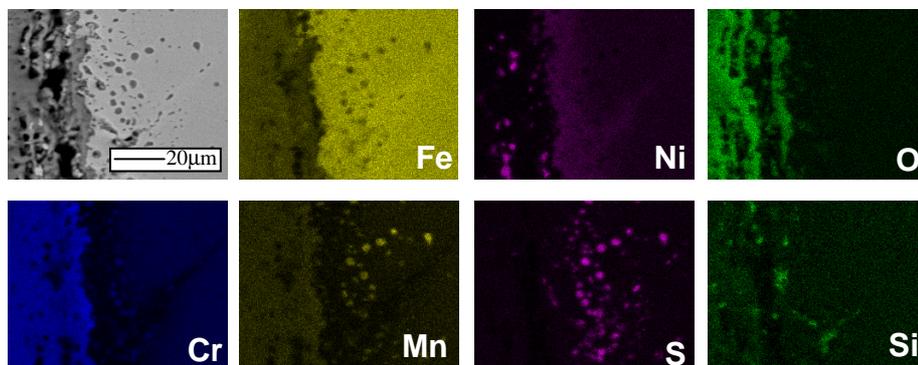


Figura 4 - 94. Mapa composicional de zona de grieta del acero AISI 303 (Condiciones de atmósfera seca a 1200°C)

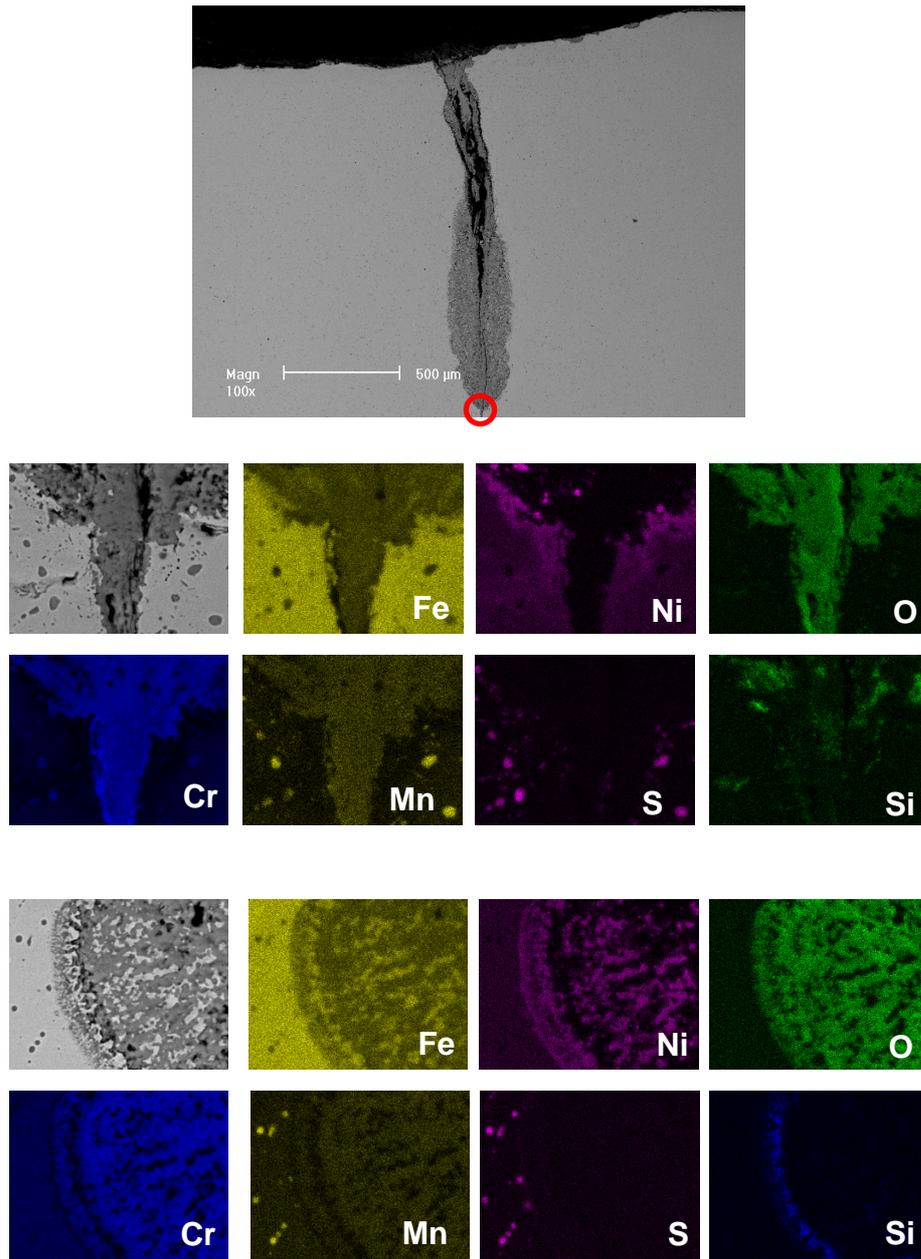


Figura 4 - 95. Mapa composicional de zona de grieta del acero AISI 303
(Condiciones de atmósfera seca a 1200°C)

4.7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] G. Krauss, Solidification, Segregation, and Banding in Carbon and Alloy Steels, Metallurgical and Materials Transactions B. 34B (2003) 781-792.
- [2] J. Sengupta, H.-. Shin, B.G. Thomas, S.-. Kim, Micrograph evidence of meniscus solidification and sub-surface microstructure evolution in continuous-cast ultralow-carbon steels, Acta Materialia. 54 (2006) 1165-1173.
- [3] N.A. McPherson, R.E. Mercer, Continuous casting of slabs at BSC Ravenscraig Works, Ironmaking and Steelmaking. 4 (1980) 167-179.
- [4] E. Takeuchi, J.K. Brimacombe, The Formation of Oscillation Marks in Continuous Casting of Steel Slabs, Metallurgical Transactions B. 15B (1984) 493-509.
- [5] E. Takeuchi, J.K. Brimacombe, Effect of Oscillation-Mark Formation on the Surface Quality of Continuously Cast Steel Slabs, Metallurgical Transactions B. 16B (1984) 605-625.
- [6] G. Lee, B.G. Thomas, S. Kim, H. Shin, S. Baek, C. Choi, D. Kim, S. Yu, Microstructure near corners of continuous-cast steel slabs showing three-dimensional frozen meniscus and hooks, Acta Materialia. 55 (2007) 6705-6712.
- [7] J. Ochoa Sáez de Lafuente Tesis, Estudio de la influencia de la composición química en la conformabilidad en caliente en aceros de fácil mecanizado, Universidad de Navarra. San Sebastian (2002).
- [8] B. Mintz, Z. Mohamed, Material Science and Technology. (1988) 895.
- [9] N. Tsunekage, H. Tsubakino, Material Science and Technology. 18 (2002) 964.

- [10] C. Zener, Transactions of Metallurgical Society of AIME. 175 (1948) 15.
- [11] J.M. Cabrera, Flores E., A. Al Omar, J.M. Prado, Fundamentals and Applications of Microalloying Forging Steels, G. K. y. D. K. M. C.J. Van Tyne, TMS. Editor : Warrendale (1996) 173.
- [12] L.J. Cuddy, J.C. Raley, Austenite Grain Coarsening in Microalloyed Steels. Metallurgical Transactions A. 14A (1989) 1989-1995.
- [13] M. Hillert, On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth, 13A. (1965) 227-234.
- [14] M.D. Mohar Bepari, Effects of Second-Phase Particles on Coarsening of Austenite in 0.15 Pct Carbon Steels, Metallurgical Transactions A., 20A (1989) 13-16.
- [15] M.C. Revilla Gómez Tesis, Influencia de los Parámetros Microestructurales en la Evolución del Daño durante el Conformado en Caliente de Aceros Resulfurados, Universidad de Navarra. San Sebastian (2008).
- [16] N. Imai, N. Komatsubara, K. Kunishige, Effect of Cu and Ni on Hot Workability of Hot-rolled Mild Steel, ISIJ Int. 37 (1997) 224-231.
- [17] N. Imai, N. Komatsubara, K. Kunishige, Effect of Cu, Sn and Ni on Hot Workability of Hot-rolled Mild Steel, ISIJ Int. 3 (1997) 217-223.
- [18] F. Martin, Effect of Copper Content on the Ductility Loss of Low Carbon Steels, Journal of Metals. 12 (2003) 27-31.
- [19] G.E. Ruddle, Effects of Residuals in Carbon Steels, American Iron and Steel Institute. PA 15220 (2002).

[20] H.F. Marston, R. Ratcliffe, M.A. Steer, M. Bugdol, J.R. González, J.M. Llanos, J. Niska, B. Sjögren, M. Kuhlmann, F. Widmann, R. Klima, F. Widmann, G. Leprince, M. Picard, Tailoring scale characteristics during steel processing, Technical steel research. Hot and cold rolling processing. EUR 21427 (2003).

[21] A. Al Omar, A. Chenaoui, R. Dkiouak, J.M. Cabrera, J.M. Prado, Aproximación al control de la microestructura de los aceros microaleados con contenido medio de carbono en condiciones de conformado en caliente, Revista de Metalurgia. 42 (2006) 103-113.

[22] I. Gutierrez, B. Lopez, J.M. Rodriguez-Ibabe, Grain growth phenomena during processing, Proc. First Joint International Conf. Recrystallisation and Grain Growth. Eds. G. Gottstein and D.A. Molodov, Springer Verlag, Berlin (2001) 145-154.

[23] T. Gladman, Proc.R.Soc. A294 (1966).

[24] T. Gladman, Physical metallurgy of microalloyed medium carbon engineering steels, Ironmaking and Steelmaking. 16 (1989) 241-245.

5

INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

5.1. REVISION BIBLIOGRÁFICA

5.1.1. Modificación de la propiedades mecánicas de las inclusiones de MnS debido a elementos de aleación

5.1.1.1. Influencia de los elementos de aleación en solución sólida

Las inclusiones de MnS pueden tomar cantidades considerables de metales en solución sólida que pueden llegar a modificar sus propiedades. Un estudio sistemático de los límites de solubilidad en las inclusiones de MnS se realizó por Kiesslig y Westman [1], cuyos resultados se resumen en la Tabla 5 - 1, Tabla 5 - 2 y la Figura 5 - 1. Se encontró un rango bastante amplio en cuanto a límites de solubilidad, estando el máximo en valores del 60-70% en peso para el Cr y el Fe en el interior de la red del MnS. En bibliografía se recoge que la microdureza del MnS con elementos en solución sólida en su interior, es considerablemente mayor que las MnS puras, como se puede observar en la Figura 5 - 2.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

Tabla 5 - 1. Propiedades físicas y químicas a 1150°C de inclusiones de MnS con elementos en solución sólida: composición, parámetro de red, microdureza, formulación química y límite de solubilidad. [1]

Solid solution system	<i>Me</i> / Mn+ <i>Me</i> , at-%	<i>a</i> , (Å)	Micro-hardness, kg/mm ²	Sulphide formula	Sulphide composition (wt-%)		
					Mn	<i>Me</i>	S
(Mn,Ti)S	3	5·209	215	Mn _{·96} Ti _{·03} S	61·1	1·7	37·2
(Mn,V)S	30	5·180	340	Mn _{·61} V _{·26} S	42·5	16·8	40·7
(Mn,Cr)S	65	5·105	450	Mn _{·26} Cr _{·49} S	19·9	35·5	44·6
MnS	100	5·226	170	MnS	63·1	...	36·9
(Mn,Fe)S	65	5·130	300	Mn _{·35} Fe _{·65} S	22·0	41·5	36·5
(Mn,Co)S	28	5·205	240	Mn _{·72} Co _{·28} S	44·9	18·8	36·3
(Mn,Ni)S	13	5·200	250	Mn _{·88} Ni _{·12} S	55·3	8·0	36·7

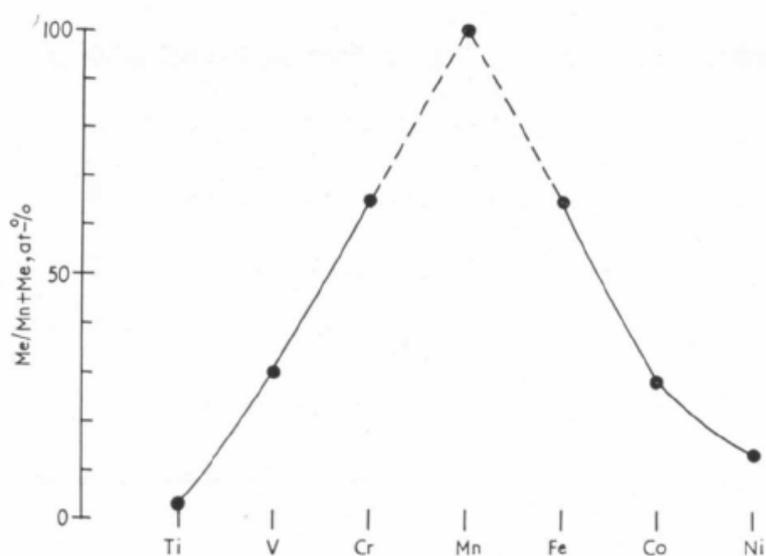


Figura 5 - 1. Límite de solubilidad sólida de algunos elementos químicos en el MnS (% atómico del total de elementos metálicos) [1]

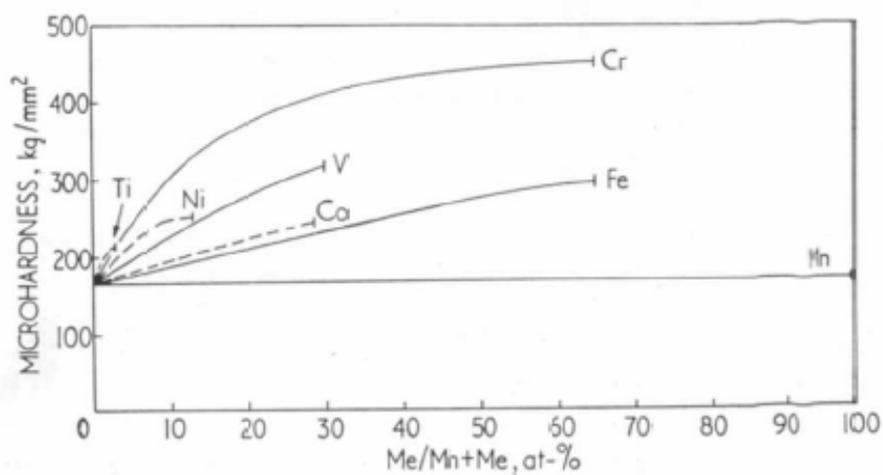


Figura 5 - 2. Valores de microdureza para diferentes soluciones en estado sólido (Mn,Me)S para diferentes contenidos de Me (en % atómico del total de átomos del metal). Soluciones sólidas templadas a 1150°C excepto para el (Mn,V)S, que fue templado a 950°C [1]

Tabla 5 - 2. Composición química de inclusiones con Fe y Cr en solución sólida [1]

Inclusion type	Me-composition of MnS-phase, wt-%				Steel type	Steel analysis			
	Mn	Cr	Fe	Nb		Mn	Cr	Nb	S
(Mn,Cr)S	54	5	3	...	1.5% chromium	0.32	1.52	...	0.017
(Mn,Cr)S	38	25	1	...	13% chromium				
(Mn,Cr)S	32	26	1	...	18% chromium	1.47	18.1	...	0.022
(Mn,Fe)S	60	...	3	...	carbon	0.70	0.034
(Mn,Fe)S	50	...	13	...	carbon				
(Mn,Fe)S	24	...	37	...	carbon	0.14	0.015

Por otra parte, además de la posibilidad de que un elemento se encuentre en solución sólida en las partículas de MnS, hay que tener en cuenta la posibilidad de que dicho elemento forme sulfuros. En este contexto, el cobre es el único elemento del grupo I de los metales de no transición susceptible a la formación de sulfuros en el acero. En los últimos años el estudio de los sulfuros de Cu se ha centrado fundamentalmente por su interés como partículas favorecedoras de la formación de ferrita acicular [2] si bien en esos casos no es habitual que se traten de aceros resulfurados. El análisis más concluyente fue realizado por Morrogh [3] quien investigó la formación de inclusiones variando los contenidos de Cu, Mn y S. En el trabajo se concluye que la fase Cu_2S se puede formar en el material sólo si el contenido en Mn es bajo y los contenidos en Cu y S son altos. Una situación intermedia, podría dar lugar a la formación de $(\text{Mn,Cu})\text{S}$. En su trabajo se presentan algunas micrografías, la cuales Morrogh considera probablemente Cu_2S o una solución sólida en el rango de Cu-Fe-S.

La formación de inclusiones con elementos en solución sólida en su interior, como pueden ser el Fe o el Cr, afecta además a la dureza de la propia inclusión y por tanto a la deformación que va a tener en relación a la matriz. De los estudios realizados por Kiessling [1] que podemos observar en la Tabla 5 - 1 se observa como los elementos en solución sólida aumentan la dureza de las inclusiones, respecto a las MnS puras sin elementos en solución. Como se aprecia en la tabla, la dureza de las inclusiones pasa de tener un valor de 170 kg/mm^2 (1.7 GPa), en el caso de MnS puras, a unos valores de 300 y 450 kg/mm^2 (3 y 4.5 GPa) en el caso de $(\text{Mn,Fe})\text{S}$ y $(\text{Mn,Cr})\text{S}$ respectivamente.

El contenido en Fe de las inclusiones también va a depender de la velocidad de solidificación [4]. Como se puede ver en la Figura 5 - 3 en las condiciones directas de colada (as-cast), cuanto mayor sea la velocidad de solidificación mayor será el contenido en Fe en solución sólida en las inclusiones. Por tanto existe una evidencia clara de que serán las inclusiones más pequeñas, aquellas que se encuentran en la zona más cercana a la superficie, las que van a tener mayor cantidad de Fe, y por tanto serán las de mayor dureza.

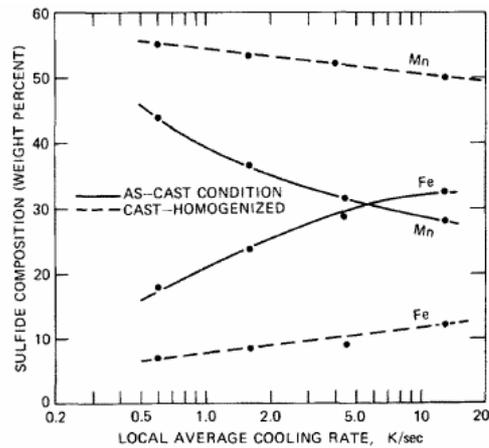


Figura 5 - 3. Variación del contenido en Fe y Mn en inclusiones de sulfuro de manganeso en función de la velocidad de enfriamiento local para probetas en condiciones as-cast o en condiciones homogenizadas (2 h a 1310°C) [4]

Sin embargo según los estudios realizados por Marston y Murray [5], un contenido más alto de Fe en el interior de las inclusiones promueve un aumento de la relación de aspecto de las inclusiones como se ve en el Figura 5 - 4. En esta figura se muestran modificadas tras haberse forjado el acero a 800°C.

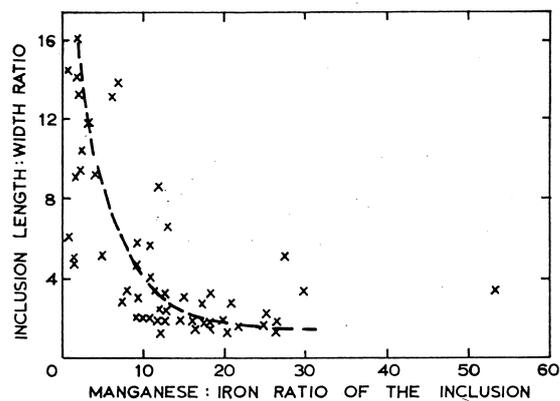


Figura 5 - 4. Influencia de la relación manganeso:hierro en la forma del sulfuro (800°C) [5]

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

Además de los elementos en solución sólida, la microdureza de las inclusiones también se verá influenciada por las variaciones de temperatura. De estudios realizados por otros investigadores [4,6] se puede comprobar como la microdureza de las inclusiones disminuye con el incremento de temperatura, como se ve en la Figura 5 - 5 y Figura 5 - 6 [6]. En las dos figuras se aprecia que para temperaturas elevadas los sulfuros presentan una dureza superior a la de la matriz.

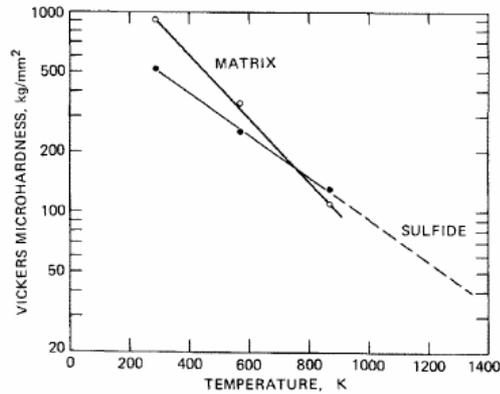


Figura 5 - 5. Microdureza de las inclusiones de MnS y de la matriz del acero 4340 en función de la temperatura. Las probetas están extraídas de una distancia de 0.15m de la zona más superficial [4]

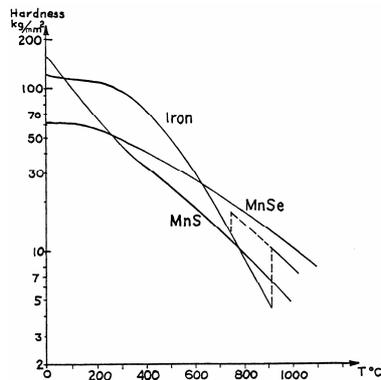


Figura 5 - 6. Datos de dureza en caliente para MnS, MnSe y Fe. [6]

5.1.1.2. Influencia de los elementos adheridos a las MnS

Actualmente, el uso de aceros resultados para la fabricación de piezas que requieren grandes mecanizados es cada vez mayor. Sin embargo, debido al efecto tan perjudicial de los MnS (que se encuentran alargados según la dirección de laminación) en las propiedades mecánicas de los aceros se tiende hacia la disminución del contenido de S y la modificación de los sulfuros mediante la adición de otros elementos de aleación:

- **Selenio:** en presencia de manganeso se forma seleniuro de manganeso (MnSe). El MnSe es soluble en todas las proporciones en el sulfuro de manganeso, por lo que al añadir Se se forman inclusiones del tipo Mn(S,Se). Estas inclusiones son de mayor tamaño y menos numerosas que los sulfuros de manganeso y se deforman menos durante el laminado en caliente que las inclusiones de MnS [7] tal y como puede apreciarse a partir de los valores de durezas de la Figura 5 - 6, mejorando la maquinabilidad y atenuando el efecto perjudicial en algunas propiedades mecánicas.

- **Telurio:** se combina con el manganeso formando telurio de manganeso (MnTe). El MnTe es menos soluble que el MnSe en el sulfuro de manganeso [8] y su solubilidad es menor cuanto menor es la cantidad de azufre presente en el acero. Una adición controlada de telurio produce el mismo efecto que la adición de Se; las inclusiones Mn(S,Te) son más grandes y se deforman menos [7,9]. Si el telurio añadido supera la cantidad que puede disolverse en el sulfuro de manganeso se forman inclusiones bifásicas del tipo MnTe·Mn(STe), con la fase telurio generalmente rodeando al sulfuro. Se debe evitar la formación de esta fase por dos motivos. Por un lado, produce una importante pérdida de ductilidad en el rango de temperaturas en el que tienen lugar las primeras pasadas de la laminación en caliente, ya que tiene su punto de fusión en torno a 1150°C. Por otro lado, la fase MnTe es más deformable que el Mn(S,Te), por lo que tiene tendencia a formar colas y contrarrestan el efecto globalizador ejercido sobre las inclusiones Mn(S,Te). Cuando el Te es añadido en exceso a aceros aleados con plomo se forman, además de inclusiones de Mn(S,Te),

inclusiones de teluro de plomo PbTe, generalmente asociadas a las otras inclusiones. Estos aceros son propensos a presentar problemas de ductilidad (agrietamiento superficial) [10] durante la laminación en caliente. Presentan una caída de ductilidad en el rango de temperaturas 810-1150°C, con un mínimo alrededor de 980°C. Esta pérdida de ductilidad se debe a que las inclusiones de PbTe formadas tienen un punto de fusión en torno a 923°C.

- **Calcio:** La adición de este elemento a los aceros resulfurados supone la posible formación de sulfuros de calcio del tipo (Mn,Ca)S. Estos sulfuros durante la laminación en caliente se alargan menos que los MnS. En aceros de alto contenido en azufre, desoxidados con aluminio y a los que se les ha añadido Ca, las inclusiones de aluminato cálcico suelen estar rodeadas por sulfuros. Estas inclusiones, al encontrarse rodeadas por una fase más blanda (sulfuro), son menos perjudiciales para la maquinabilidad [11,12]. Este tipo de aceros conduce a una mejora notable de la maquinabilidad, al mismo tiempo que se mejoran las propiedades en la dirección transversal.

- La adición de **tierras raras**, al igual que el Calcio, tiene un efecto globalizador sobre la inclusión de MnS [13], mejorando así tanto la maquinabilidad como la ductilidad en la sección transversal [14].

- **Plomo:** es otro de los elementos ampliamente utilizado para mejorar la maquinabilidad. Tiene un punto de fusión bajo (310°C) y durante el mecanizado actúa como lubricante, ya que funde localmente en la interfase metal-herramienta formando virutas más delgadas, pequeñas y rizadas. El efecto beneficioso del plomo sobre la maquinabilidad no depende de la presencia de inclusiones de sulfuro de manganeso y por lo tanto, puede adicionarse tanto a los aceros de bajo contenido en azufre como a los resulfurados. Puesto que el plomo es independiente de los sulfuros de manganeso sus efectos sobre la maquinabilidad son sumables [15,16]. En los aceros no resulfurados, el plomo se encuentra totalmente disperso en pequeñas partículas debido a su baja solubilidad en el acero. En los aceros resulfurados el plomo suele encontrarse principalmente asociado a las inclusiones de sulfuro de manganeso. Durante el mecanizado el plomo disminuye la

deformabilidad de las inclusiones de sulfuro de manganeso mejorando los procesos de corte.

La adición de plomo también repercute negativamente en algunas propiedades mecánicas de los aceros. A temperatura ambiente el plomo tiene poco efecto en la ductilidad, resistencia y tenacidad. Sin embargo, a temperaturas cercanas a su punto de fusión, los aceros que lo contienen presentan tendencia al agrietamiento [17]. En aceros de baja aleación, la resistencia a la fatiga no se ve afectada por la presencia de plomo. Por otro lado, los aceros al plomo, resulfurados o no, presentan una peor conformabilidad en caliente que los no aleados [17,18]. La disminución de la ductilidad en caliente es más acusada al aumentar el contenido de plomo hasta 0,06-0,07% y por encima de 0,15% las variaciones en el contenido de plomo no tienen un efecto significativo en la ductilidad. La horquilla del plomo, en los aceros comerciales, suele estar comprendida entre 0,15 y 0,35%. Cuando se sobrepasa 0,35 suelen aparecer segregaciones fuertes de plomo en forma alargada que pueden afectar a la calidad del acero. Hoy en día el plomo, debido a su alta toxicidad, está siendo sustituido por otros elementos menos tóxicos [19]. La Directiva Europea de Fin de Vida de los Vehículos (2000/53/CE) obliga a sustituir el plomo por otros aleantes como Bi, Te.

• **Bismuto:** Este elemento tiene un efecto en la maquinabilidad similar al plomo, puesto que funde en la interfase metal-herramienta (punto fusión 271°C) actuando como lubricante. Se distribuye mejor que el Pb en el líquido y su toxicidad es nula. Su contenido en los aceros es 0,02-0,10%. Su efecto sobre la maquinabilidad es superior al plomo, sobre todo a altas velocidades de corte [20] (con menores cantidades se consiguen iguales resultados). Tanto el Pb como el Bi mejoran la maquinabilidad en aceros resulfurados debido principalmente a que reducen la deformación de las inclusiones durante el mecanizado [16]. Como casi todas las adiciones de mejora de la maquinabilidad, el Bi empeora la ductilidad en caliente del acero.

• **Fósforo:** Otro tipo de aceros de fácil mecanizado son los “*aceros refosforados*”. Al contrario que el resto de aditivos anteriormente mencionados, el fósforo mejora la maquinabilidad sin formar inclusiones. El P hace más resistente la ferrita, lo cual facilita la rotura de la viruta en las operaciones de corte. Es añadido a aceros resulfurados de bajo C en cantidades entre 0,04 y 0,09% en peso. Cantidades mayores perjudican las características de mecanizado y otras propiedades al aumentar el exceso de dureza y la resistencia del acero.

5.1.2. Índice de plasticidad relativa de inclusiones deformadas mecánicamente

Hay numerosos aspectos que influyen en la rotura final del material. Entre estos aspectos se encuentra la relación de plasticidad entre la inclusión y la matriz, ya que influye en la aparición de cavidades por descohesión de la intercara entre la matriz y las inclusiones cuando éstas son deformadas.

Existen numerosos artículos [6,16,21-28] que tratan la deformación de las inclusiones no metálicas, entre las que se encuentran las inclusiones de MnS. Tanto su morfología, como su resistencia relativa con la matriz, entre otros, son parámetros controlados durante la formación de las mismas. Este control, va a determinar el comportamiento de las inclusiones a la hora de ser sometidas a una determinada deformación. Y es precisamente este comportamiento el que va trascender en las propiedades mecánicas del material durante los distintos procesos de conformado a los que puede ser sometido.

El comportamiento de las inclusiones durante el conformado en caliente depende de la plasticidad propia de la inclusión. Hay grandes dificultades para determinar la plasticidad absoluta de las inclusiones “in situ” en el acero, por lo que es de gran utilidad establecer la plasticidad de las inclusiones por comparación con la matriz del acero del que forman parte.

Para determinar la plasticidad de la inclusión relativa a la matriz, algunos investigadores [6,21,23,26-29], han definido el índice de plasticidad relativa v como se muestra en la Ec. 5 - 1:

$$v = \frac{\epsilon_i}{\epsilon_m} \quad \text{Ec. 5 - 1}$$

donde ϵ_i y ϵ_m es la deformación real que sufre la inclusión y la matriz respectivamente. Es decir, la relación de plasticidad, se define

como la relación de deformaciones entre la inclusión y la matriz. Si las inclusiones se deforman menos que la matriz, por tener inclusiones que son más duras que esta última, la aparición de cavidades se verá favorecida.

La plasticidad relativa depende de la diferencia de dureza entre matriz e inclusión. Ésta puede tomar valores que van desde $v = 0$ para inclusiones duras que no se deforman, $v=1$ en el caso de deformarse igual que la matriz y valores mayores de 1 cuando se deforman más que la matriz. Estas últimas pueden formar cadenas disminuyendo las propiedades transversales.

Los sulfuros de manganeso son inclusiones blandas que se deforman menos que la matriz. La plasticidad relativa depende, además del tipo de sulfuro de manganeso, de la temperatura. En el caso de inclusiones MnS tipo I, éstas presentan la máxima deformabilidad a 900°C tal y como se muestra en la Figura 5 - 7 y Figura 5 - 8. Durante la aplicación de deformación, estos sulfuros de manganeso (tipo I) se alargan según la dirección del flujo plástico perdiendo la forma globular inicial. Sin embargo, se deforman menos que la matriz ($v < 1$) [21-24,28,29] produciéndose la descohesión de la intercara matriz-inclusión y generando una cavidad. Dependiendo de las condiciones termomecánicas y también de la distribución de inclusiones, estos huecos o cavidades pueden crecer y propagarse hasta formar una macrogrieta y originar la fractura del material.

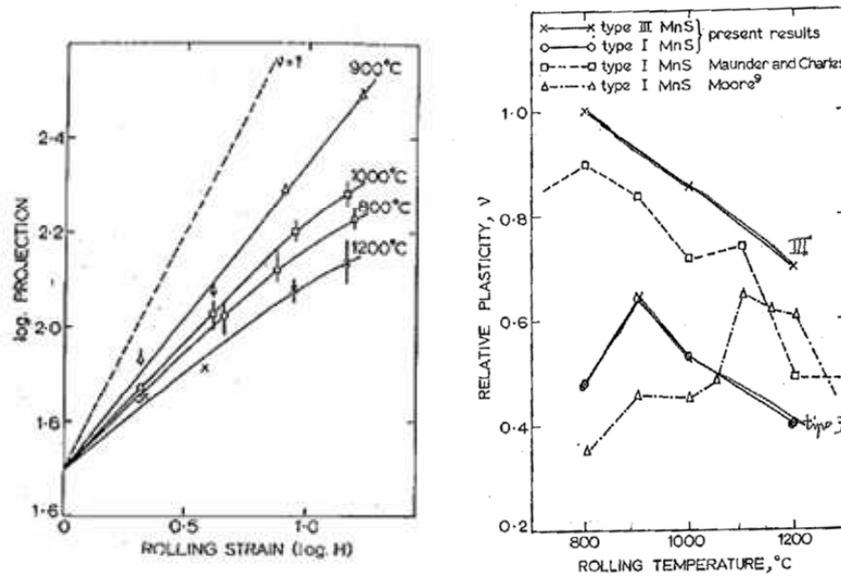


Figura 5 - 7. Influencia de la temperatura en la Plasticidad relativa [22]

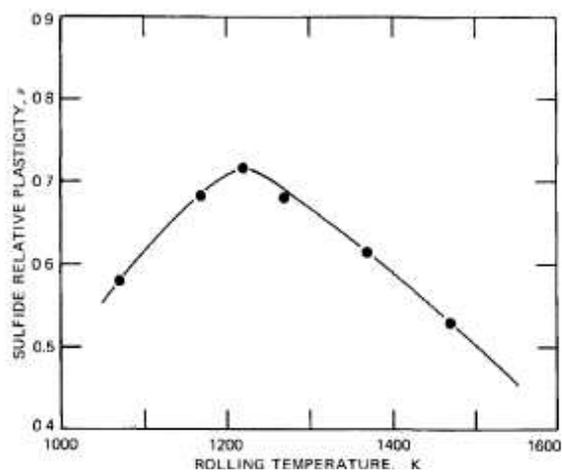


Figura 5 - 8. Influencia de la temperatura en la Plasticidad relativa [4]

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

De acuerdo con esta definición de plasticidad, la mayoría de autores parten de la metodología utilizada por Malkiewicz y Rudnik [30]. Estos autores asumen que la inclusión se deforma en forma de elipsoide durante la laminación, definiendo el índice de plasticidad relativa como se indica en la Ec. 5 - 2:

$$v = \frac{2}{3} * \left(\frac{\log \lambda}{\log h} \right) \quad \text{Ec. 5 - 2}$$

donde,

v= índice de plasticidad relativa

$\lambda=b/a$ =Relación de aspecto de la inclusión

$h=A_0/A_1$

2a= eje mayor de la inclusión paralelo a la dirección de deformación

2b= eje menor de la inclusión paralelo a la dirección de deformación

A_0 = Área de la sección transversal del acero antes de deformar

A_1 = Área de sección transversal del acero después de deformar

Algunos autores [6,21,27,28] utilizan una versión modificada de esta ecuación considerando condiciones de deformación plana. Teniendo en cuenta este factor, la ecuación de plasticidad relativa utilizada, es la presentada en la Ec. 5 - 3 :

$$v = \frac{1}{2} * \left(\frac{\log \lambda}{\log h} \right) \quad \text{Ec. 5 - 3}$$

Hay que tener en cuenta además que la plasticidad relativa de las inclusiones depende de otros factores como puede ser el tamaño de la inclusión. Como se observa en la Figura 5 - 9, donde aparece graficada la plasticidad relativa de las inclusiones frente al tamaño de las mismas y frente a la velocidad de solidificación a la cual se han formado estas inclusiones, según los resultados de las investigaciones realizadas por Murty y col. [4], inclusiones más pequeñas situadas en las zonas más cercanas a la superficie, es decir, que se han formado con velocidades de solidificación mayores, tendrán un índice de plasticidad relativa mayor.

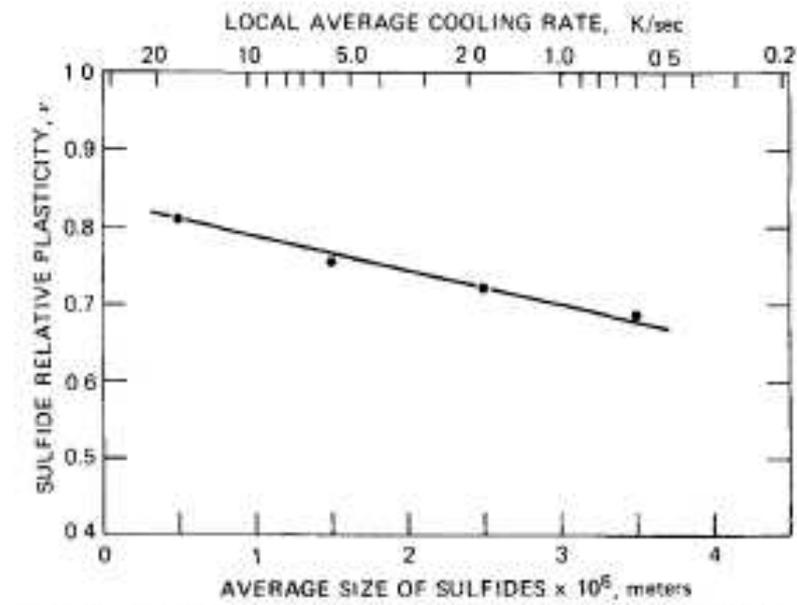


Figura 5 - 9. Plasticidad relativa media de los sulfuros respecto a la matriz del acero 4340 en función del tamaño de la inclusión. Material laminado en caliente a 1223 K [4]

5.1.3. Deformación de inclusiones y su influencia en el daño presente en el material

La deformación de las inclusiones durante los trabajos de conformado en caliente es una de las mayores causas de anisotropía de la tenacidad en los aceros laminados. Como se ha visto ya en el punto anterior, estudios realizados [22] han determinado como la plasticidad relativa de las inclusiones es baja a elevadas temperaturas de laminado pero incrementa progresivamente con la disminución de la temperatura (siempre y cuando no se esté por debajo de los 900°C en cuyo caso la plasticidad relativa disminuye).

La deformación máxima que las inclusiones pueden alcanzar depende principalmente de la resistencia relativa entre las inclusiones y la matriz. Sin embargo, se considera que uno de los efectos principales proviene de la presencia de oxígeno. Se ha encontrado como el incremento de oxígeno produce un marcado aumento en la microdureza a alta temperatura en las inclusiones [24]. Sin embargo todavía no está del todo claro si el oxígeno está presente en solución sólida o en forma de una dispersión de pequeños óxidos en forma de partícula.

El aumento de la deformación de las inclusiones trae consigo una dramática disminución de la tenacidad del acero en la dirección transversal. El micromecanismo de fractura que se ha observado más claramente ha sido la coalescencia de cavidades con la aparición de agujeros que nuclean desde las propias inclusiones de sulfuro de manganeso. Las inclusiones determinan la tenacidad controlando el tamaño de la zona de la matriz que se encuentra sometida a una alta tensión local, la cual influye en el proceso de fractura.

Como ya se vio en la bibliografía general del apartado 2.2.6, los procesos de deformación del material van comúnmente acompañados de los procesos de nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades que pueden tener lugar durante la fractura dúctil. Hay autores [31] que razonablemente se basan en el cambio de densidad relativa para formular un modelo de fractura dúctil, ya que esta densidad es capaz de reflejar el daño causado durante la deformación plástica de los

materiales. Estos modelos son capaces de reflejar cómo los materiales más dúctiles tienen una evolución más lenta hacia la fractura dúctil, pero hay una necesidad evidente de tener en cuenta otros factores en los procesos de nucleación de cavidades como pueden ser diferentes resistencias de matriz, así como distinta composición química y naturaleza cristalográfica de las inclusiones donde comúnmente nuclean la cavidades.

Durante la evolución del daño por fractura dúctil, tras el proceso de nucleación, el crecimiento de la cavidad está fuertemente influenciado por el estado triaxial de tensiones ($K = \sigma_m / \sigma_{eq}$) y el tamaño y forma de la inclusión. El modo de deformación va a influir por tanto en la fractura dúctil del material debido a las diferencias existentes en el estado de tensiones. Para los ensayos de tensión y torsión los valores de K son iguales a 1/3 y 0 respectivamente, pudiéndose intuir que la triaxialidad de tensiones influirá en la evolución del daño por fractura dúctil, de modo que este progresará más rápido cuanto mayor sea el valor de K [31].

La nucleación de cavidades en sulfuros de manganeso ocurre a bajas deformaciones. Por lo tanto, la predicción de velocidad de crecimiento de a cavidad es importante para comprender la fractura dúctil.

Rice y Tracey [32] analizaron la evolución de un único hueco inicialmente esférico contenido en una matriz infinita constituida por un material elastoplástico sometido a un campo remoto de tensiones, σ_{ij} , y velocidades de deformación $\dot{\epsilon}_{ij}$. No tuvieron en cuenta la fracción en volumen de inclusiones en el flujo plástico. La Ec. 5 - 6 muestra un aumento exponencial de la velocidad de crecimiento de la cavidad con la tensión triaxial.

$$\dot{R} = 0.283 \cdot R_0 \cdot \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{3\sigma_m}{2\sigma_{eq}}\right) \quad \text{Ec. 5 - 6}$$

donde,

- \dot{R} = Velocidad de crecimiento radial de una cavidad
- R_0 = Radio inicial de la cavidad esférica
- $\dot{\epsilon}$ = Velocidad de deformación
- σ_m = Tensión media
- σ_{eq} = Tensión equivalente de Von Misses

McClintock [33] propuso un modelo según el cuál la fractura se produce como consecuencia del contacto que se lleva a cabo entre cavidades próximas entre sí y formuló un modelo, a partir de observaciones experimentales, válido únicamente para el caso de huecos cilíndricos de sección elíptica sometidos a tensiones bidimensionales, según el cuál la velocidad de crecimiento del radio medio de la cavidad \dot{R} se puede expresar:

$$\frac{\dot{R}}{R} = \frac{\dot{\epsilon}_{eq}^p \sqrt{3}}{2(1-n)} \sinh \frac{(1-n)\sigma_m \sqrt{3}}{\sigma_{eq}} \quad \text{Ec 5 - 5}$$

siendo R el radio medio de la cavidad, $\dot{\epsilon}_{eq}^p$ la variación temporal de la deformación equivalente de Von Mises y n el coeficiente de endurecimiento por deformación.

El modelo constitutivo para materiales porosos de **Gurson-Tvergaard- Needleman** [34,35], que es una variación del modelo de Gurson [34], describe de manera más exacta el comportamiento macroscópico del material considerando el grado de triaxialidad y la fracción en volumen de agujeros f . El criterio de fluencia del mecanismo de crecimiento y también de coalescencia viene dado por la siguiente ecuación:

$$\Phi(q, p, \bar{\sigma}, f^*) = \left(\frac{q}{\bar{\sigma}}\right)^2 + 2q_1 f^* \cosh\left(\frac{3}{2} q_2 \frac{p}{\bar{\sigma}}\right) - q_3 f^* = 0 \quad \text{Ec.5 - 7}$$

donde q representa la tensión macroscópica (del material homogeneizado) efectiva de Von Mises, p es la tensión hidrostática macroscópica y $\bar{\sigma}$ el límite elástico actual de la matriz dependiente, en condiciones estáticas, de la deformación plástica equivalente. Los parámetros $q1$, $q2$, $q3$ y f^* (fracción de microvacíos modificada) fueron introducidos por Tvergaard y Needleman en el modelo de Gurson para considerar el caso de distribuciones periódicas de cavidades. Los parámetros $q1$, $q2$, $q3$ dependen del material, del daño inicial y de la triaxialidad del estado tensional, pero se suelen considerar constantes.

Los procesos de fractura dúctil y los mecanismos de nucleación, crecimiento y coalescencia se suelen estudiar a través de ensayos de tracción o de tenacidad. Sin embargo en este trabajo también se han empleado los ensayos de torsión en caliente. Estos ensayos son una herramienta muy útil para conocer la ductilidad y simular las condiciones de temperatura y velocidad de deformación que se dan durante el conformado en caliente. También sirven para estudiar grandes deformaciones a cortadura, mecanismos de ablandamiento y la ductilidad intrínseca del material. Sin embargo, presentan ciertas limitaciones respecto a otros ensayos (tracción, compresión plana, etc.): la tensiones que se dan a lo largo de toda la probeta son de cortadura y el material no está sometido a un estado de tensión triaxial (como ya se ha comentado el valor de $K=0$ para los ensayos de torsión), por lo que se aleja de las condiciones de deformación que se dan durante la laminación. Debido precisamente a esta nula triaxialidad, las deformaciones necesarias para que comience la nucleación de cavidades y se produzca la rotura final de la probeta son mucho mayores en comparación con otros ensayos mecánicos [36], tal y como se muestra en el esquema de la Figura 5 - 10. En ensayos de tracción, la deformación a rotura muestra una fuerte dependencia con el estado de tensiones y disminuye a medida que aumenta la tensión triaxial [37,38].

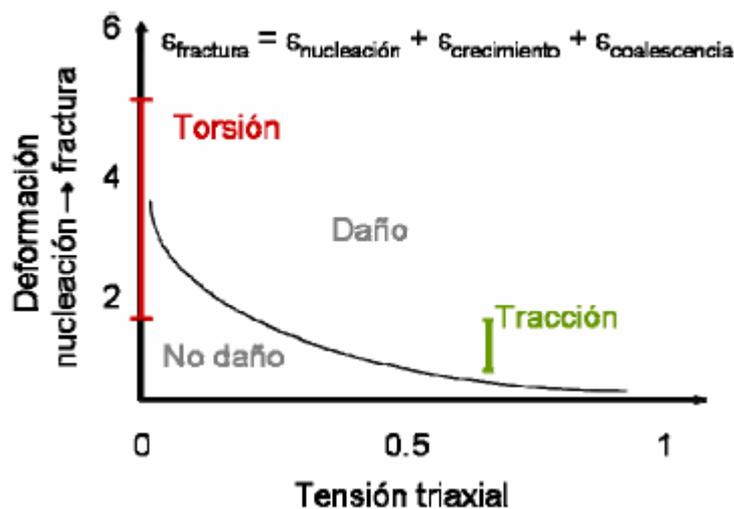


Figura 5 - 10. Comparación de la deformación necesaria para el comienzo de la nucleación y fractura en función de la triaxialidad

Además de la nucleación propia de cavidades, aspectos como pueden ser la interacción entre agujeros [39] o las zonas donde éstos aparecen pueden acelerar el proceso de crecimiento. Así por ejemplo, diferentes investigaciones [40] han revelado que el proceso de nucleación de cavidades se ve acelerado en la superficie en relación con el interior del material, y además para que éste se dé es necesaria la presencia de una deformación plástica, con independencia de si el daño ocurre por descohesión de la intercara o por la fractura de la inclusión.

5.2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

5.2.1. Metodología para la realización de los ensayos mecánicos

Dado que se han realizado ensayos con diferentes tipos de deformaciones, se quiere comparar el comportamiento durante el conformado en caliente de las inclusiones de sulfuro de manganeso. Para ello se muestran a continuación los esquemas correspondientes a los ensayos realizados (Figura 5 - 11), de donde se obtendrán las curvas tensión-deformación de cada uno de ellos. De esta forma se intenta reproducir el comportamiento de las inclusiones bajo distintos modos de deformación, como pueden ser compresión o cortadura.

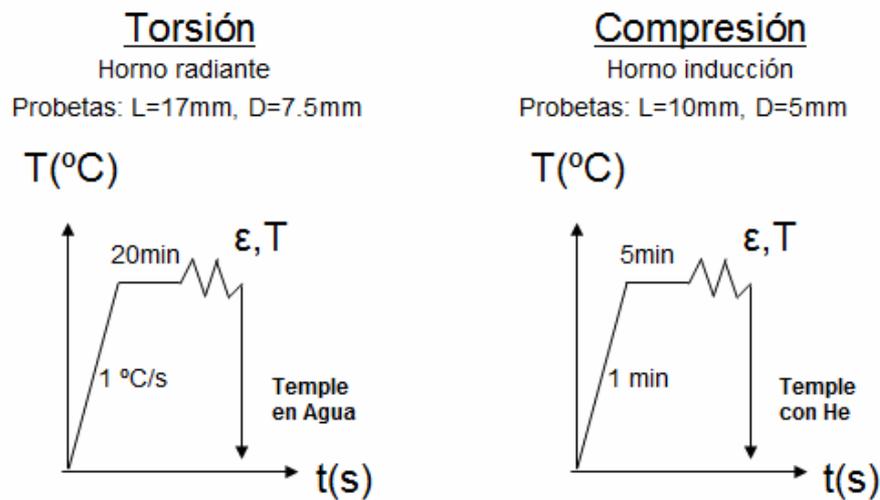


Figura 5 - 11. Esquema de las condiciones de los ensayos de torsión y compresión

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

En la Figura 5 - 12 se muestra además de forma esquemática la superficie de observación para cada ensayo, como ya se explicó de forma más extensa en las técnicas experimentales del capítulo 3. En el caso del ensayo de torsión, la sección caracterizada microscópicamente corresponde a la sección situada a 0.9 veces el radio de la probeta de torsión. En el caso del ensayo de compresión, la sección caracterizada corresponde a la mostrada en el esquema, que se encuentra en una sección paralela a la aplicación de la carga de compresión y además se ha elegido la sección que tiene una distribución de deformaciones más homogénea e igual al valor nominal. A partir de ahora la sección típica caracterizada en los ensayos de compresión se denominará “sección típica de observación”.

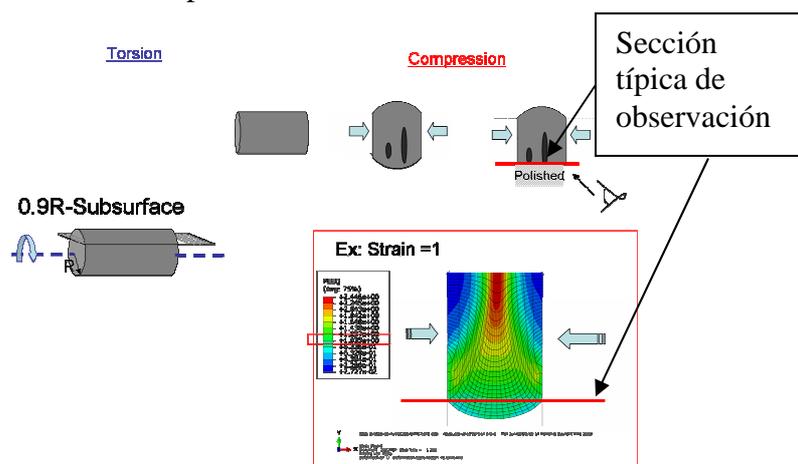


Figura 5 - 12. Esquema de las secciones caracterizadas en los ensayos de torsión y compresión

Para la realización de los ensayos de torsión las probetas se mecanizaron en la dirección de colada en la zona lo más cercana posible a la superficie, como se describe en la Figura 5 - 13. Se han realizado ensayos tanto a rotura como a distintos niveles de deformación con el objetivo de estudiar la ductilidad así como la evolución del daño. Las probetas se han calentado a 1°C/s hasta las temperaturas de 1100 o 1200 $^{\circ}\text{C}$, se han mantenido durante 20 minutos para asegurar un calentamiento homogéneo en toda la probeta y se ha procedido a deformar a la deformación y velocidad de deformación seleccionadas (1 o 5s^{-1}). Un resumen de las condiciones de los ensayos de torsión efectuados se muestra en la Tabla 5 - 3. Al finalizar el ensayo la mayoría de las probetas se han templado con agua para poder estudiar la interacción entre la evolución del daño y la microestructura.

En el caso de las probetas de compresión, éstas también se han extraído de la zona lo más cercana posible a la superficie, en dirección transversal o longitudinalmente con la dirección de colada. En este caso las probetas se han mantenido durante 5 minutos hasta alcanzar 1150°C y luego se han deformado a 1s^{-1} a la deformación y temperatura previamente establecida. El temple posterior a estos ensayos se ha realizado con Helio.

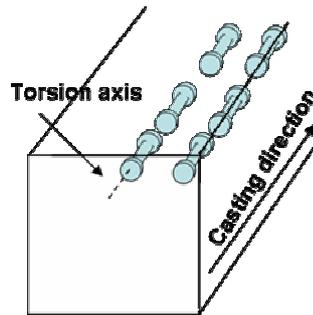


Figura 5 - 13. Localización de las probetas de torsión para el acero AISI 303

Tabla 5 - 3. Resumen de las condiciones de los ensayos de torsión ininterrumpidos para el acero AISI 303

<i>Velocidad Deformación = 1 s⁻¹</i>			<i>Velocidad Deformación = 5 s⁻¹</i>		
ϵ	1100°C	1200°C	ϵ	1100°C	1200°C
0.2	x	x	0.2		
0.5	x		0.5	x	x
1		x	1	Failure	x
1.5	Failure		1.5		Failure
2		x	2		
2.5		Failure	2.5		

5.2.2. Metodología para el análisis de la deformación de las inclusiones

En la presente tesis, el valor de plasticidad relativa se ha determinado en dos pasos distintos y además diferenciando el modo de deformación. Los pasos realizados se deben a que se ha querido efectuar una normalización del valor de la plasticidad relativa, teniendo en cuenta valores asociados a las inclusiones del material de partida, es decir, sin deformar. Con ello se consigue tener en cuenta la presencia de unas inclusiones de partida que puede que no sean del todo globulares, sino que están ya algo alargadas desde el inicio, es decir, antes de la deformación. Se han distinguido también las ecuaciones según el modo de deformación para tener en cuenta el efecto de las tensiones cortantes en los ensayos de torsión y las de compresión en los ensayos en el dilatómetro. Con ello se consigue hacer una comparativa del comportamiento de las inclusiones durante los trabajos de conformado en caliente en los distintos modo de deformación. Un resumen de las ecuaciones empleadas para la obtención de la deformación de las inclusiones en cada tipo de ensayos, se expone en la Tabla 5 - 4.

Tabla 5 - 4. Ecuaciones empleadas en la obtención de la plasticidad relativa

Modo de deformación	Ecuación de plasticidad	Tipo de ecuación
Torsión	$\nu = \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_m} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[\left(\frac{b}{do} \right)^2 - 1 \right]^{1/2}$	Sin Normalizar
Torsión	$\nu = \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_m} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[\frac{\left(\frac{b}{do^*} \right)^2}{\left(\frac{b}{do} \right)_{\varepsilon=0}^2} - 1 \right]^{1/2}$	Normalizada
Compresión	$\nu = \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_m} = \frac{2}{3} \cdot \frac{(Ln\lambda)}{\varepsilon_m}$	Sin Normalizar
Compresión	$\nu = \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_m} = \frac{2}{3} \cdot \frac{(Ln\lambda - Ln\lambda_0)}{\varepsilon_m}$	Normalizada

* do es el diámetro equivalente de la inclusión deformada

Uno de los parámetros más importantes que es necesario definir y cuyo comportamiento se verá en los apartados posteriores, es el valor de la **relación de aspecto λ de las inclusiones**, que se define como la relación entre la longitud b y la anchura a de las inclusiones deformadas (Figura 5 - 14); o su versión normalizada (**relación de aspecto normalizada**), que es la relación existente entre la longitud /anchura de las inclusiones deformadas y la misma relación de las inclusiones sin deformar.

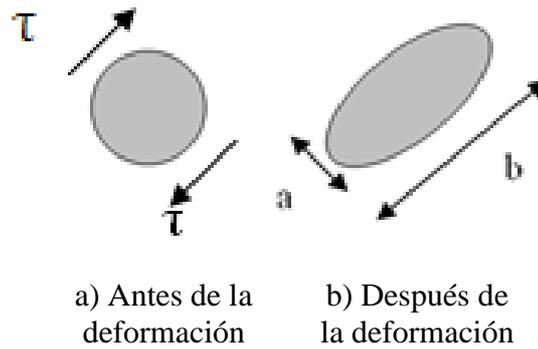


Figura 5 - 14. Esquema de las inclusiones antes y después de ser deformadas

5.2.3. Medición de nanodurezas

Se han realizado ensayos de nanoindentación sobre los sulfuros de manganeso a temperatura ambiente para los aceros AISI 303, SPb-1 y S1 sobre las muestras de material directo de colada. En la mayoría de los casos, se han aplicado una serie de cargas cíclicas, con una carga máxima de 2500 KN. Se ha utilizado una punta denominada “cube corner” y la dureza y el módulo elástico se ha calculado utilizando el método de Oliver y Pharr [41]. Con el objetivo de calcular una media de la dureza, se han considerado los valores a una profundidad de contacto de 200nm, cuando la dureza comienza a mantenerse constante. Se ha tratado de evitar cualquier tipo de influencia de la matriz.

5.3. RESULTADOS Y DISCUSION

5.3.1. Parámetros macroscópicos as-cast y durante la deformación

A lo largo de la siguiente sección se determinarán y se estudiarán los parámetros macroestructurales asociados al material directo de colada (as-cast), así como su evolución con la deformación.

Se verá la influencia de las condiciones de deformación así como del comportamiento de la matriz en relación a la presencia de inclusiones. En cuanto a la aparición de daño, se analizará el modo en que influye la oxidación por un lado, y la propia resistencia de la matriz por otro lado.

Con posterioridad este apartado se realizará un exhaustivo estudio de las inclusiones en lo que se refiere a su tamaño y su distribución geométrica en la matriz. Se analizarán además la influencia de algunos parámetros relacionados con la distribución en la detección de alineaciones de inclusiones, así como diferentes aspectos que tienen que ver con su composición química y sus propiedades mecánicas.

5.3.1.1. Ductilidad en caliente (macroscópica)

La realización de ensayos mecánicos en caliente tiene dos objetivos. En primer lugar, proporcionar información, para un modo de deformación dado, de la ductilidad macroscópica del acero para unas condiciones de T y $\dot{\epsilon}$ dadas. En segundo lugar, a través de ensayos interrumpidos a diferentes niveles de deformación, disponer de microestructuras que permitan analizar la evolución del daño y su interacción con diferentes parámetros. Entre los mismos cabe citarse todos aquellos aspectos relacionados con las inclusiones (tamaño, distribución, plasticidad, etc.) así como con la matriz.

Como se sabe de la revisión bibliográfica general realizada, la presencia de inclusiones en los aceros resulfurados supone una marcada caída de la ductilidad en caliente. Con el objetivo de comparar la ductilidad entre los aceros inoxidables AISI 303 y AISI 304 y evaluar como afecta la presencia de las inclusiones de MnS en sus propiedades mecánicas, se han efectuado ensayos de torsión a rotura a las mismas condiciones de velocidad de deformación y temperatura (Figura 5 - 15). Como se puede observar en esta gráfica de tensión-deformación, ambos aceros se mantienen con niveles similares de resistencia pero la ductilidad en el caso del acero AISI 304 duplica a la del AISI 303. Este comportamiento se debe a las diferencias existentes en la composición química de estos dos aceros en lo que tiene que ver con el % de S. Estos porcentajes se encuentran en unos niveles de 0.284 y 0.042 % para los aceros AISI 303 y AISI 304 respectivamente, por lo que su contenido en inclusiones de MnS, como se verá en posteriores apartados, va a ser claramente diferente. Como se ve en la gráfica una disminución del contenido de S supone un aumento en la ductilidad pero hay que recordar que el azufre es añadido para facilitar las operaciones de mecanizado.

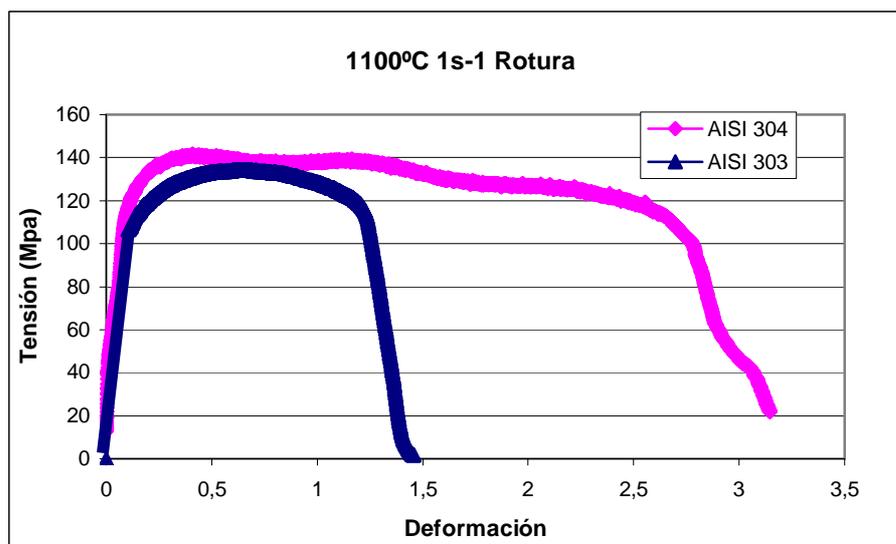


Figura 5 - 15. Curvas tensión - deformación de los ensayos de torsión de los aceros AISI 303 y AISI 304

Los parámetros de ensayo también afectan de forma significativa a las propiedades mecánicas de los aceros. Para los ensayos de torsión realizados en el acero AISI 303, la Figura 5 - 16 y Figura 5 - 17 muestran las curvas tensión-deformación a las temperaturas de 1100°C y 1200°C y a las velocidades de deformación de $1s^{-1}$ y $5s^{-1}$. Como se puede observar, en todo el rango de condiciones ensayadas la deformación a rotura es mayor cuanto mayor es la temperatura y menor es la velocidad de deformación, mientras que la resistencia es mayor cuanto menor es la temperatura y mayor es la velocidad de deformación. En dichas figuras se aprecia además que la sensibilidad del acero, desde un punto de vista de deformación a rotura, es mayor a $1s^{-1}$ que a $5s^{-1}$. Mientras que en el primer caso (Figura 5 - 16) la ductilidad disminuye a más de la mitad al pasar de 1200°C a 1100°C, a $5s^{-1}$ (Figura 5 - 17) esa reducción es inferior al 50%.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

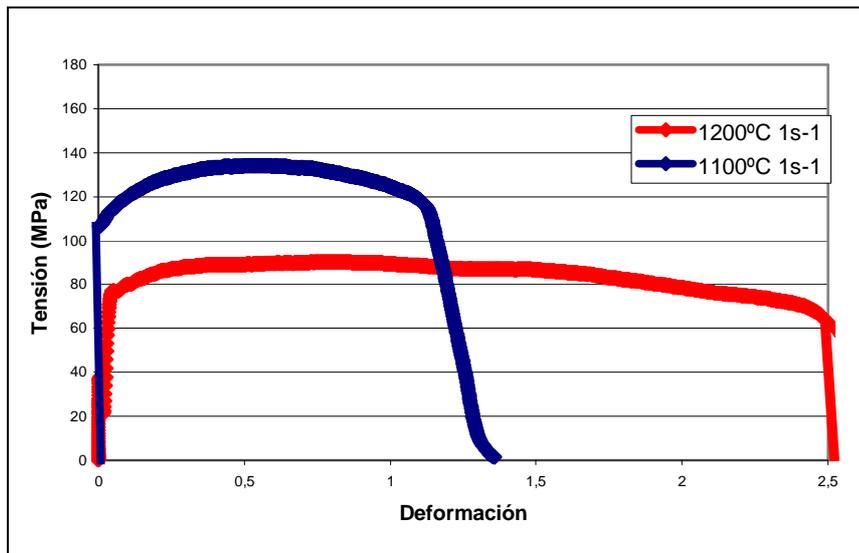


Figura 5 - 16. Influencia de la temperatura y la velocidad de deformación en la resistencia y ductilidad del acero AISI 303

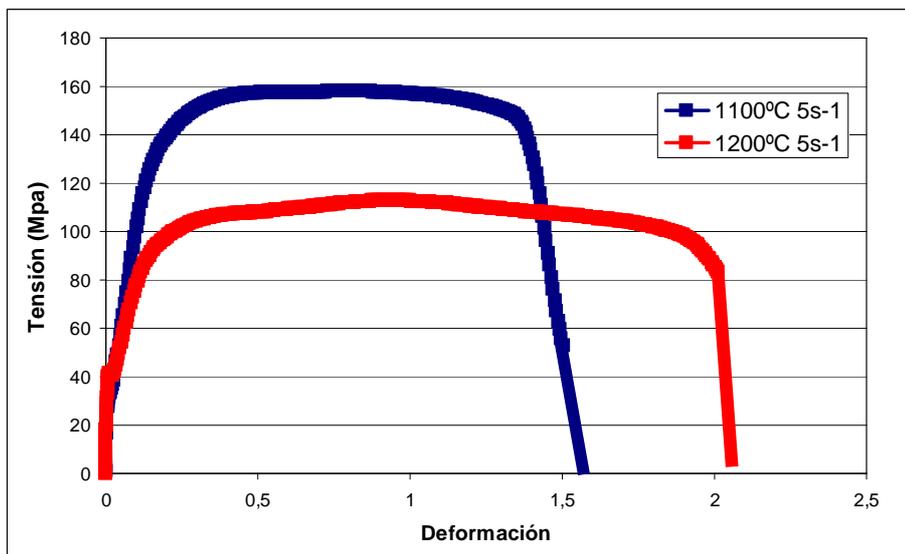


Figura 5 - 17. Influencia de la temperatura y de la velocidad de deformación en la resistencia y ductilidad del acero AISI 303

A parte de las condiciones de ensayo, la naturaleza de cada acero también puede influenciar las características mecánicas del mismo. La Figura 5 - 18 y la Figura 5 - 19 muestran una comparación de la ductilidad del acero AISI 303 en comparación con los ensayos de torsión realizados en anteriores trabajos [42] para el resto de aceros resulturados, en condiciones similares de $\dot{\epsilon}$ y T. Como se puede observar, la resistencia del acero AISI 303 es superior a la del resto mientras que la ductilidad es menor a excepción de los aceros SPb-1 y SPbBiTe extraídos de la zona interior, donde se conoce de estos trabajos anteriores [42] que la ductilidad es menor debido a un mayor tamaño de inclusión. Se asocia este comportamiento a que la tensión local acumulada en los bordes de las inclusiones es mayor cuanto mayor es el tamaño de la inclusión, y por tanto la deformación crítica a la que se produce la nucleación y crecimiento de cavidades se alcanza antes en las inclusiones de mayores. Hay que recordar que el acero AISI 303 es el único acero resulturado estudiado que es austenítico, ya que el resto de aceros son ferríticos o martensíticos (en caso de haberse realizado el temple posteriormente al ensayo). Por tanto, la naturaleza de la propia matriz introduce diferencias en la resistencia del acero.

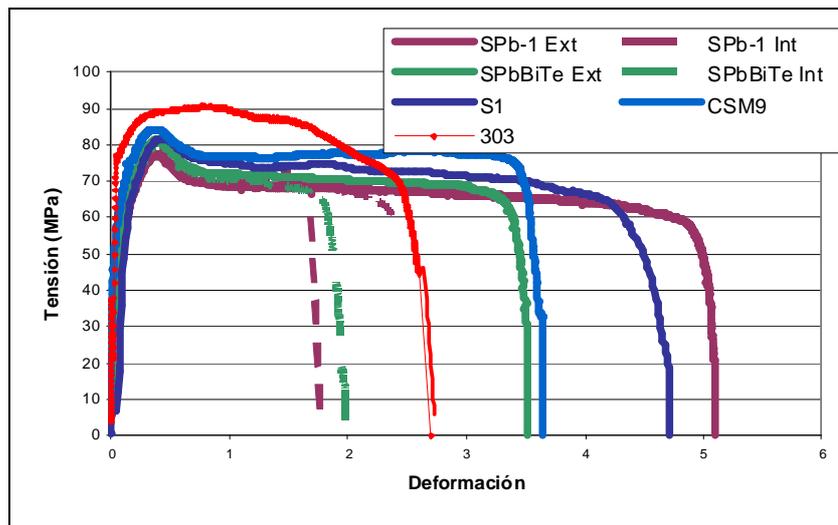


Figura 5 - 18. Comparación de las curvas tensión-deformación para diferentes calidades de aceros resulturados (1150°C , 1s^{-1})

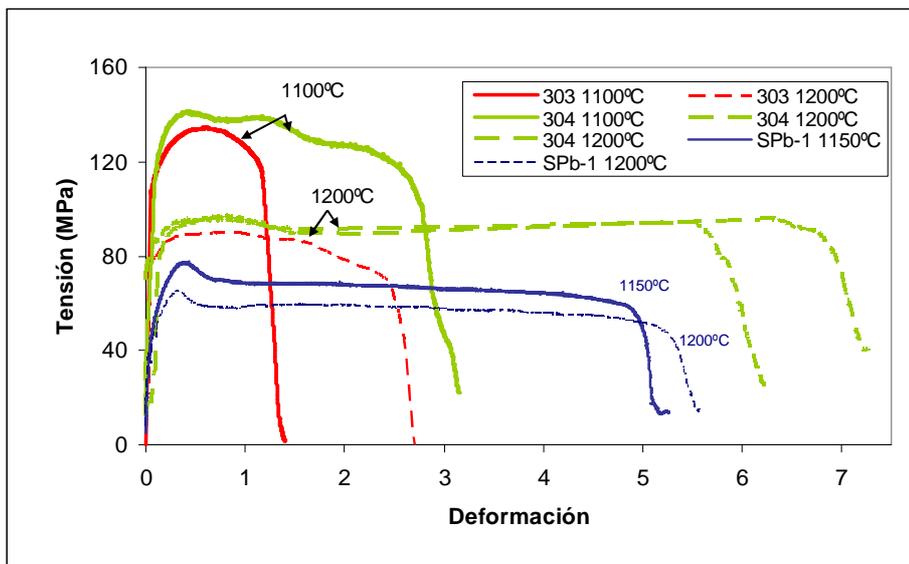


Figura 5 - 19. Comparación de las curvas tensión-deformación para los aceros AISI 303, AISI 304 y SPb-1 ($1s^{-1}$)

El estudio de la microestructura resultante tras la realización de estos ensayos, va a permitir hacer una comparativa de los diferentes estados de deformación. Ésto se hará posteriormente, en el siguiente apartado de los parámetros microscópicos estudiados, a nivel de la deformación de las inclusiones.

Con el objetivo de analizar la influencia del grano columnar en la generación de daño durante los procesos de deformación se han realizado ensayos de compresión con probetas mecanizadas en dos direcciones, en la dirección de colada (dirección longitudinal) y en su dirección perpendicular (dirección transversal). Esquemáticamente se puede ver en la Figura 5 - 20. Hay que tener en cuenta que las probetas transversales llevan la misma dirección que la de crecimiento de los granos columnares, mientras que las probetas longitudinales tienen una dirección perpendicular a los mismos.

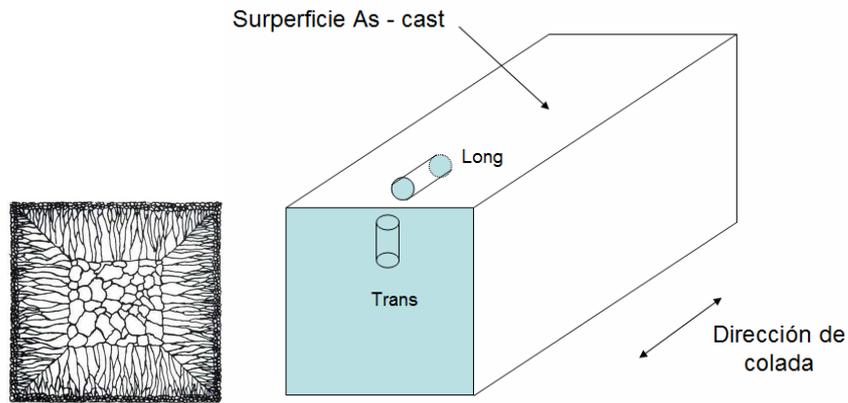


Figura 5 - 20. Dirección de extracción de las probetas de compresión del acero AISI 303 y su relación con la dirección de crecimiento de los granos columnares

En las siguientes Figuras (Figura 5 - 20 y Figura 5 - 22), se muestran las curvas tensión-deformación de los ensayos de compresión de las probetas mecanizadas tanto longitudinal como perpendicularmente a la dirección de colada. En la primera figura, se muestran los resultados de ensayos interrumpidos a diferentes niveles de deformación (sin alcanzar la rotura de la probeta) en las probetas mecanizadas en la dirección longitudinal. En la siguiente figura las probetas con dirección transversal se han deformado a dos temperaturas, 1100°C y 1200°C. En este caso de nuevo se han llevado a cabo ensayos interrumpidos. Durante la realización de los ensayos con las probetas en dirección longitudinal, se comprobó un comportamiento anómalo de las mismas debido seguramente a la influencia del grano columnar, por lo que a nivel microestructural únicamente se han caracterizado las probetas en dirección transversal.

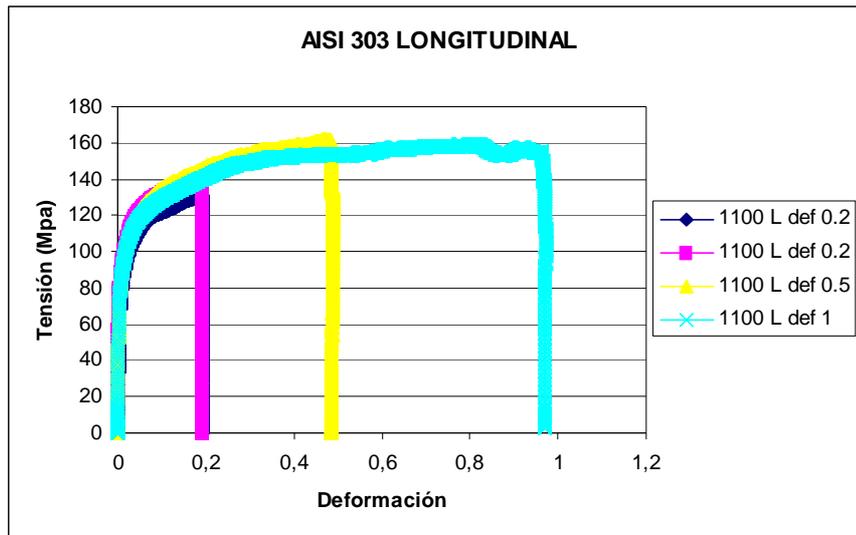


Figura 5 - 21. Curvas tensión-deformación de los ensayos de compresión del acero AISI 303 en la dirección transversal

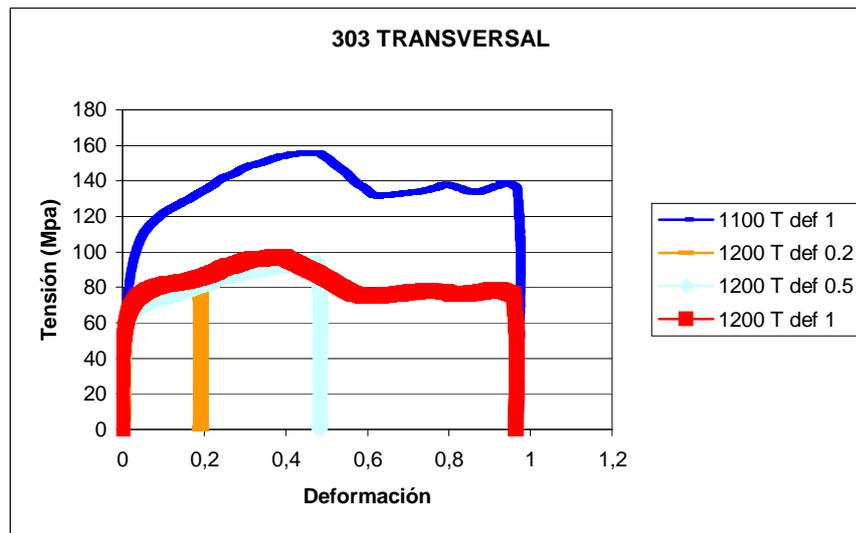


Figura 5 - 22. Curvas tensión-deformación de los ensayos de compresión del acero AISI 303 en la dirección transversa

5.3.1.2. Influencia de la oxidación en la propagación del daño

Los procesos de oxidación que tienen lugar en el material durante su paso por el horno de recalentamiento (estudiados ya en el Capítulo 4.) pueden influenciar la propagación o nucleación del daño durante los procesos de deformación posteriores en la laminación en caliente del acero.

Para estudiar su influencia, se han realizado algunos ensayos de compresión sobre el acero CSM9 con un tratamiento térmico previo con el objetivo de estudiar la influencia de la oxidación en la propagación del daño a través de los óxidos. Las condiciones utilizadas para el tratamiento térmico fueron similares a las realizadas para las probetas de fatiga 4PB, es decir, 4h 30 min a 1200°C en una atmósfera seca de aire. Para los posteriores ensayos de compresión las probetas se han calentado hasta 1150°C durante 1 min manteniendo dicha temperatura durante 5 min y después se ha deformado hasta la deformación 1 a las temperaturas 1050°C y 1150°C con una velocidad de deformación de $1s^{-1}$. Tras la deformación, las probetas se han templado con Ar. Las curvas tensión-deformación obtenidas en la realización de estos ensayos se muestran en la Figura 5 - 23.

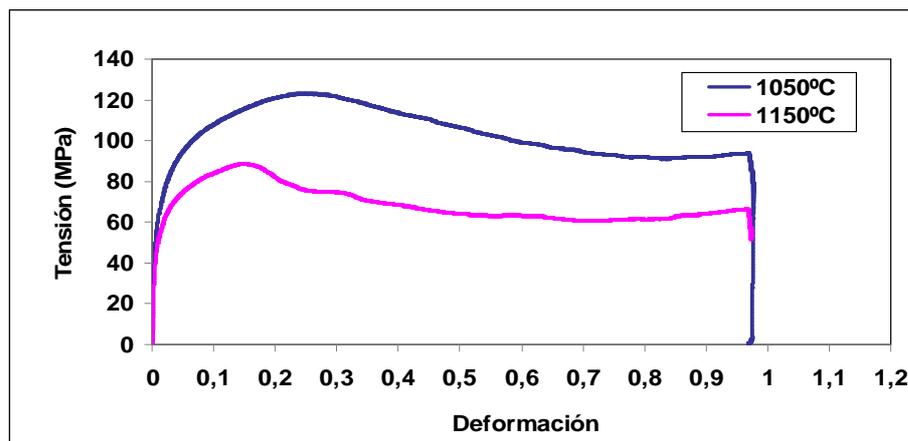


Figura 5 - 23. Curvas tensión deformación de los ensayos de compresión del acero CSM9

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

En la Figura 5 - 24 se muestran las micrografías correspondientes a la sección transversal de las probetas con tratamiento térmico previo de compresión ya deformadas. Como se observa se tiene alrededor de todo el borde de la probeta una zona de óxidos que han aparecido durante el proceso de tratamiento térmico previo y que provocan la nucleación de daño durante el proceso de deformación.

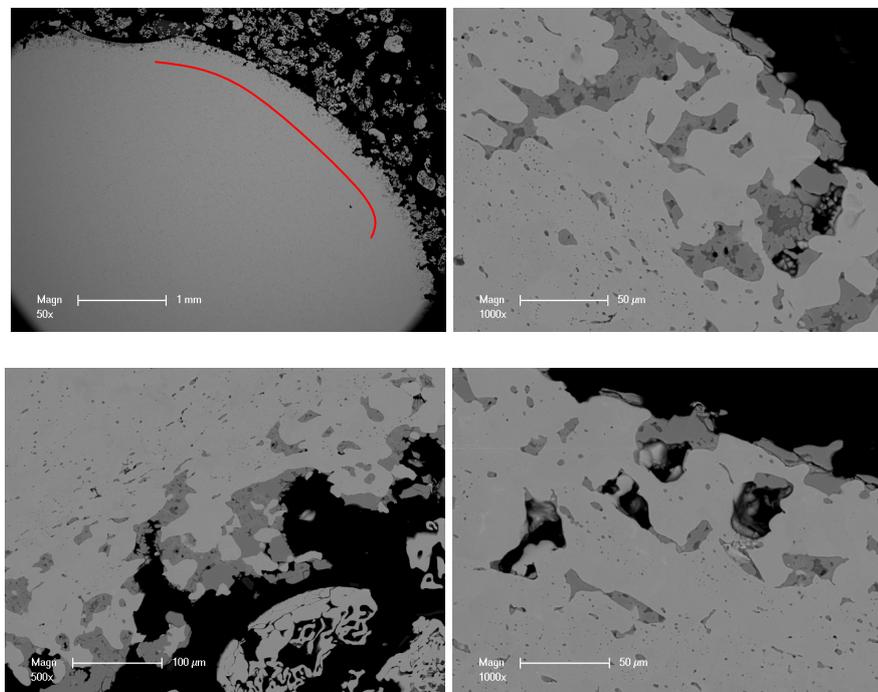


Figura 5 - 24. Micrografías de la zona de oxidación previa al ensayo de las probetas deformadas por compresión del acero CSM9

5.3.2. Parámetros microscópicos durante la deformación: Influencia de la naturaleza de las inclusiones

Los resultados de ductilidad en caliente, medida como la deformación a rotura, muestran grandes diferencias de unos aceros a otros y de unas localizaciones (exterior o interior) a otras dentro de la palanquilla o palancón (Figura 5 - 18).

De entre todos los parámetros microestructurales considerados en un trabajo previo [42] se constató que la fracción de área local, determinada por la técnica SKIZ, permitía una razonable predicción de los resultados macroscópicos de ductilidad en caliente, tal y como se muestra en la Figura 5 - 25.

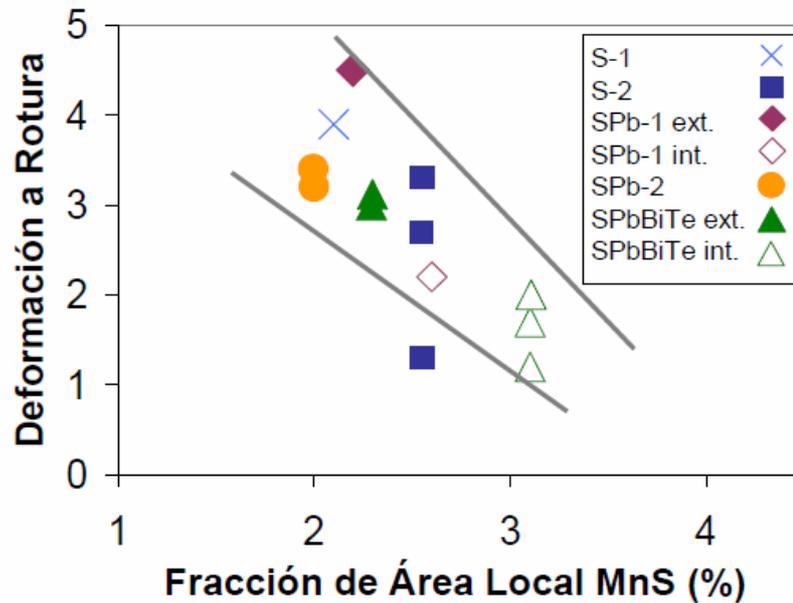


Figura 5 - 25. Fracción de Área Local MnS vs. Deformación a Rotura a $T=1150^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=1\text{ s}^{-1}$

Sin embargo, esa correlación entre un parámetro microestructural local y la deformación a rotura ε_f no podía captar todas las singularidades asociadas a los procesos, muy heterogéneas y locales, del inicio y propagación de daño a altas temperaturas en aceros resulfurados.

Por otra parte, en los procesos industriales el inicio de la formación de grietas está íntimamente asociado, tal y como quedo expuesto en el capítulo anterior, a las condiciones de “solidificación / recalentamiento / estado de tensiones y deformaciones”, de una región superficial de unos pocos milímetros de espesor.

Teniendo en cuenta todo ello, resulta necesario disponer de un mayor conocimiento sobre el papel que otros factores microestructurales, además de la propia fracción de área local, pueden ejercer en la formación y evolución de defectos. En este contexto, en los próximos apartados se van a analizar:

- Naturaleza de las inclusiones pequeñas, en cuanto a la composición química de las mismas.
- Propiedades mecánicas de las inclusiones: Nanodurezas
- Tamaño de la inclusión
- Modo de deformación

5.3.2.1. Influencia de la composición química de las inclusiones

Como se ha comentado en la revisión bibliográfica, cambios en la composición química pueden suponer cambios en la dureza de las inclusiones y ello puede introducir variaciones de comportamiento durante los trabajos de conformado en caliente, aspecto que se sugirió en el apartado anterior. Como se estudió en el apartado de la influencia de los elementos de aleación en las propiedades mecánicas de las inclusiones (5.1.1), elementos como el Cr o el Fe pueden sustituir de forma considerable los átomos de Manganeso de las inclusiones de MnS, formando compuestos del tipo (Mn,Cr)S o (Mn,Fe)S, con una dureza significativamente mayor que los MnS. El efecto de la

existencia de Cr, Fe u otros elementos en solución sólida junto a la presencia de una resistencia de matriz mayor puede estar modificando la naturaleza de la intercara matriz - inclusión, así como su deformabilidad, reduciendo las posibilidades de nucleación de cavidades por decohesión en la intercara.

Inicialmente, se comenzó por un análisis químico de las inclusiones en los equipos de microscopía electrónica de barrido (SEM y FEG-SEM), llevando a cabo un estudio tedioso de los potenciales que son necesarios utilizar para evitar que los electrones sobrepasen la profundidad de la inclusión y se tenga una contribución de la composición química de la matriz. Ésto ha sido especialmente relevante a la hora de determinar la posible existencia de Fe en solución sólida en las inclusiones de MnS. Estos estudios mencionados se muestran en la Figura 5 - 26 donde se grafica la profundidad de penetración de los electrones en función del tamaño de la inclusión y el potencial empleado. Cuanto mayor es el potencial empleado, mayor es la penetración de los electrones en el material para la determinación de un análisis químico. En la Figura 5 - 27 se muestra de manera gráfica (realizado con el software Electrón Fligth Simulation) cuál es el volumen de interacción de los electrones en la inclusión en función de distintos tamaños de la misma y de distintos potenciales. Debido a toda esta problemática, ya que es complicado evitar la interacción de la matriz, se decidió determinar la composición química de las inclusiones mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM).

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

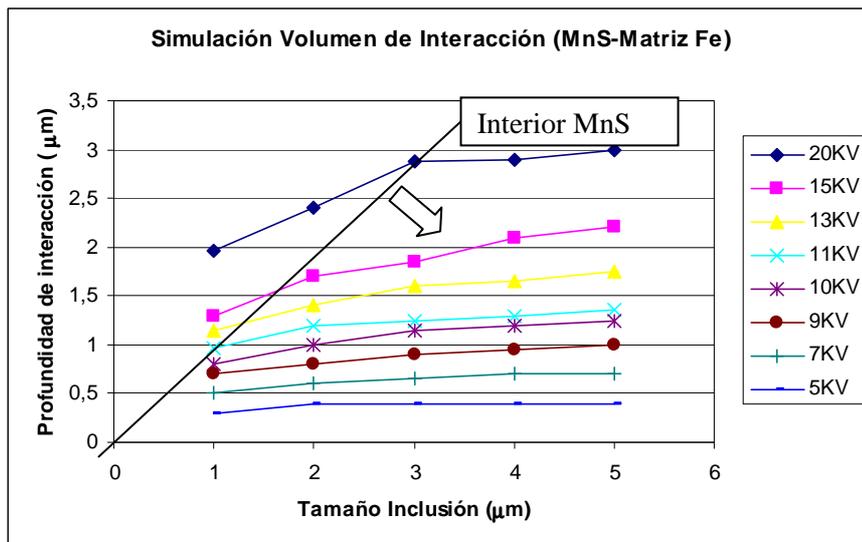


Figura 5 - 26. Profundidad de penetración de los electrones en función del tamaño de inclusión y del potencial empleado

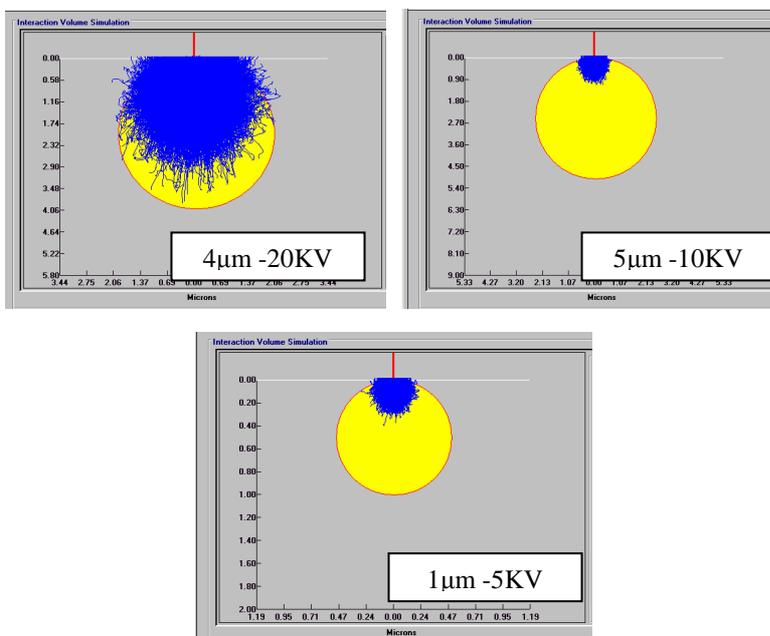


Figura 5 - 27. Volumen de penetración de los electrones en las inclusiones

En las siguientes figuras se observará la composición química de las inclusiones, que como se sabe es determinante a la hora de analizar propiedades mecánicas de las mismas. Estos análisis químicos realizados en el TEM se han realizado en la mayoría de los casos en las inclusiones más pequeñas ($\leq 1\mu\text{m}$).

En la Figura 5 - 28 se muestran las micrografías de TEM de los foils analizados para el acero AISI 303, con los correspondientes porcentajes en peso detectados en el interior de la inclusión en diferentes zonas (Tabla 5 - 1). Como se puede observar, la presencia de (Mn,Cr)S es bastante relevante, llegando incluso en algunas inclusiones y zonas a niveles similares e incluso mayores de los de Mn. Como se vio en los estudios recogidos en la bibliografía [43,44], la presencia de Cr en solución sólida en las inclusiones supondrá un aumento de la dureza de las mismas y además puede suponer un fortalecimiento de la intercara inclusión-matriz, reduciendo las posibilidades de aparición de la intercara.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

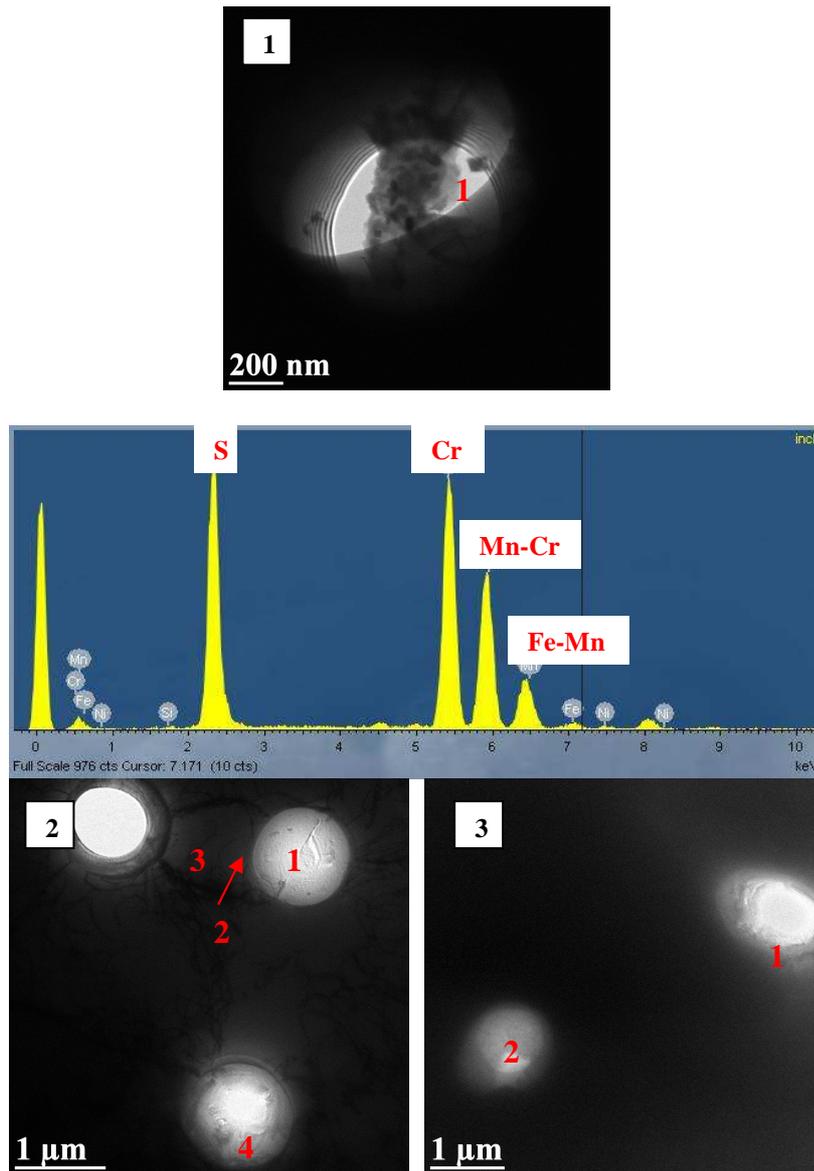


Figura 5 - 28. Micrografías y análisis de las inclusiones para los foils analizados del acero AISI 303

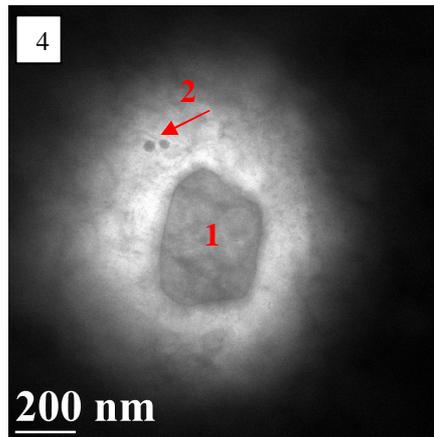
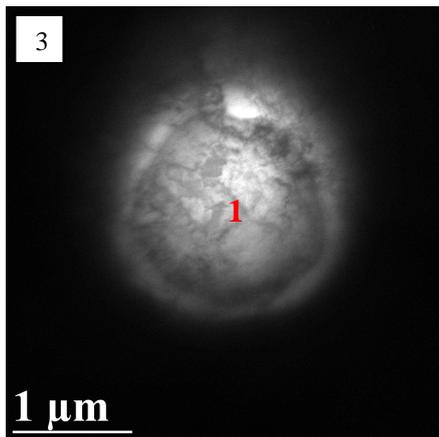
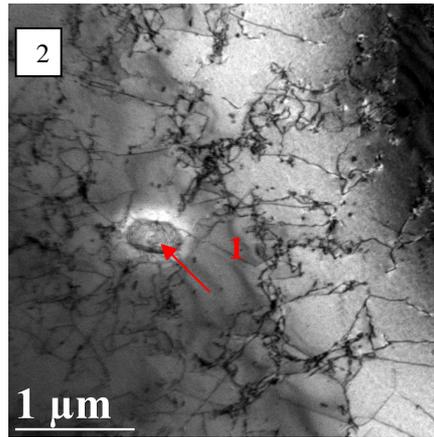
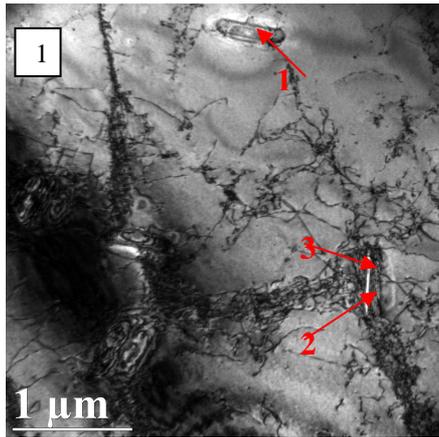
Tabla 5 - 1. Composición química de las inclusiones de las micrografías analizadas del acero AISI 303

		S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Si
MICRO 1	1	55,24	27,25	11,05	5,46	0,29	-	0,71
MICRO 2	1	63,9	16,67	19,43	-	-	-	-
	2	0,72	0,29	0,2	0,51	0,31	-	-
	3	-	13,93	-	61,42	19,32	5,33	-
	4	61,21	16,02	21,29	1,48	-	-	-
MICRO 3	1	66,29	13,38	20,33	-	-	-	-
	2	56,97	11,83	29,53	0,62	-	1,06	-

En la Figura 5 - 29 y en la Tabla 5 - 2 se muestran los resultados para el caso del acero CSM9. Como se puede observar existe una familia bastante extensa de sulfuros que se pueden encontrar en este acero. Con presencia de Mn aparecen compuestos del tipo: (Mn,Cu)S, (Mn,Fe)S y (Mn,Cu,Fe)S y sin presencia de Mn se encuentran parámetros de la forma: CuS y (Fe,Cu)S. En este acero por lo tanto, en lo que tiene que ver con la composición de las inclusiones, el hecho más significativo es la presencia de Cu en diferentes formas junto con las inclusiones de MnS. Se podría pensar que este hecho también tiene relevancia en el acero AISI 303, puesto que el % Cu en este acero (0.41% Cu) es superior al del acero CSM9 (0.2% Cu). Sin embargo, la relación $(Mn/S)_c$ crítica es inferior en el caso del acero CSM9 (2.67 es la relación crítica de este acero frente al valor de 3.65 del acero AISI 303) por lo que localmente hay más posibilidades de formación de este tipo de compuestos. Por lo tanto, el análisis anterior sugiere que en el acero AISI 303 puede haber una mayor fracción de Cu en solución sólida.

En este acero, del mismo modo que ocurría en el AISI 303, las inclusiones serán más duras que las MnS puras por tener Fe en solución sólida.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS



Continúa en la siguiente página

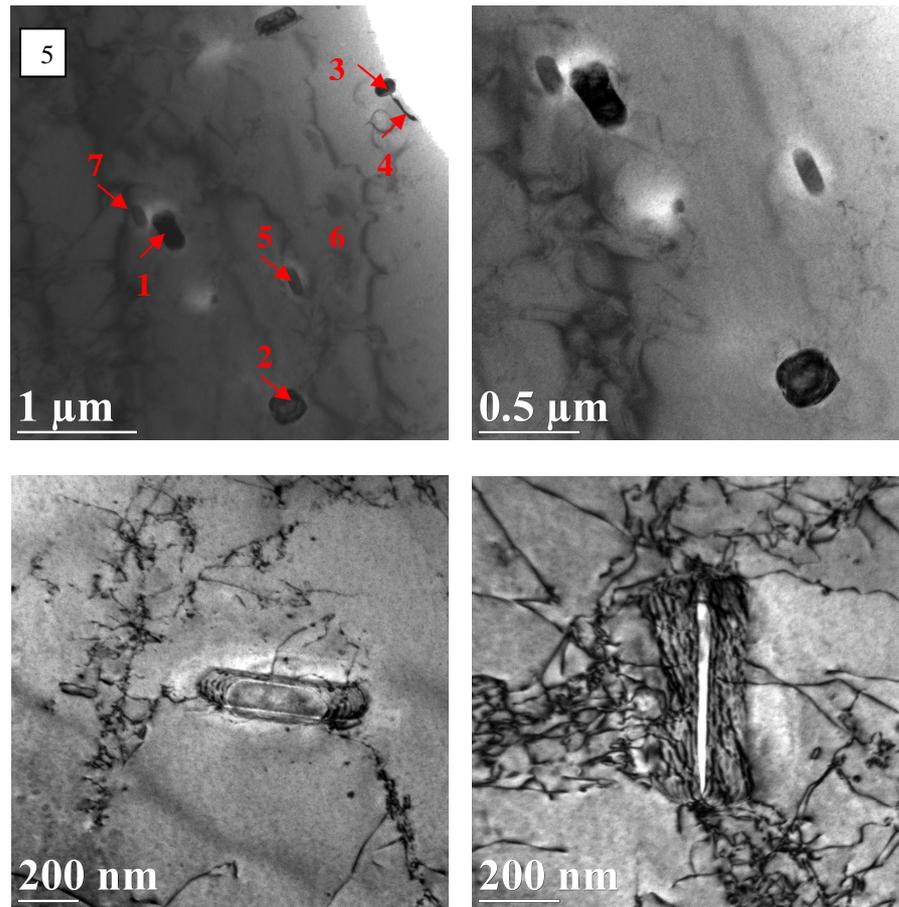


Figura 5 - 29. Micrografías de las inclusiones para los foils analizados del acero CSM9.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

Tabla 5 - 2. Composición química de las inclusiones de las micrografías analizadas del acero CSM9

		S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Si
MICRO 1	1	60,11	-	25,12	7,7	-	7,08	-
	2	34,29	-	13,51	52,2	-	-	-
	3	-	-	-	100	-	-	-
	4	65,85	-	23,93	-	-	10,22	-
MICRO 2	1	39,22	12,52	-	40,34	-	7,92	-
MICRO 3	1	55,28		26,89	17,82	-	-	-
MICRO 4	1	-	-	-	100	-	-	-
	2	-	-	-	80,46	-	19,54	-
MICRO 5	1	60.27	-	20.46	7.08	-	12.18	-
	2	64.08	-	25.59	-	-	10.33	-
	3	69.33	-	-	2.96	-	27.71	-
	4		-	-	100	-		-
	5	38.72	-	-	39.82	-	21.46	-
	6		-	-	100	-		-
	7	30.5	-	-	46.7	-	22.79	-
	8		-	-	100	-		-

En la Figura 5 - 30, Figura 5 - 31 y en la Tabla 5 - 3 se presentan los resultados para el acero SPb-2 Z7 202. En este caso la presencia más significativa es de inclusiones (Mn,Fe)S con adiciones también de Pb. En la Figura 5 - 30 se muestra una micrografía correspondiente a este acero donde se pueden apreciar en color más oscuro las inclusiones de MnS, mientras que los puntos blancos están asociados a Pb. La presencia de Pb, principalmente unido a las inclusiones de sulfuro de manganeso supondrá una disminución de la deformabilidad de las inclusiones mejorando el proceso de mecanizado.

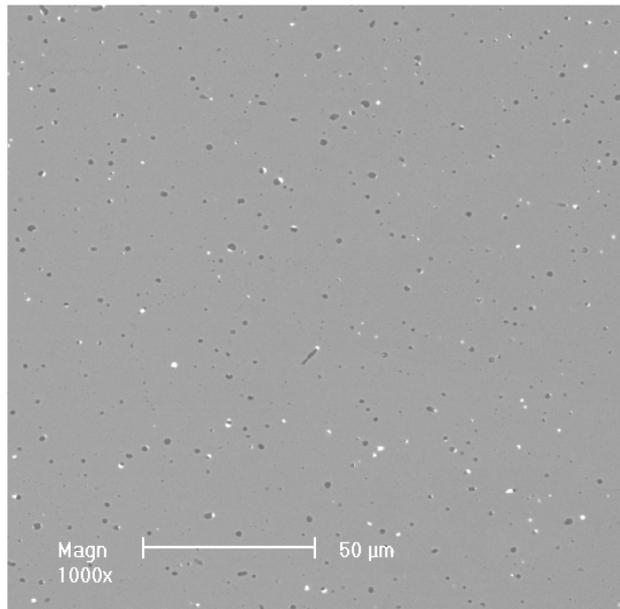
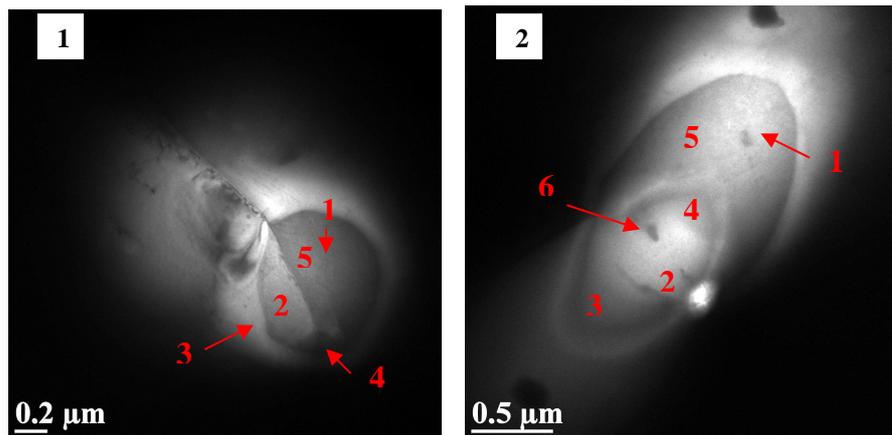


Figura 5 - 30. Micrografía del acero SPb-2 Z7 202. Los puntos oscuros se asocian a inclusiones MnS, mientras que los blancos están asociados a la presencia de Pb



Continúa en la siguiente página

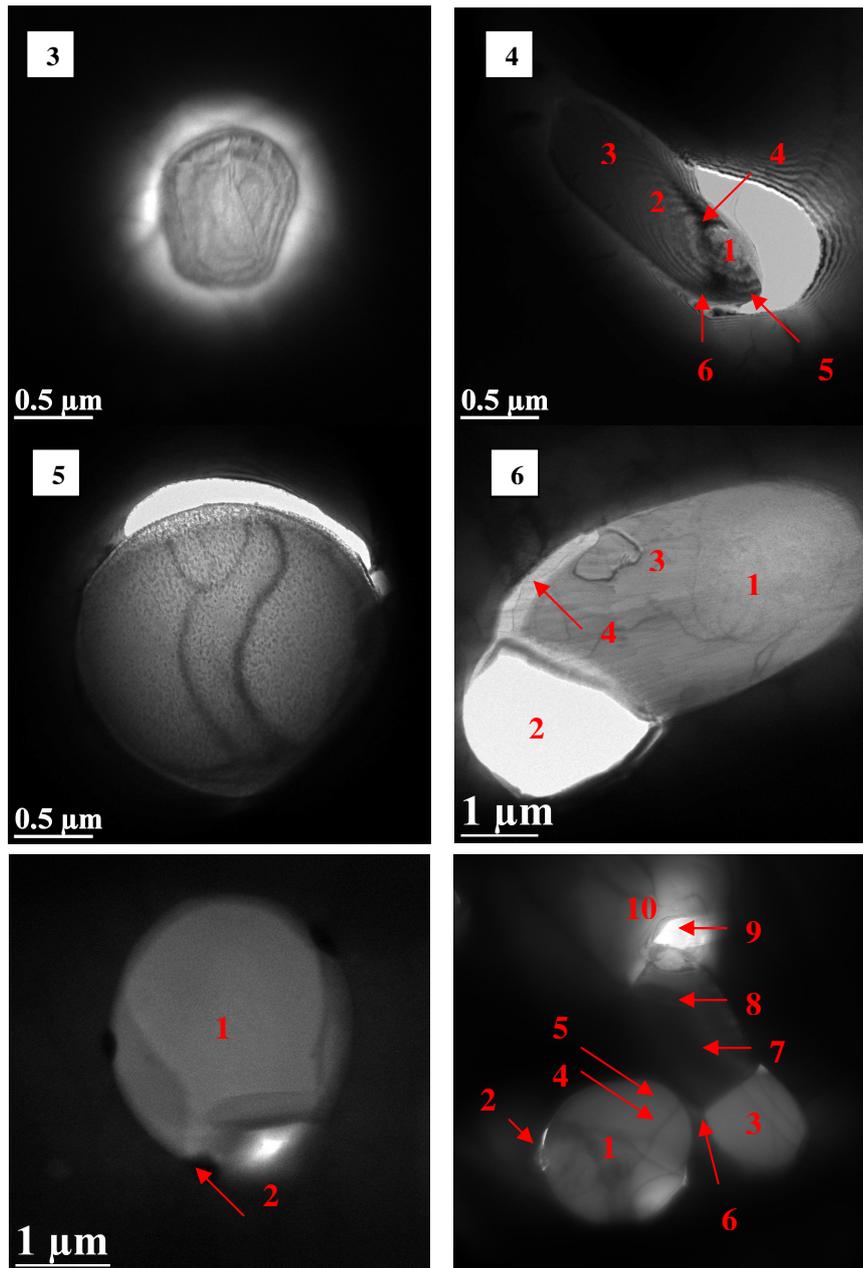


Figura 5 - 31. Micrografías de las inclusiones para los foils analizados del acero SPb-2 Z7 202

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

Tabla 5 - 3. Composición química de las inclusiones de las micrografías analizadas del acero SPb-2 Z7 202

		S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Si	Pb
MICRO 1	1	28,98	-	9,67	54,22	-	7,12	-	
	2	34,69	-	10,76	48,26	-	6,3	-	
	3	-	-	-	88,48	-	11,52	-	
	4	22,29	2,57	10,82	57,32	-	7	-	
	5	42,45	-	17,45	35,54	-	4,55	-	
MICRO 2	1	49,51	-	22,04	25,02	-	3,43	-	
	2	0,7	-	0,66	0,28	-	0,19	-	
	3	44,79	-	49,39	3,7	-	2,13	-	
	4	60,78	-	34,27	2,78	-	2,17	-	
	5	54,36	-	25,79	17,28	-	2,57	-	
	6	58,52	-	36,13	3,47	-	1,88	-	
MICRO 3	1	30,86	-	15,87	50,11	-	3,16	-	
	2	31,88	-	17,41	47,38	-	3,33	-	
MICRO 4	1	63,63	-	26,27	2,92	-	7,18	-	
	2	45,52	-	12,88	39,01	-	2,58	-	
	3	39,45	-	9,65	48,65	-	2,25	-	
	4	67,9	-	-	7,59	-	24,51	-	
	5	33,45	-	10,24	48,68	-	7,62	-	
	6	41,31	-	13,02	40,75	-	4,93	-	
MICRO 5	1	39	-	52,93	2,38	-	5,68	-	
MICRO 6	1	62,67	-	22,34	4,71	-	10,27	-	
	2	60,19	-	19,13	8,24	-	12,45	-	
	3	63,11	-	29,5	5,03	-	2,36	-	
	4	52,7	-	-	27,94	-	19,36	-	
MICRO 7	1	62,14	-	33,29	3,15	-	1,42	-	-
	2	-	-	15,23	47,26	-	8,28	-	29,24
MICRO 8	1	62,95	-	29,9	5,46	-	1,69	-	-
	2	-	-	-	87,41	-	12,59	-	-
	3	64,47	-	30,16	5,37	-	-	-	-
	4	63,16	-	30,42	5,2	-	1,22	-	-

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

5	63,39	-	30,21	5,21	-	1,19	-	-
6	-	-	-	89,24	-	10,76	-	-
7	62,93	-	31,02	4,74	-	1,3	-	-
8	63,29	-	29,64	5,46	-	1,61	-	-
9	-	-	-	100	-	-	-	-
10	-	-	-	100	-	-	-	-

En el caso de este acero SPb-2 Z7 202 también se han podido detectar algunas alineaciones de inclusiones pequeñas, como se observa en la Figura 5 - 32, donde se presentan también los análisis EDS y composición química en porcentaje en peso de la inclusión señalada.

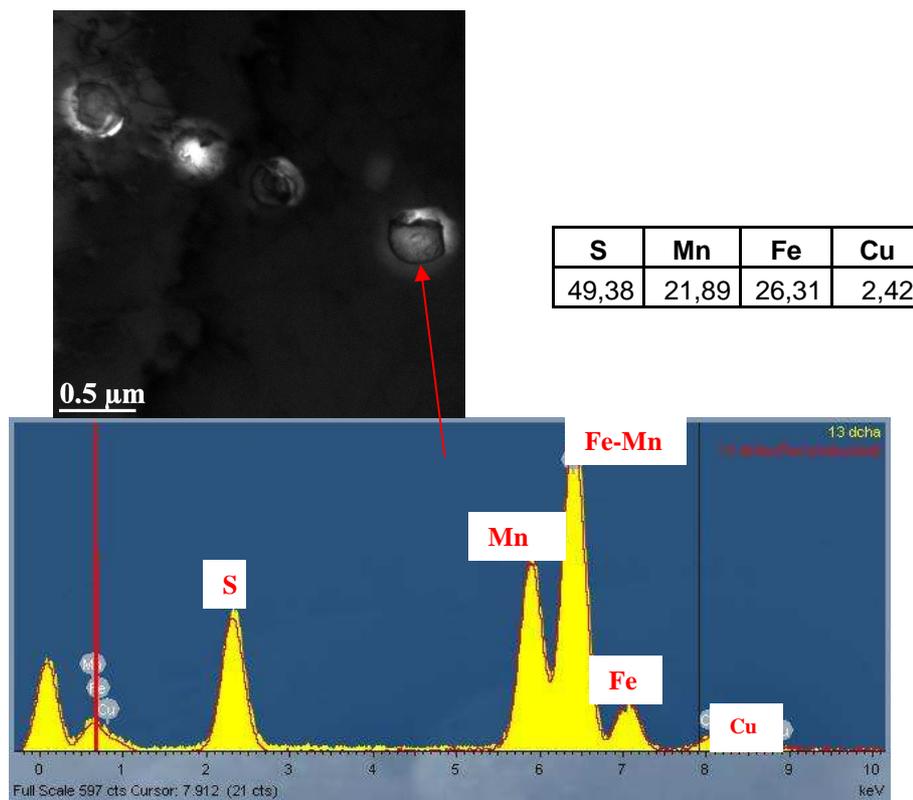
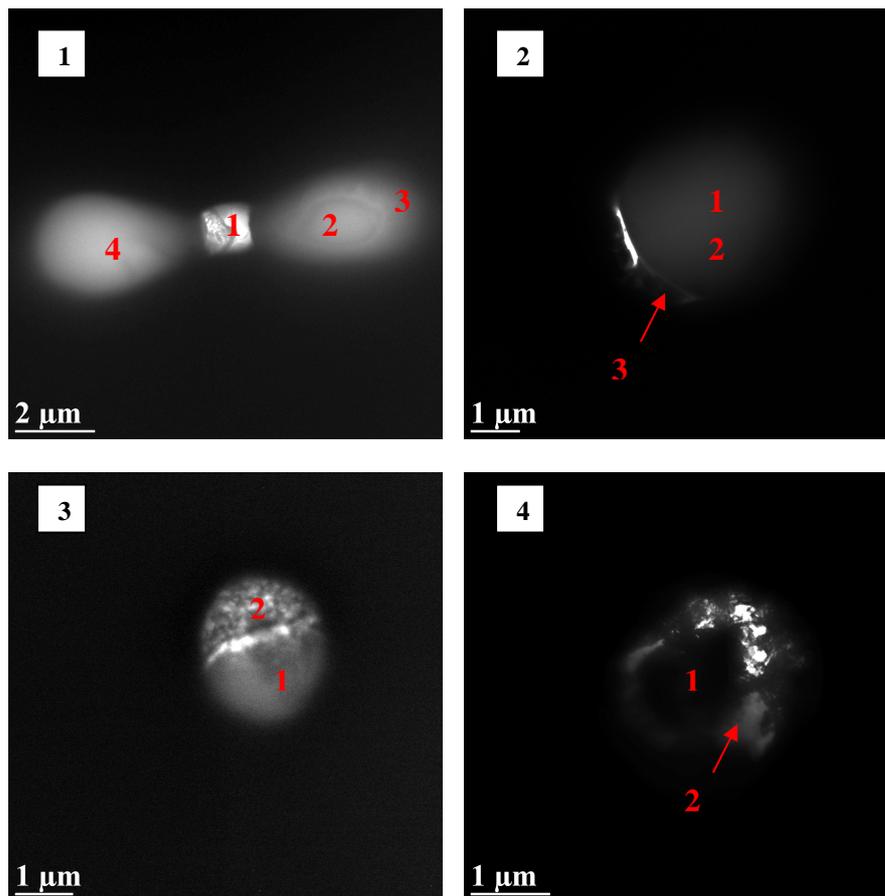


Figura 5 - 32. Alineaciones de inclusiones pequeñas (<1μm) observadas en los foils del acero SPb-2 Z7 202

En la Figura 5 - 33 y en la Tabla 5 - 4 se observan los resultados del acero SPbBiTe. En este caso, como la propia composición química del acero lo predice, también aparecen adheridos a las inclusiones elementos como el Bi y el Te, además del Pb, pero como regla general no se encuentran en solución sólida en la inclusión de sulfuro de manganeso, sino que aparecen adheridos a ella. En general de los resultados obtenidos se observa una mayor afinidad del Te y del Bi por el Mn que por el azufre y además se aprecia un aumento del contenido en Bi cuando el contenido en Cu aumenta.



Continúa en la siguiente página

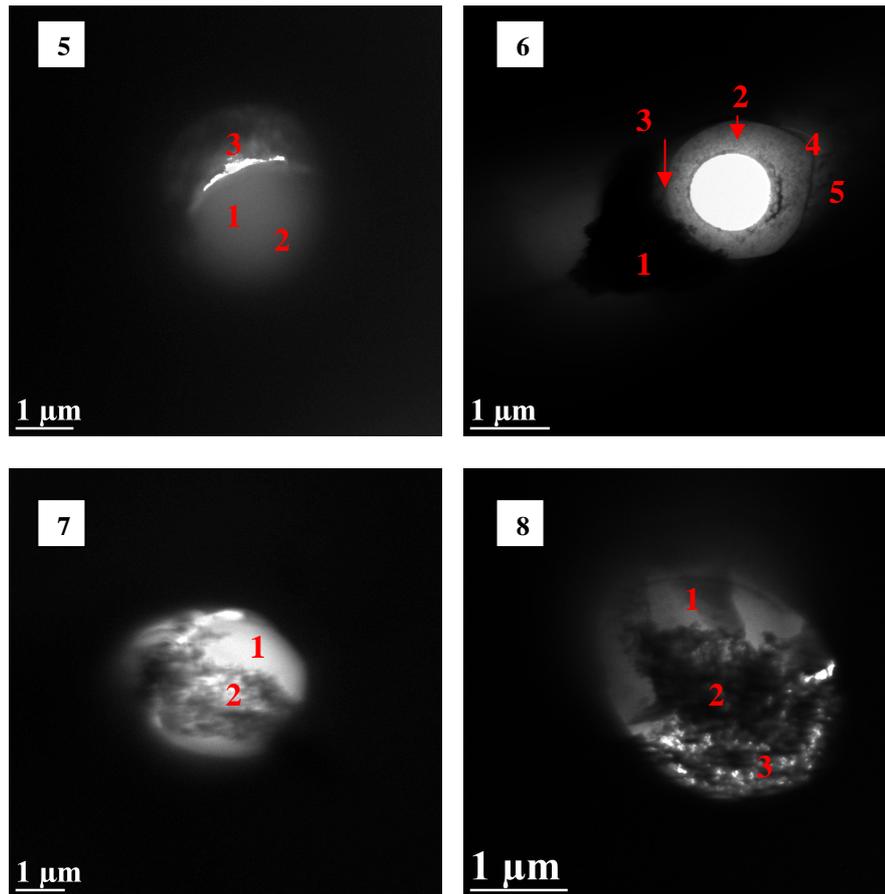


Figura 5 - 33. Micrografías de las inclusiones para los foils analizados del acero SPbBiTe

Tabla 5 - 4. Composición química de las inclusiones de las micrografías analizadas del acero SPBiTe

		S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Te	Pb	Bi
MICRO 1	1	-	-	-	54,53	-	23,18	-	22,29	-
	2	60,68	-	36,52	1,11	-	1,69	-	-	-
	3	50,22	-	32,55	14,71	-	2,52	-	-	-
	4	61,11	-	36,93	0,81	-	1,11	-	-	-
	5	62,62	-	35,55	0,88	-	0,95	-	-	-
MICRO 2	1	52,71	-	44,69	1,27	-	1,33	-	-	-
	2	50,34	-	46,65	1,34	-	1,68	-	-	-
	3	-	-	39,27	15,81	-	4,78	37,65	2,5	-
MICRO 3	1	20,95	-	32,66	39,01	-	5,51	-	-	1,86
	2	-	-	-	64,96	-	9,81	-	-	25,24
MICRO 4	1	30,81	-	34,35	10,18	-	4,74	-	-	19,91
	2	39,11	-	51,85	4,89	-	2,74	-	-	1,41
MICRO 5	1	54,45	-	41,76	2,03	-	1,75	-	-	-
	1b	53,91	-	43,16	1,37	-	1,57	-	-	-
	2	50,84	-	45,18	2	-	1,98	-	-	-
	3	-	-	-	38,98	-	14,67	-	-	46,35
MICRO 6	1	-	-	12,89	42,43	-	4,81	37,97	-	1,9
	2	63,62	-	29,96	1,48	-	4,93	-	-	-
	3	47,61	-	20,62	22,58	-	2,15	7,04	-	-
	4	41,92	-	52	2,46	-	3,62	-	-	-
	5	14,34	-	26,61	54,05	-	-	-	-	-
MICRO 7	1	49,15	-	46,95	1,63	-	2,27	-	-	-
	2	27,45	-	29,34	12,27	-	13,69	-	-	17,26
MICRO 8	1	47,2	-	46,14	2,12	-	4,54	-	-	-
	2	26,93	-	35,02	10,31	-	6,68	-	-	21,07
	3	-	-	-	32,67	-	14,69	-	-	52,63

En resumen, los resultados obtenidos de los análisis mediante TEM confirman que las inclusiones de pequeño tamaño ($\leq 2\mu\text{m}$) no se tratan de sulfuros de Mn puros. La presencia de Fe es muy habitual, con unos contenidos que en algunos casos se aproximan al 50%, y que claramente indican de acuerdo con lo expuesto en la Figura 5 - 2 y en la Tabla 5 - 2 que estas inclusiones pequeñas van a poseer una dureza significativamente mayor que los MnS puros. Otro tanto puede indicarse con relación a la presencia de Cr en las inclusiones del acero AISI 303.

Por otra parte, en los aceros procedentes de la ruta EAF se constata la intervención del Cu. Además del efecto de este elemento como posible factor segregador en juntas de grano de acuerdo con lo indicado en el Capítulo 4, los resultados de la Tabla 5 - 2, indican que parte del Cu está precipitado en forma de (Mn,Cu)S. De acuerdo con Liu et al. [2], la presencia de Cu en las inclusiones de MnS estaría favorecido por una mayor velocidad de enfriamiento durante la solidificación. En cambio, enfriamientos más lentos facilitarían la presencia de MnS. Esto coincidiría con los resultados observados donde el Cu aparece fundamentalmente asociado a partículas pequeñas.

5.3.2.2. Propiedades mecánicas de las inclusiones: nanodurezas

Como se ha visto en el apartado anterior, debido a que la composición de las inclusiones está directamente relacionada con la dureza de las mismas se han realizado mediciones de nanodureza que permitan establecer una relación con la composición de las inclusiones y además determinar si puede existir un endurecimiento de las inclusiones por deformación. En la Figura 5 - 34 se muestra un ejemplo de los valores de dureza obtenidos a las distintas profundidades de penetración, así como la micrografía de la nanoindentación en la inclusión obtenida mediante microscopía de fuerza atómica. No se han observado la aparición de grietas dentro de la inclusión debido a la indentación, lo que sugiere un comportamiento dúctil de la propia inclusión durante los procesos de deformación.

Como ya se comento en las técnicas experimentales del presente capítulo, se han considerado los valores a una profundidad de contacto de 200nm, ya que a estos valores el valor de la dureza comienza a ser estable y es todavía un valor de profundidad lo suficientemente pequeño para evitar la interacción de la matriz. Debe señalarse que las indentaciones se han realizado sobre inclusiones de tamaño mayor a 2-3 μm .

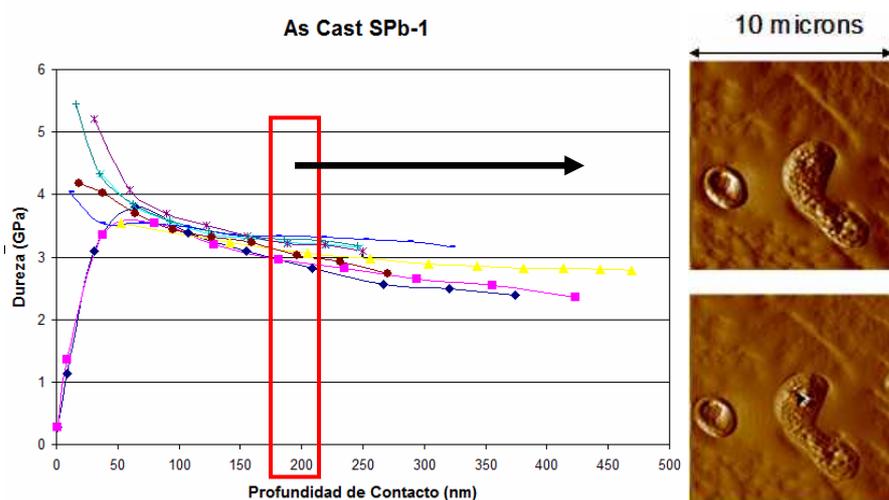


Figura 5 - 34. Dureza de las inclusiones de MnS a diferentes profundidades de contacto y micrografía de la indentación

La Tabla 5 - 5 muestra la nanodureza a temperatura ambiente de las inclusiones analizadas de las probetas de los aceros correspondiente a la condición as-cast, es decir, directamente de colada. En la tabla también se presentan los valores de relación de aspecto de las inclusiones de MnS deformadas por torsión a $\epsilon=2$ (deformación nominal del ensayo). Considerando el error, se observa cómo los valores de nanodureza correspondientes a los aceros AISI 303 y SPb-1 son de 3.27 y 3.10 GPa respectivamente, mientras que las inclusiones del acero S1 tiene un valor de la nanodureza de 2.8 GPa. Teniendo en cuenta el efecto del Cr en solución sólida dentro de las inclusiones del acero AISI 303 (como ya se ha visto en el apartado anterior), es lógico

considerar que la dureza de las inclusiones de este acero va a ser mayor que las del acero S1. Se verá además en el apartado siguiente como a condiciones similares de deformación (sobre todo a las deformaciones más altas), el alargamiento de las inclusiones del acero S1 es mayor, hecho que se puede relacionar directamente con su menor dureza. Estos valores se ajustan bien a los mostrados en bibliografía [45]. Además como se observa en la Tabla 5 - 5, el alargamiento de las inclusiones, medido a través del parámetro relación de aspecto normalizado, de las inclusiones procedentes del acero S1 es mayor que para el resto de aceros, lo que concuerda por tanto con los resultados de dureza.

Por otra parte, para el caso del acero SPb-1 hay que tener en cuenta que el Pb interacciona con el alargamiento que pueden tener las inclusiones, como se verá más adelante, por lo que su valor de deformación es bastante inferior. Es por este motivo que a pesar de tener una dureza similar al AISI 303 temperatura ambiente, el comportamiento durante la deformación en caliente es distinto.

Tabla 5 - 5. Valores de relación de aspecto normalizado de las inclusiones en los ensayos de torsión a la deformación 2

		AISI 303	SPb-1	S1
$\epsilon=2$	Relación de Aspecto Norm.	2,24	1,88	3,09
As-cast	Nanodureza (GPa)	3.27	3.10	2.80

Por otro lado también hay que tener en cuenta que la resistencia del acero AISI 303 es superior al resto de aceros, lo que puede estar influenciando en la deformabilidad de las inclusiones. De todas formas como ya se ha comentado, se cree que el efecto del Pb es el factor más importante para explicar las diferencias en cuanto a deformación puesto que durante los procesos de conformado en caliente actúa como lubricante reduciendo la deformación de las inclusiones.

En cuanto a la dureza de la matriz (Figura 5 - 35), hay que señalar que la dureza de la matriz del AISI 303 a temperatura ambiente es similar a la de las inclusiones. Para el resto de aceros SPb-1 y S1 excepto en su situación as-cast, la matriz es martensítica, ya que se ha realizado un temple posterior a los ensayos con deformación. Por este motivo, en estos casos se tiene en la mayoría de los casos una resistencia de la matriz más elevada que la de sus respectivas inclusiones.

En general los valores de nano-dureza de las inclusiones tienen un valor de 3GPa para casi todos los casos, valor que corresponde adecuadamente a los resultados bibliográficos de las inclusiones con elementos en solución sólida en su interior. Hay que señalar que dado que no ha sido posible realizar la medición de la nano-dureza de las inclusiones en caliente con los equipos disponibles, no se ha podido establecer una predicción de la nano-dureza de las inclusiones a alta temperatura. Se conoce de los resultados bibliográficos [4,6] que el aumento de la temperatura supone una disminución de la dureza de las inclusiones.

Se han medido también valores de nanodureza sobre inclusiones deformadas a distintos niveles de deformación. Como se observa en la Figura 5 - 35, la dureza se mantiene constante con ligeras variaciones, lo que indica que no hay un endurecimiento de la inclusión durante la deformación. Esto corresponde con los resultados obtenidos por otros investigadores [46].

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

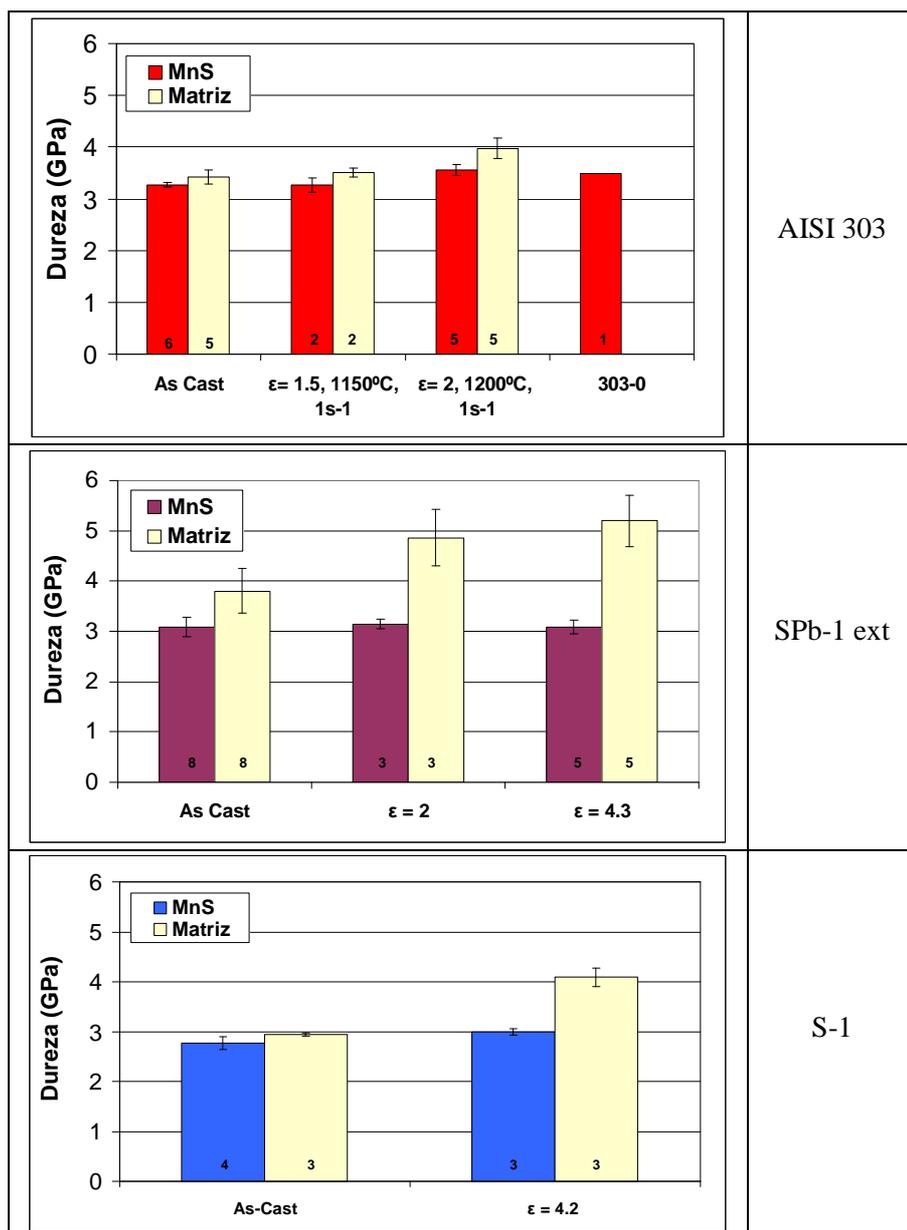


Figura 5 - 35. Nanodureza a temperatura ambiente de inclusiones de MnS a niveles crecientes de deformación

5.3.2.3. Influencia del tamaño de inclusión en las relaciones de plasticidad inclusión-matriz

En las micrografías de las probetas ensayadas hasta un nivel dado de deformación es posible observar diferencias notables en los alargamientos de unas inclusiones con respecto a otras. Uno de los posibles parámetros que pueden intervenir en su deformabilidad es el propio tamaño de la inclusión. En este apartado se va a analizar ese aspecto así como la influencia del mismo en las relaciones de plasticidad inclusión-matriz. La Figura 5 - 36 muestra la relación de aspecto en función del tamaño de la inclusión de los aceros SPb1-ext y SPb1-int a la deformación de $\epsilon = 1$ en los ensayos de torsión. En la Figura 5 - 37 se presenta la relación de aspecto en función de los diferentes rangos de tamaños de la inclusión. Se observa cómo la relación de aspecto de las inclusiones entre 11 y 13 μm es muy similar a aquellas inclusiones de tamaños entre 5 y 7 μm para el caso de la probeta obtenida del interior. La relación de aspecto apenas varía entre 2.2 y 3. Como se observa en la Figura 5 - 36 y Figura 5 - 37, el tamaño de la inclusión no parece afectar a la relación de aspecto de la inclusión durante los ensayos de torsión en las probetas obtenidas del interior, aunque en el caso de las obtenidas del exterior de la palanquilla se aprecia una tendencia ascendente. En el caso de los aceros SPb-1 y SPbBiTe, las probetas se han mecanizado tanto del exterior como del interior del palancón. La velocidad de solidificación en el interior de la palanquilla es baja, lo que hace que las inclusiones puedan crecer durante más tiempo, obteniendo un rango mayor de tamaños de inclusión. El tamaño medio de inclusión de las muestras sacadas del interior es mayor ($d=8\mu\text{m}$) que aquellas sacadas del exterior ($d=4\mu\text{m}$). Como se ha observado, al comparar la relación de aspectos de unas u otras no se observan grandes diferencias, las inclusiones de menor y de mayor tamaño se deforman hasta relaciones de aspecto similares, en algunos casos incluso son las inclusiones más pequeñas las que se deforman más que las grandes.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

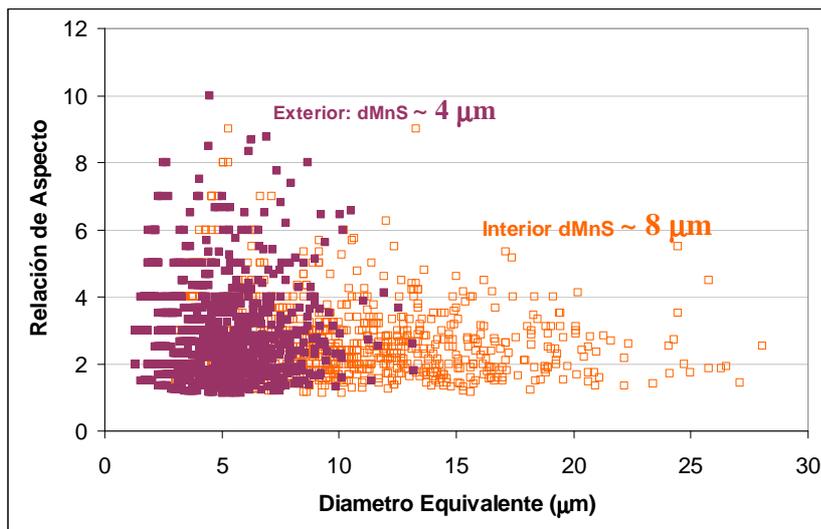


Figura 5 - 36. Relación de aspecto frente a tamaños de inclusión para el acero SPb1 durante el ensayo de torsión a $\epsilon=1$, T 1150°C y 1 s^{-1}

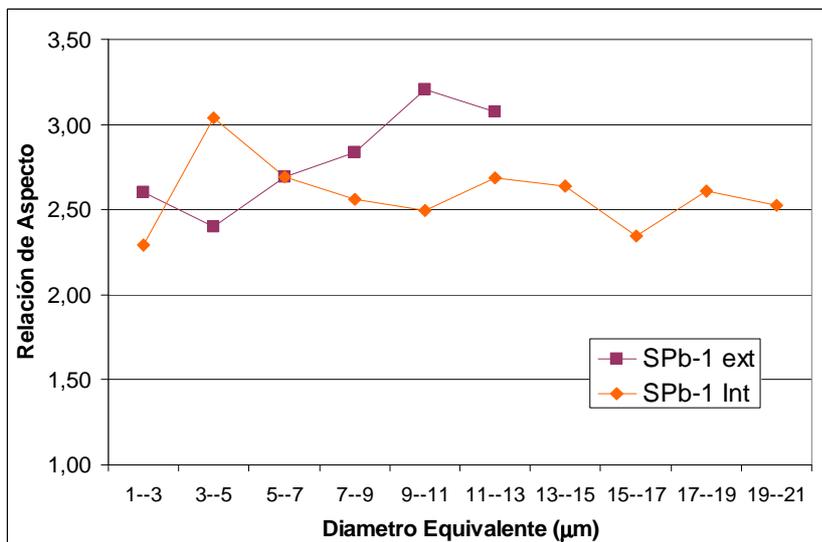


Figura 5 - 37. Relación de aspecto media frente a diferentes rangos de tamaño de inclusión para el acero SPb1 durante el ensayo de torsión a $\epsilon=1$, T 1150°C y 1 s^{-1}

Por otro lado, en lo que se refiere a los ensayos de compresión para el acero CSM9, la relación de aspecto de las inclusiones deformadas hasta $\epsilon=1$ en las muestras extraídas del interior ($d_{MnS}=3 \mu\text{m}$) es mayor que en las del exterior ($d_{MnS}=2 \mu\text{m}$). En cualquier caso, como se muestra en la Figura 5 - 38, tanto las inclusiones más grandes como las más pequeñas son capaces de deformarse hasta los mismos valores de relación de aspecto.

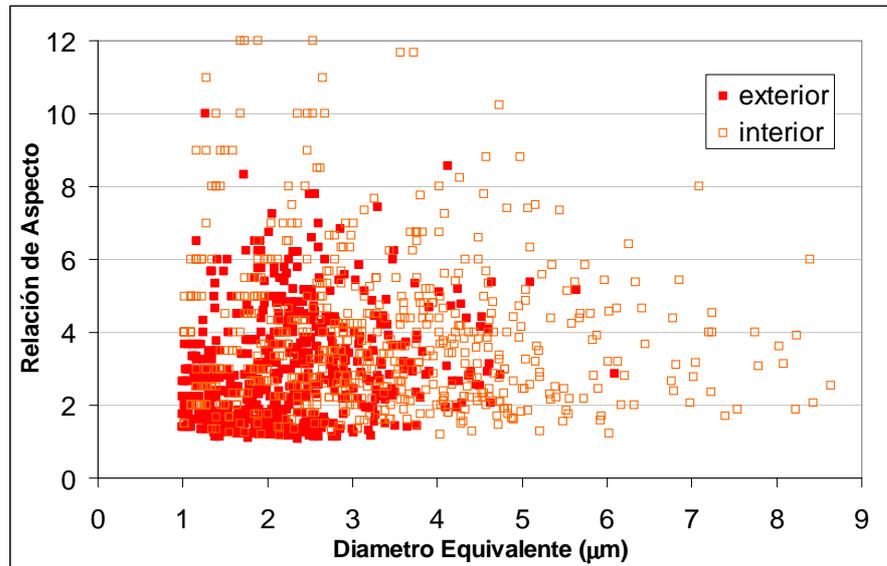


Figura 5 - 38. Relación de aspecto frente a tamaños de inclusión para el acero CSM9 durante el ensayo de compresión a $\epsilon=1$, $T 1150^{\circ}\text{C}$ and 1 s^{-1}

En la Figura 5 - 39 se indica la relación de aspecto media de las inclusiones medida en distintos rangos de tamaño para el acero CSM9 durante el ensayo de compresión. Los valores medios indican, en el caso de las muestras extraídas del interior que, excepto para diámetros pequeños, en el resto de los casos no hay influencia clara del tamaño de la inclusión en su deformabilidad. En cambio, el comportamiento resulta completamente diferente en las muestras mecanizadas de las proximidades de la periferia de la palanquilla. En este caso, hay un incremento en la relación de aspecto cuando el tamaño de la inclusión

aumenta. Las diferencias de alargamiento observadas para inclusiones de igual tamaño pero localizadas en zonas distintas, pueden ser debidas a las diferencias en la naturaleza de cada inclusión ya que proceden de velocidades de solidificación distintas.

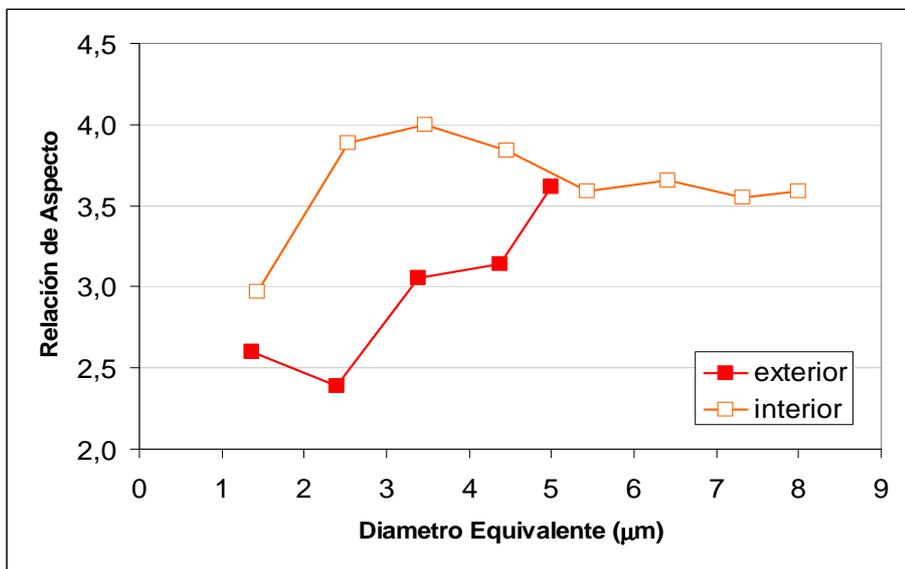


Figura 5 - 39. Relación de aspecto frente a diferentes rangos de tamaño de inclusión para el acero CSM9 durante el ensayo de torsión a $\epsilon=1$, T 1150°C and 1 s^{-1}

En la Figura 5 - 40 se muestra la evolución de la relación de aspecto frente al tamaño de inclusión también para el acero CSM9, a niveles de deformación similares pero para diferentes modos de deformación. En la figura se incluyen datos procedentes de ensayos de torsión, compresión así como laminación industrial de la palanquilla. En los dos primeros casos la deformación se aplicó a 1150°C mientras que en la prueba industrial fue a 1090°C. Hay que señalar que en el caso de los ensayos de torsión y compresión, las probetas están extraídas de la zona exterior de la palanquilla. En la Tabla 5 - 6 se puede ver además una caracterización de estas inclusiones (diámetro equivalente medio y relación de aspecto) para los distintos modos. En

el caso de la condiciones de laminación las medidas están realizadas en la dirección longitudinal y en la transversal a la dirección de laminación. Como se puede observar la relación de aspecto en los ensayos de torsión no cambia significativamente con el tamaño de la inclusión. Por otra parte, bajo el estado de compresión, las inclusiones más grandes tienen una deformación mayor que las más pequeñas. Estos resultados resultan comparables con los obtenidos para las inclusiones deformadas por laminación (con un 45% de reducción a 1090°C), siendo las deformaciones de las inclusiones más pequeñas similares a las obtenidas en los ensayos de compresión. Hay que destacar que a partir de cierto valor de tamaño de la inclusión (6 μm) la relación de aspecto se mantiene prácticamente constante.

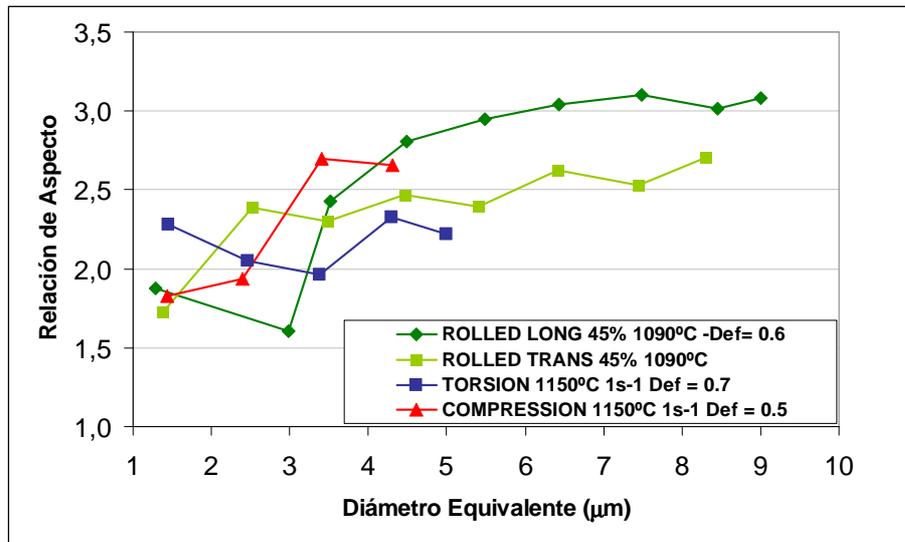


Figura 5 - 40. Relación de aspecto frente a tamaño de inclusión para el acero CSM9 con diferentes modos de deformación

Tabla 5 - 6. Caracterización de valores medios de inclusiones de MnS para diferentes modos de deformación

	Material Laminado		Ensayo de Torsión	Ensayo de Compresión
Deformación	R=45%-->e=0.6		0.7	0.5
	<i>Long</i>	<i>Trans</i>		
Diám.Equivalent medio (μm)	3.4	3.2	2.1	1.90
Relación de Aspecto	2.38	2.21	2.05	1.92

En resumen, si bien no tiene lugar de forma generalizada, se observa que en algunos casos las inclusiones más pequeñas muestran una menor deformabilidad, independientemente del modo de deformación aplicado. Como se señaló anteriormente, los datos de la Figura 5 - 39 sugieren que además del tamaño, la propia naturaleza de la inclusión puede interferir.

En las Figura 5 - 41, Figura 5 - 42 y Figura 5 - 43 se muestran los resultados de relación de aspecto, deformación de la inclusión y plasticidad relativa normalizada en función de la deformación total en los ensayos de torsión. En estas gráficas se mostrarán además los resultados de trabajos anteriores [42] .

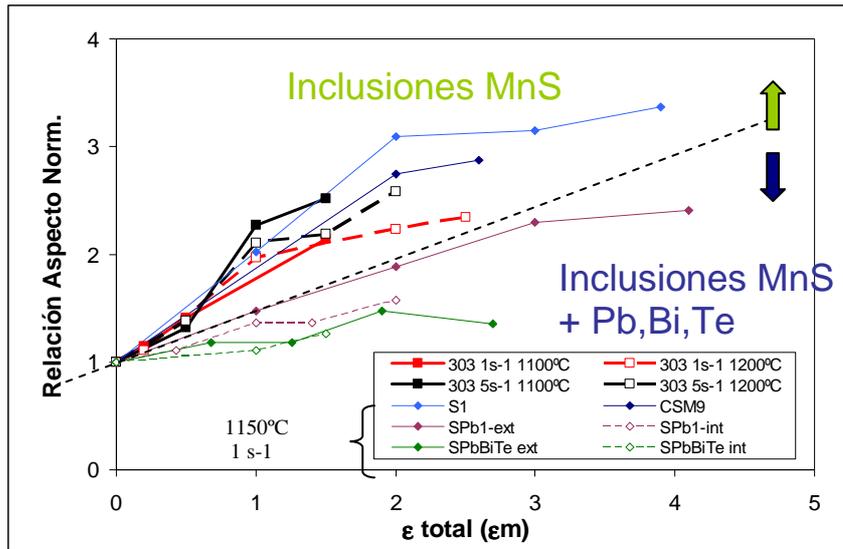


Figura 5 - 41. Relación de aspecto normalizado de inclusiones de MnS frente a la deformación total en los ensayos de torsión

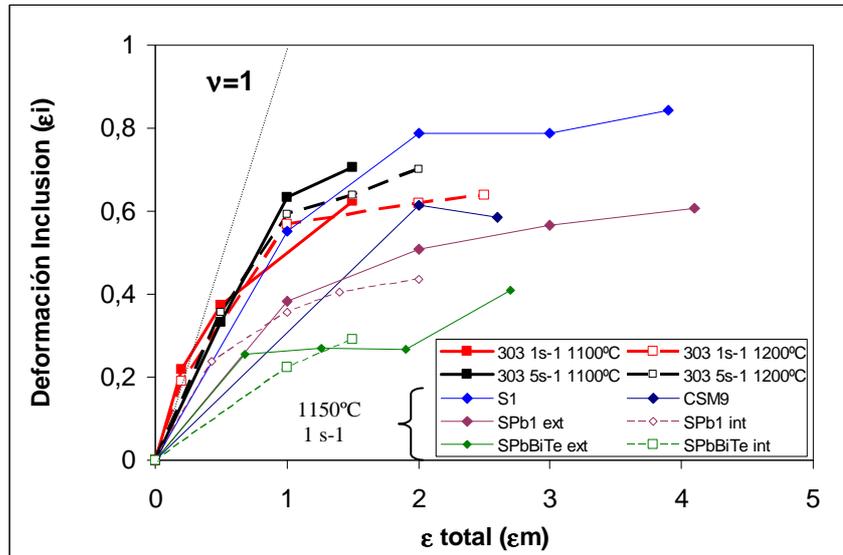


Figura 5 - 42. Deformación normalizada de inclusiones de MnS frente a la deformación total en los ensayos de torsión

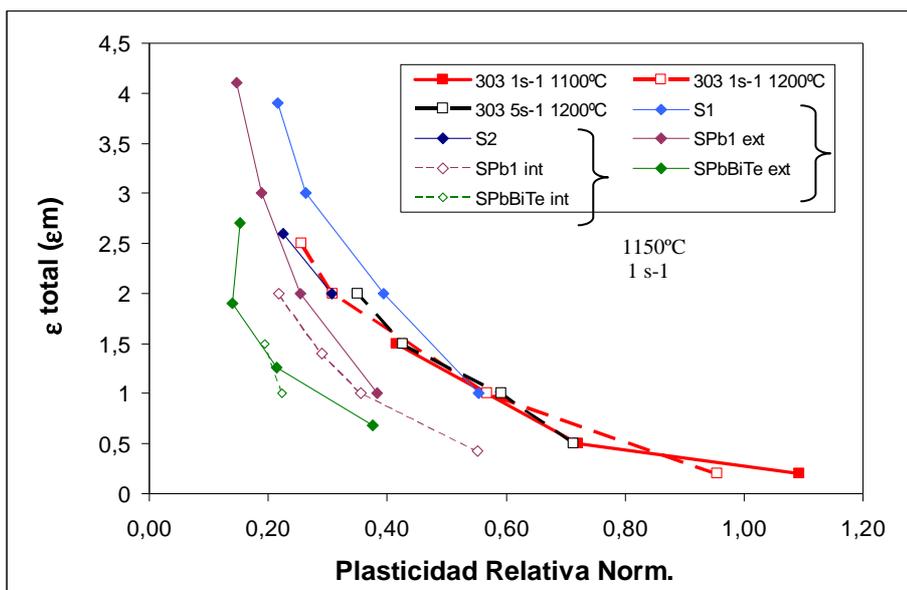


Figura 5 - 43. Deformación total en los ensayos de torsión frente a la plasticidad relativa normalizada de inclusiones de MnS

La Figura 5 - 41 muestra la relación de aspecto de las inclusiones en función de la deformación macroscópica total desde la situación del acero directo de colada, es decir a deformación nula, hasta la situación de rotura del mismo. Las inclusiones del acero inicial son en general esferas en su mayoría pero al no tener una forma esférica perfecta en algunas ocasiones, los valores de relación de aspecto se han corregido con el valor de relación de aspecto inicial, denominándola relación de aspecto normalizada. Se observa que en todos los aceros la relación de aspecto normalizada aumenta a medida que aumenta la deformación macroscópica total. Por otra parte, el comportamiento en deformación de las inclusiones puede dividirse en dos grupos dependiendo de la composición del acero. Por un lado, se tienen aquellas inclusiones que provienen de aceros que contienen elementos de aleación, como son el Pb, Bi y Te. Estos elementos disminuyen la fricción en la intercara ya que actúan como lubricantes, reduciendo por consiguiente la deformabilidad de las inclusiones [16]. Por esta razón, la relación de aspecto de este grupo se encuentra en la parte inferior de la Figura 5 -

41. Por otro lado, se encuentran las inclusiones que provienen de los aceros que solo han sido aleados con S. Estas inclusiones de MnS poseen una plasticidad relativa mayor que las anteriores por lo que su alargamiento es superior a las mismas. En todos los casos como ya se ha comentado se puede ver como a medida que aumenta la deformación aplicada, la deformación de las inclusiones es mayor. Hay que destacar que el acero AISI 303 (con matriz de naturaleza distinta) también encaja dentro de esta subdivisión por grupos, por lo que al no contener ningún tipo de microaleante que pueda actuar como lubricante, se encuentra dentro del grupo con mayores deformaciones de las inclusiones. Hay que comentar que para el caso del acero AISI 303 donde se tienen condiciones de temperatura y velocidades de deformación variables (1100-1200°C, 1-5s⁻¹), no se han detectado diferencias demasiado significativas o que sigan una tendencia clara en cuanto al nivel de relación de aspecto de las inclusiones deformadas. De todas formas, parece deducirse que una mayor velocidad de deformación incrementa el grado de deformación de la inclusión bajo condiciones de alta deformación total ϵ . Para $\epsilon < 1$ las diferencias son prácticamente inexistentes.

La Figura 5 - 42 grafica la relación existente entre la deformación de las inclusiones (obtenida con las ecuaciones de la Tabla 5 - 4) y la deformación macroscópica total ϵ . Como se observa, la deformación de las inclusiones a las condiciones ensayadas (1s⁻¹, 1100-1150-1200°C) es menor que la deformación de la matriz para todos los aceros. Esto significa que a estas condiciones, el valor de plasticidad es menor que la unidad ($v < 1$). De forma similar a lo observado en la figura anterior, mientras que valores de deformación aplicada inferiores a $\epsilon < 1-1.5$ la relación entre la deformación macroscópica y la de las inclusiones en casi lineal, para $\epsilon_{total} > 2$ se aprecia una clara disminución de la deformación de la inclusión. Esto mismo se manifiesta en la Figura 5 - 43. Esta figura muestra la relación entre la deformación macroscópica total ϵ y la plasticidad relativa normalizada (obtenida con las ecuaciones de la Tabla 5 - 4). La Figura 5 - 43 muestra como el valor de plasticidad relativa disminuye con el aumento de la deformación macroscópica. Se observa además cómo a una determinada deformación, dependiendo del acero, la plasticidad relativa

de las inclusiones puede ser muy distinta. Por ejemplo, a la deformación $\varepsilon=1$ los valores de plasticidad relativa normalizada de aquellos aceros que contienen Pb o Bi como elementos de aleación son bastante menores que los valores del resto de aceros.

Debe tenerse en cuenta que a medida que aumenta la deformación aplicada, la inclusión se va alargando en la dirección del flujo plástico. Ello origina un aumento de la superficie de la intercara entre la inclusión y la matriz. Según Baker [47] este alargamiento de la inclusión conduce a que el acero de la matriz se encuentre más constreñido por la fricción existente en la intercara inclusión/matriz. Ello origina una menor deformación del acero circundante a la inclusión que se traduce en una menor deformación de éste. Un comportamiento similar predicen Luo y Stahlberg [48] y Ervesti y Stahlberg [49] al realizar simulaciones por elementos finitos de la deformación durante la laminación en caliente de un acero con inclusiones en su interior: a medida que se incrementa el valor de la reducción constatan las diferencias entre las deformaciones de la matriz y de la inclusión.

En las figuras anteriores se han expuesto medidas obtenidas a partir de ensayos de torsión donde el modo de deformación es cortadura pura. Con objeto de evaluar si hay diferencias en la plasticidad de las inclusiones, las Figura 5 - 44 y Figura 5 - 45, muestran los resultados de relación de aspecto y deformación de la inclusión de los ensayos realizados en el dilatómetro para los materiales CSM9 y AISI 303, es decir para un modo de deformación por compresión. Con el objetivo de evitar la influencia del grano columnar, los resultados presentados para el caso del acero AISI 303, son los correspondientes a las probetas de compresión en dirección transversal.

Como se puede comprobar en la Figura 5 - 44 y como ya se mencionó al estudiar la influencia del diámetro equivalente de las inclusiones, el tamaño de las inclusiones es un factor importante a tener en cuenta. En los resultados de la Figura 5 - 41 se constata que en el caso de los ensayos de torsión, la relación de aspecto de la inclusión no depende de su tamaño, como ya se vio en la Figura 5 - 40. La relación de aspecto de las inclusiones más grandes (probetas de los aceros SPb-1 y SPbTeBi mecanizadas del interior del palancon, $d_{MnS}=8\mu m$) es muy similar a la de las inclusiones más pequeñas (probetas mecanizadas del exterior, $d_{MnS}=4\mu m$). Sin embargo en los ensayos de compresión de la Figura 5 - 44 y Figura 5 - 45 para el acero CSM9, exceptuando las deformaciones más bajas, la relación de aspecto normalizada media de las inclusiones así como la deformación de las inclusiones obtenidas del interior ($d_{MnS}=3\mu m$) es mayor que la de las obtenidas del exterior ($d_{MnS}=2\mu m$). Este comportamiento puede ser debido a la influencia del modo de deformación.

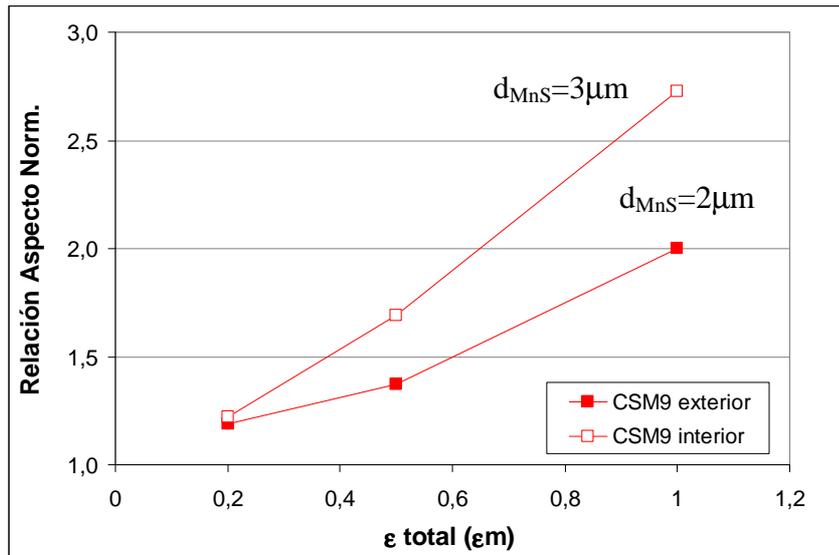


Figura 5 - 44. Relación de aspecto normalizado para los ensayos de compresión el acero CSM9 (1150°C, 1s⁻¹)

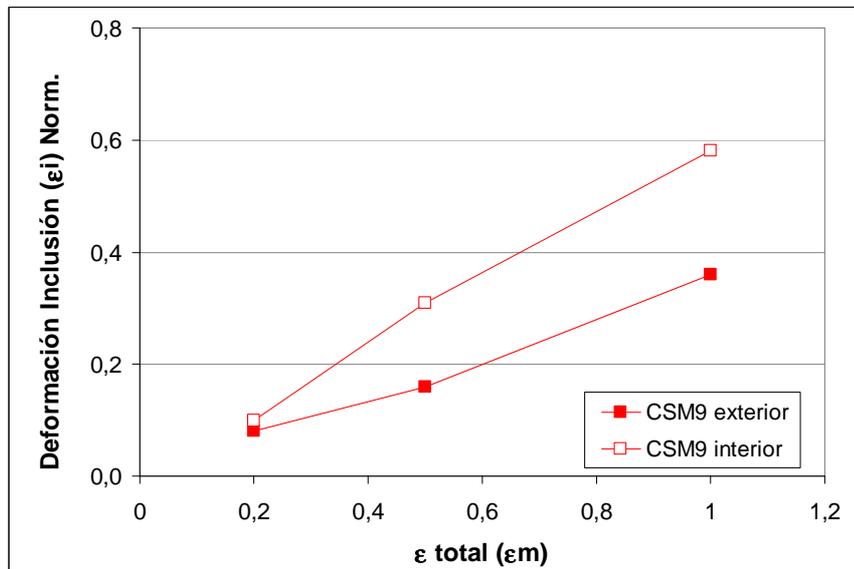


Figura 5 - 45. Deformación normalizada de inclusiones para los ensayos de compresión el acero CSM9 (1150°C, 1s⁻¹)

La Figura 5 - 46, Figura 5 - 47 y Figura 5 - 48 muestran una comparativa de la deformación de las inclusiones del acero AISI 303 en modo de deformación por compresión a diferentes temperaturas 1100 y 1200°C. Como se puede observar los parámetros relación de aspecto así como la deformación de la inclusión son mayores a la temperatura de 1100°C respecto a los obtenidos a 1200°C. Esta tendencia se hace todavía más evidente conforme aumenta el nivel de deformación. De los resultados bibliográficos [4] se conoce que la plasticidad de las inclusiones presenta un máximo a la temperatura de 900°C y a partir de esa temperatura la plasticidad es menor cuanto mayor es la temperatura, es decir, la plasticidad a 1200°C es menor que ha 1100°C. Por lo tanto, para un valor determinado de la deformación macroscópica, ésto significa que la deformación de la inclusión a 1200°C es menor que a 1100°C, que son resultados que se muestran coherentes con el presente trabajo.

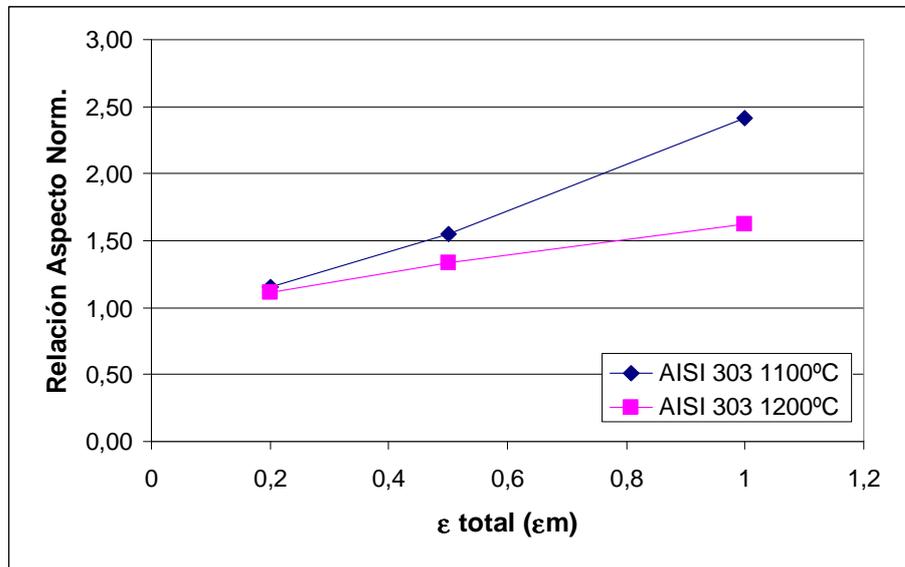


Figura 5 - 46. Relación de aspecto normalizado para los ensayos de compresión en el acero AISI 303 para probetas transversales (1100°C y 1200°C, $1s^{-1}$)

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

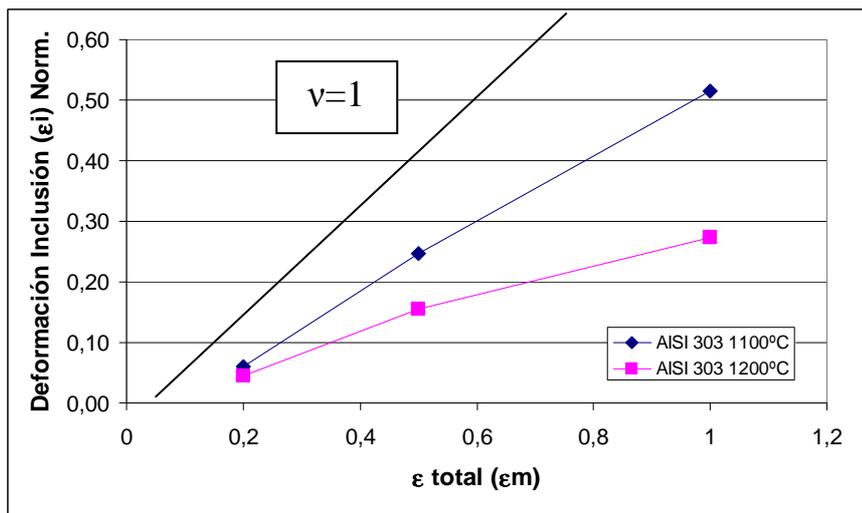


Figura 5 - 47. Deformación normalizada de inclusiones para los ensayos de compresión en el acero AISI 303 para probetas transversales (1100°C y 1200°C, 1s⁻¹)

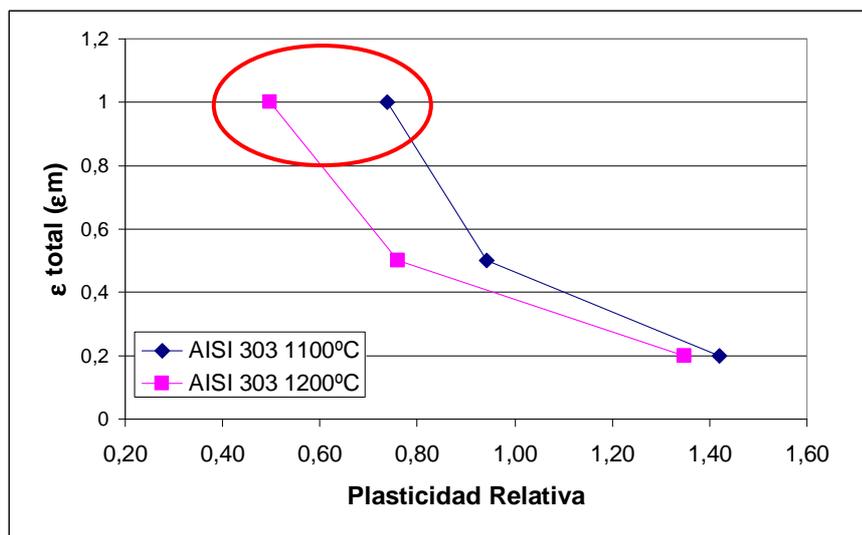


Figura 5 - 48. Deformación total frente a plasticidad relativa para los ensayos de compresión en el acero AISI 303 para probetas transversales (1100°C y 1200°C, 1s⁻¹)

En relación a los resultados de plasticidad obtenidos para el acero AISI 303 durante los ensayos de compresión se ha efectuado la comparativa mostrada en la Figura 5 - 49, que muestra el valor de plasticidad relativa frente al tamaño de la inclusión, el cual viene dado por su diámetro equivalente. Hay que tener en cuenta que los tamaños de inclusión son los valores medios de tamaño de inclusión en una misma probeta, lo que significa que las distancias respecto a la superficie de la palanquilla de las que pueden estar extraídas, son las mismas. Se puede observar que la plasticidad relativa aumenta conforme lo hace el tamaño de la inclusión, lo que significa que a un valor determinado de la deformación macroscópica, la deformación de las inclusiones más grandes será mayor. Esto evidencia la influencia de la velocidad de solidificación en la deformación de las inclusiones, ya que como se conoce de la bibliografía [4] cuando se tienen tamaños distintos debidos a velocidades de solidificación diferentes, la plasticidad disminuye con el aumento de tamaño de inclusión.

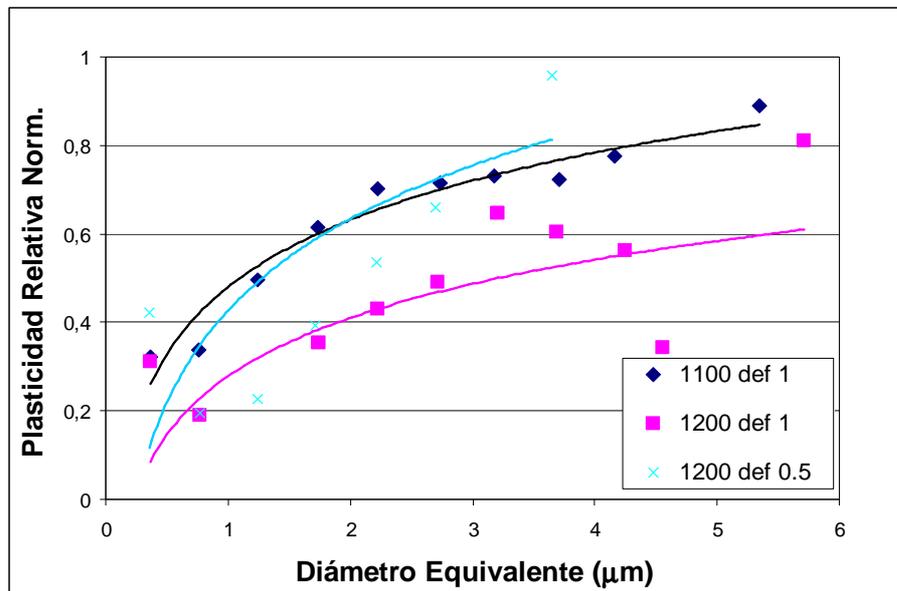


Figura 5 - 49. Relación de plasticidad frente al tamaño de inclusión para los ensayos de compresión del acero AISI 303.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

En la Figura 5 - 50 se muestran gráficas similares a las anteriores para los ensayos de torsión del acero AISI 303 y se puede observar la misma tendencia anteriormente descrita. A una misma distancia de la superficie, la población existente de inclusiones de mayor tamaño tiende a deformarse más. Sin embargo, los resultados anteriormente mostrados indicaban que no había en los ensayos de torsión (Figura 5 - 41) una influencia clara del tamaño de inclusión en la deformación de la misma, teniendo en cuenta que entonces distintos tamaños de inclusión suponían diferentes posiciones en el interior de la palanquilla. Todo ello vuelve el hecho de que puede haber un comportamiento distinto de las inclusiones dependiendo de la zona donde estén situadas respecto a la superficie de la palanquilla.

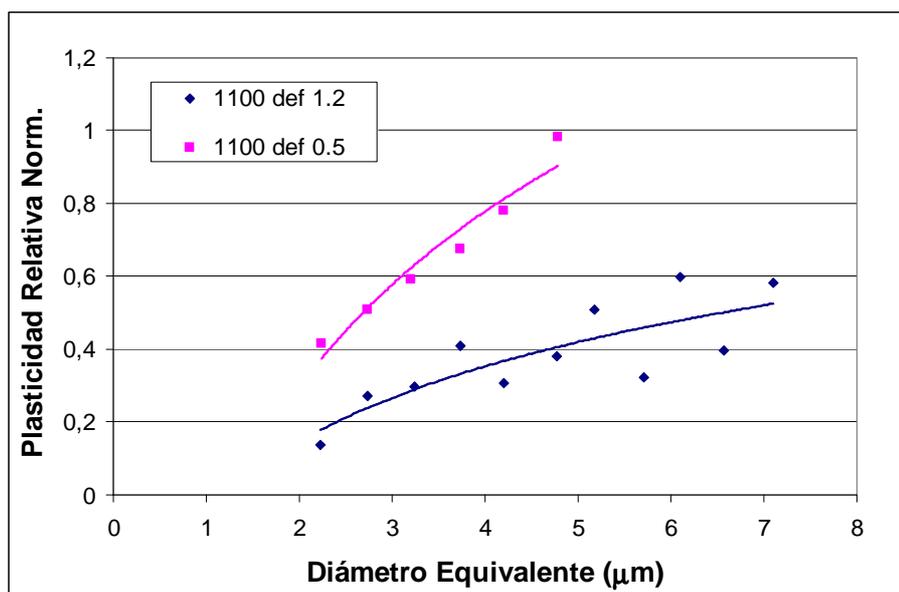


Figura 5 - 50. Relación de plasticidad frente al tamaño de inclusión para los ensayos de torsión del acero AISI 303

5.3.2.4. Distribución geométrica de las inclusiones

En los apartados anteriores se han mostrado resultados sobre la ductilidad en caliente, la evolución de la plasticidad de las inclusiones, etc. utilizando ensayos mecánicos con probetas extraídas de diferentes localizaciones. Incluso en aquellos casos en los que se han mecanizado probetas próximas a la superficie de la palanquilla, el propio mecanizado no ha permitido extraer información sobre el comportamiento de la zona cortical.

Dentro del proyecto europeo, uno de los socios procedió a realizar ensayos de compresión plana (con probeta modificada) utilizando una de las propias caras a deformar en condición de suministro (as-cast, sin mecanizar). Como era de esperar, los resultados correspondientes a daño (número, longitud de grieta) fueron notablemente superiores a los comparados con los resultados procedentes de superficies mecanizadas. El problema que surgió a la hora de interpretar los resultados fue que los mismos incluían diferentes factores combinados tales como:

- Rugosidad superficial, incluyendo defectos tales como la presencia de óxidos
- Presencia de FeS y Cu como consecuencia de la oxidación (de Mn)
- Naturaleza y geometría de las inclusiones localizadas en la zona cortical

En ese contexto, se consideró disponer de un análisis relativo a las condiciones de las inclusiones (tamaño, distribución, heterogeneidad) a las zonas próximas a la superficie (unos pocos milímetros) con objeto de comparar dichos datos con los correspondientes a los ensayos de ductilidad realizados con las probetas mecanizadas.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

En la Figura 5 - 51, Figura 5 - 52, Figura 5 - 53 y Figura 5 - 54 se muestran ejemplos de microestructuras correspondientes a diferentes distancias de la superficie de colada para los distintos aceros estudiados. En una franja de 5mm, que podía considerarse como crítica desde el punto de vista de inicio de daño durante la laminación en caliente, las diferencias que se observan son notables, tanto en el tamaño de las inclusiones como en su distribución en la matriz. En más o menos extensión, estas diferencias aparecen en todos los aceros considerados.

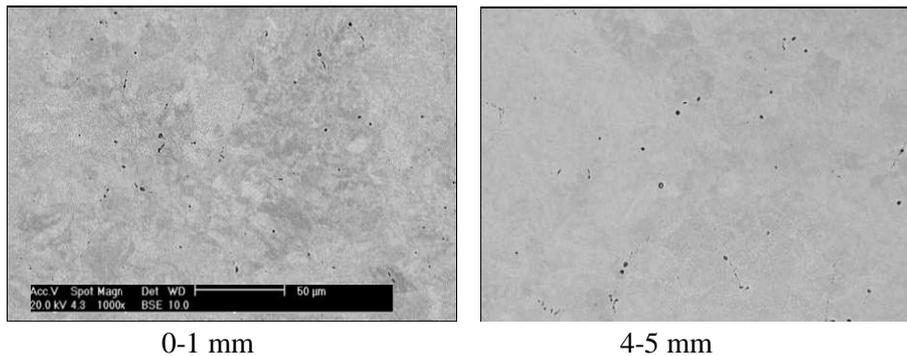


Figura 5 - 51. Inclusiones de MnS a diferentes distancias de la superficie para el acero CSM38 en condiciones as-cast.

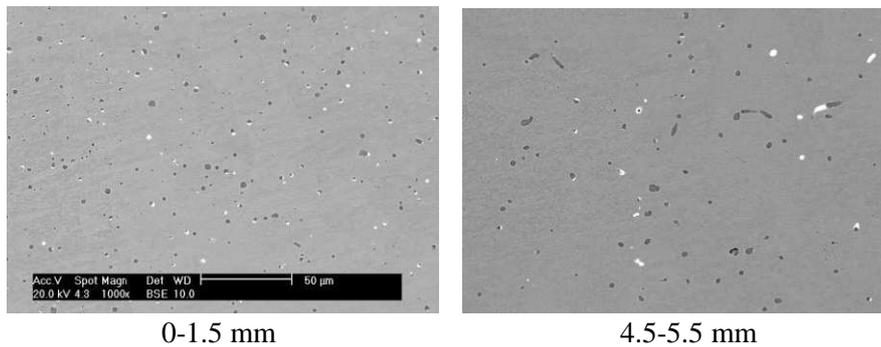


Figura 5 - 52. Inclusiones de MnS y Pb a diferentes distancias de la superficie para el acero SPb-2 Z9 A en condiciones as-cast

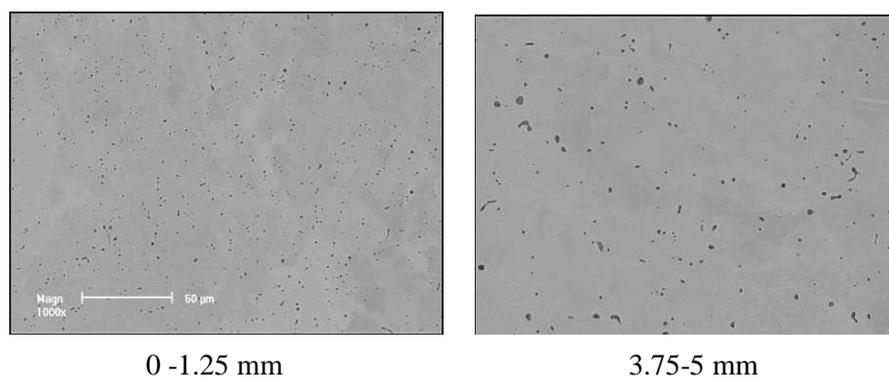


Figura 5 - 53. Inclusiones de MnS a diferentes distancias de la superficie para el acero AISI 303 en condiciones as-cast

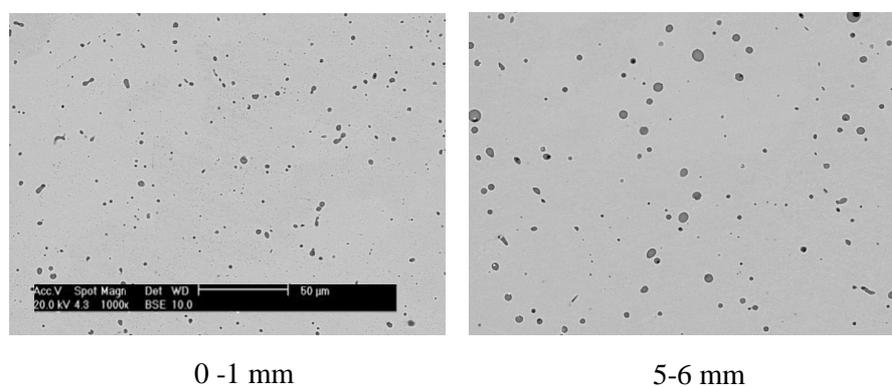


Figura 5 - 54. Inclusiones de MnS a diferentes distancias de la superficie para el acero CSM9 en condiciones as-cast

La evolución del tamaño medio de las inclusiones y su fracción volumétrica con la distancia a la superficie se muestra en la Figura 5 - 55 y Figura 5 - 56.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

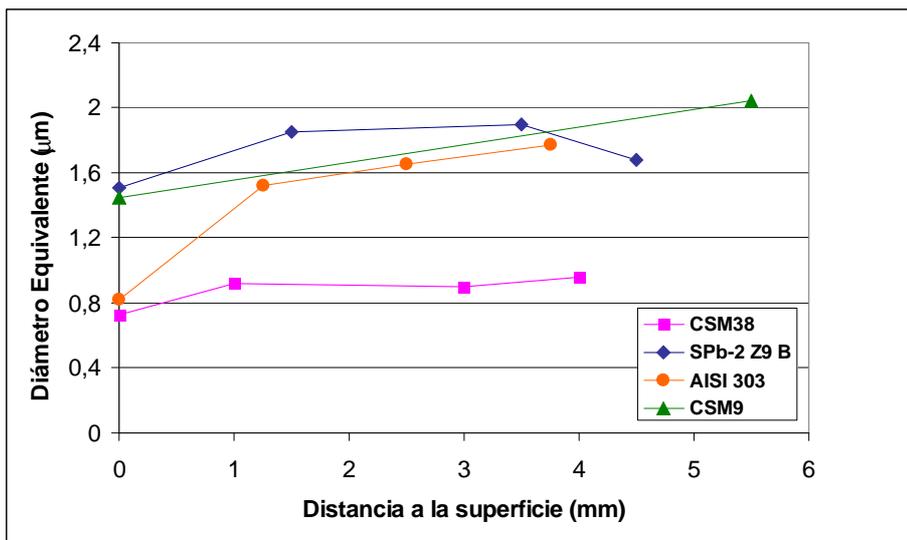


Figura 5 - 55. Evolución del diámetro equivalente medio de las inclusiones de MnS en función de la distancia a la superficie

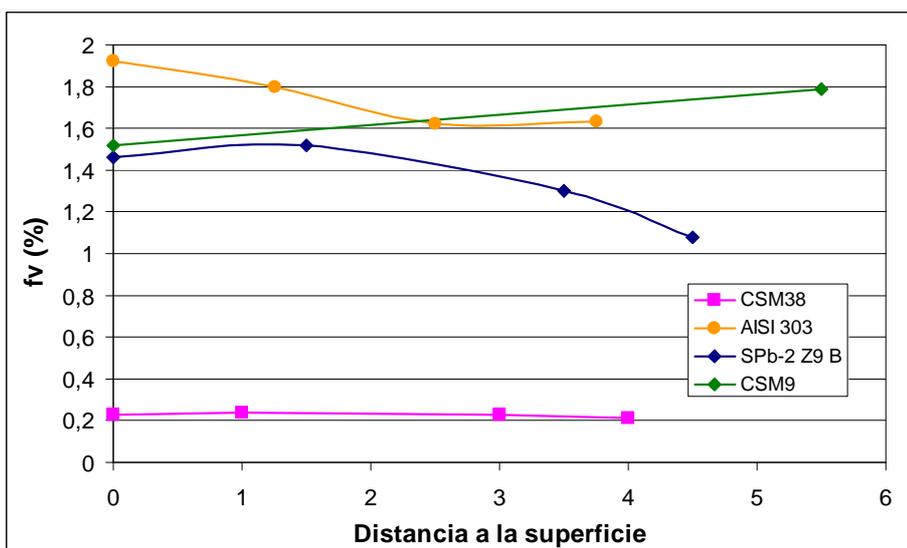


Figura 5 - 56. Evolución de la fracción volumétrica media de las inclusiones de MnS en función de la distancia a la superficie.

En relación al tamaño medio de inclusión a las diferentes distancias de la superficie, la Figura 5 - 55 confirma que el tamaño medio de inclusión es mayor en el interior, aunque para el caso del acero CSM38 permanece constante a lo largo de las diferentes distancias desde la superficie as-cast.

Desde el punto de vista de la fracción volumétrica, en algunos casos se aprecia que la fracción volumétrica se mantiene prácticamente constante de la periferia hacia el interior (acero CSM38), pero en otros casos, la disminución es importante, alcanzando reducciones próximas al 15% (acero AISI 303) o al 25% (acero SPb-2 Z9 B). En el caso del acero CSM9 se observa un ligero aumento pero no es demasiado significativo.

Sin embargo, tal y cómo ya se ha indicado en diferentes momentos, tanto el tamaño medio de la inclusión como su fracción volumétrica no son parámetros que captan las posibles heterogeneidades locales [42]. Es por ello por lo que se ha recurrido a utilizar parámetros que proporcionan el análisis mediante la técnica SKIZ.

Dos ejemplos de utilización de la técnica SKIZ se muestran en la Figura 5 - 57. A partir de dicha técnica el valor resultante de la fracción media de área local se ha representado en la Figura 5 - 58 en función de la distancia a la superficie de colada.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

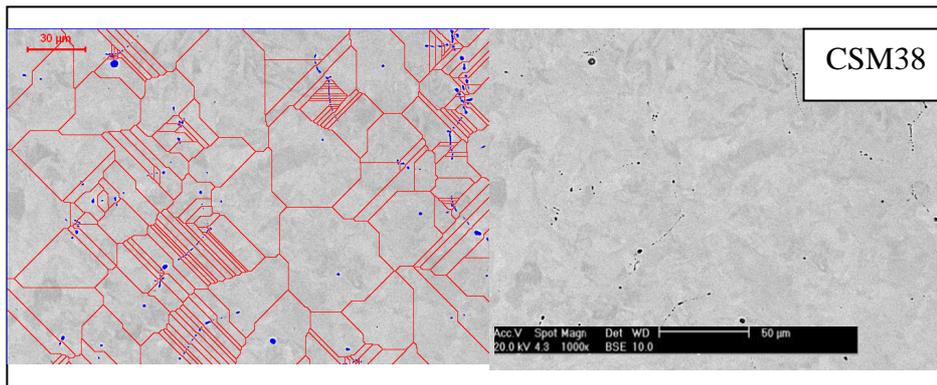
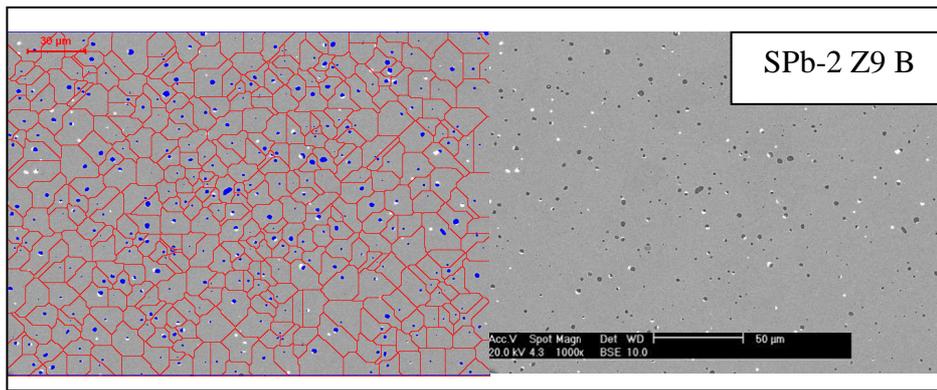


Figura 5 - 57. Ejemplos de la técnica de esqueletización para inclusiones de MnS

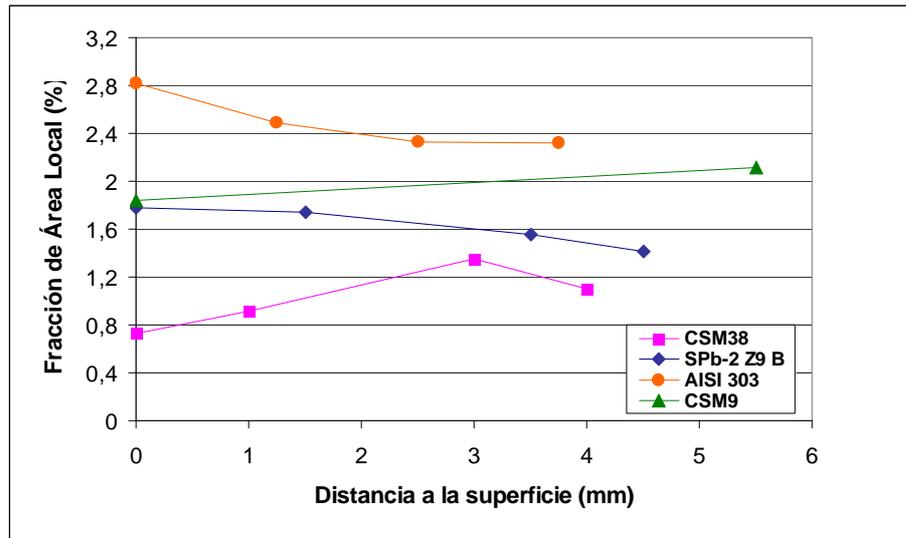


Figura 5 - 58. Evolución de los valores de Área Local frente a la distancia a la superficie as-cast.

En dicha figura se constata que hay importantes diferencias de unos aceros a otros. Por ejemplo, el acero SPb-2 Z9 B presenta una disminución de casi un 20% en los 5mm analizados, muy similar al comportamiento del acero AISI 303. En cambio, el acero CSM38 muestra la tendencia contraria. En el caso del acero CSM9, este parámetro se mantiene constante con la distancia a la superficie.

La relación entre fracción de área local y ductilidad en caliente mostrada en la Figura 5 - 25 pone de manifiesto el efecto nocivo que ejerce en ésta un incremento de la fracción de área local. En consecuencia, sin tener en cuenta otros factores, los incrementos de la fracción en área local indicarían una menor ductilidad en caliente en la zona cortical.

Por otra parte, en el caso del acero AISI 303 se disponen de medidas procedentes del mismo trozo de la palanquilla realizadas en los hombros de la probeta de torsión (más hacia el interior con relación a la superficie as-cast). El valor obtenido, $AL=1.92\%$, implica una

reducción significativa con relación a las medidas realizadas en la capa superficial. Es decir, la ductilidad en esa zona sería sensiblemente inferior al comportamiento mostrado en las Figura 5 - 15 - Figura 5 - 17.

Los ejemplos de la Figura 5 - 57 muestran dos situaciones extremas con relación a la distribución espacial de las inclusiones. En el primer caso (probeta SPB-2 Z9 B), aunque hay cierta heterogeneidad en la distribución espacial de las inclusiones, la poligonización realizada mediante la técnica SKIZ proporciona unas regiones asociadas a cada inclusión bastante equiáxicas. En cambio, tal y como sucede en acero CSM38, cuando las inclusiones se encuentran alineadas los polígonos correspondientes muestran una formas alargadas que conducen a unas fracciones en área locales que pueden no captar adecuadamente el efecto nocivo de la aglomeración de inclusiones.

En lo que se refiere a la distribución, un valor más alto de la fracción de área local se traduce en una distribución de inclusiones más heterogénea. Sin embargo, se ha detectado que la certeza de este hecho solo se produce al comparar aceros con fracciones volumétricas similares. Como se puede observar en la Figura 5 - 58, la distribución de inclusiones es más homogénea para el caso del acero SPb2-Z9 B frente al AISI 303. Por su parte los valores para el acero CSM9 se encontrarían en una situación intermedia entre estos dos últimos aceros. Los valores de área local indicarían una mayor homogeneidad para el acero CSM38 pero se sabe de la caracterización microestructural que la distribución de inclusiones es más bien heterogénea, sin embargo, en este acero se ha observado una mayor tendencia a la existencia de aglomeraciones y alineaciones de inclusiones, que puede estar influenciando en esta comparativa. Esto implica que el parámetro de fracción de Área Local obtenido a través de la técnica de Skeletización no es capaz de distinguir la presencia de estas heterogeneidades locales.

Una vez mostrados los valores medios de la fracción de área local y con objeto de analizar la presencia de heterogeneidades locales de una forma más precisa se han considerado las distribuciones de este

factor. Esta distribución de la fracción de área local a diferentes distancias de la superficie se puede observar en la Figura 5 - 59, Figura 5 - 60 y Figura 5 - 61 para los aceros SPb-2 Z9 B, CSM38 y AISI 303. No se observan cambios significativos en las curvas de distribución al variar la distancia a la superficie, lo que quiere decir que para cada tipo de acero la distribución de inclusiones se mantiene de un modo homogéneo en relación a la distancia a la superficie. Únicamente quizá para el caso del acero CSM38 la distribución es algo más dispersa comparando las curvas a las diferentes distancias. Como ya se ha comentado el acero CSM38 es el que tiene los valores más bajos de área local, por lo que el rango en el que se encuentran estos valores es pequeño, entre 0.5 - 3.5%, pero sin embargo como ya se ha comentado no es el acero que posee una distribución más homogénea. Los aceros SPb-2 Z9 B y AISI 303 se encuentran en unos rangos entre 0.5 - 6.5% y 0.5-10% respectivamente, lo que indica, como ya se había comentado para los valores medios de área local, que la distribución en el acero SPb-2 Z9 B es más homogénea respecto a los del AISI 303 por tener valores menores de área local.

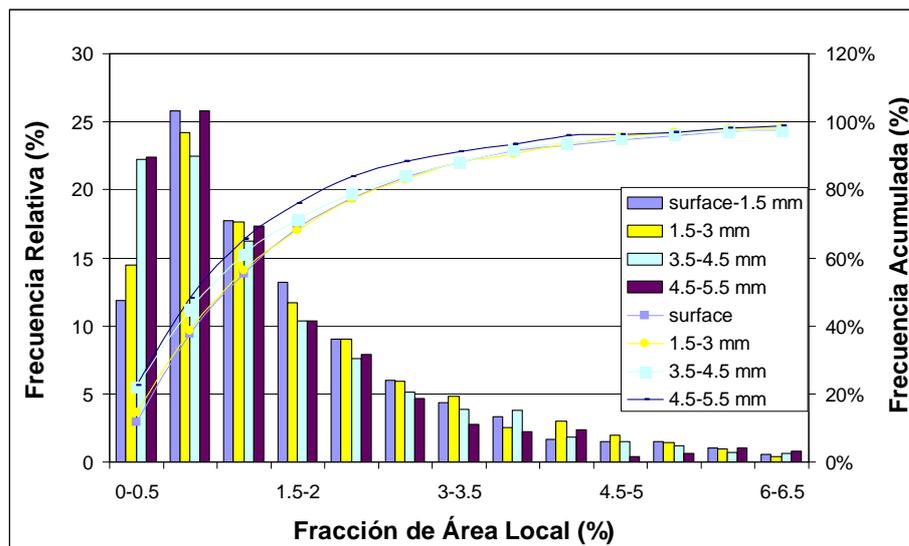


Figura 5 - 59. Distribución de fracción media de área local en función de la distancia a la superficie para el acero SPb-2 Z9 B

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

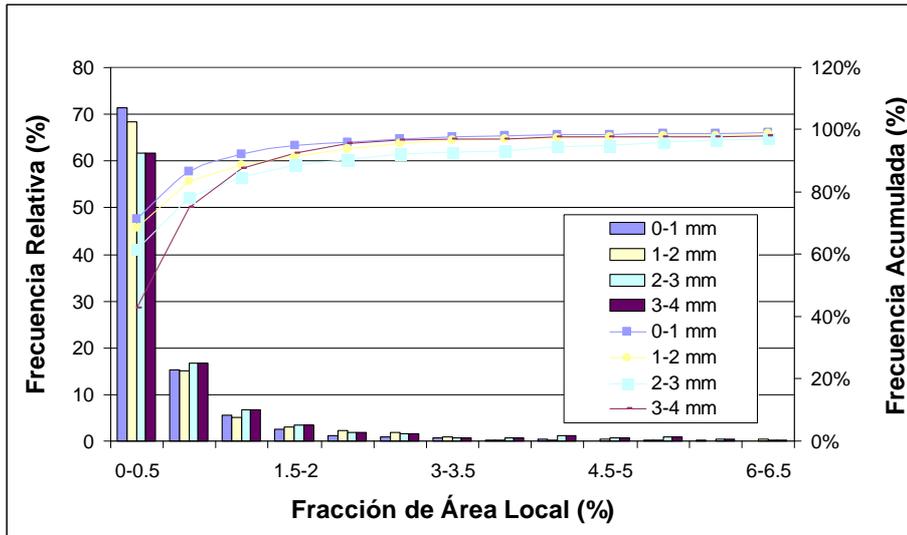


Figura 5 - 60. Distribución de fracción media de área local en función de la distancia a la superficie para el acero CSM38

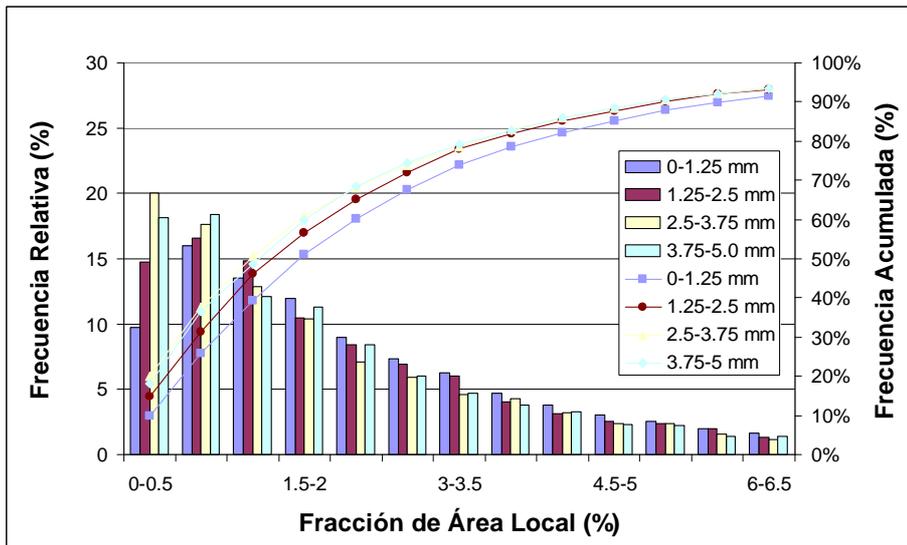


Figura 5 - 61. Distribución de fracción media de área local en función de la distancia a la superficie para el acero AISI 303

La relación entre el área local y la fracción volumétrica, parece ser un factor más adecuado para detectar la presencia de alineaciones de inclusiones. Como se observa en la Figura 5 - 62, valores más altos de fracción de área local en comparación con la fracción en volumen de inclusiones implica que las partículas no están distribuidas de manera uniforme. En la Figura 5 - 63 se muestra la relación entre ambos parámetros y además la variación de esta relación con la distancia a la superficie as-cast para los aceros SPb-2 Z9 B, CSM38, AISI 303 y CSM9. En el caso de los aceros SPb-2 Z9 B, AISI 303 y CSM9 se observa como la relación es similar a las diferentes distancias a la superficie, mientras que en el caso del acero CSM38 la distribución de inclusiones es más heterogénea en el interior (alineación de inclusiones).

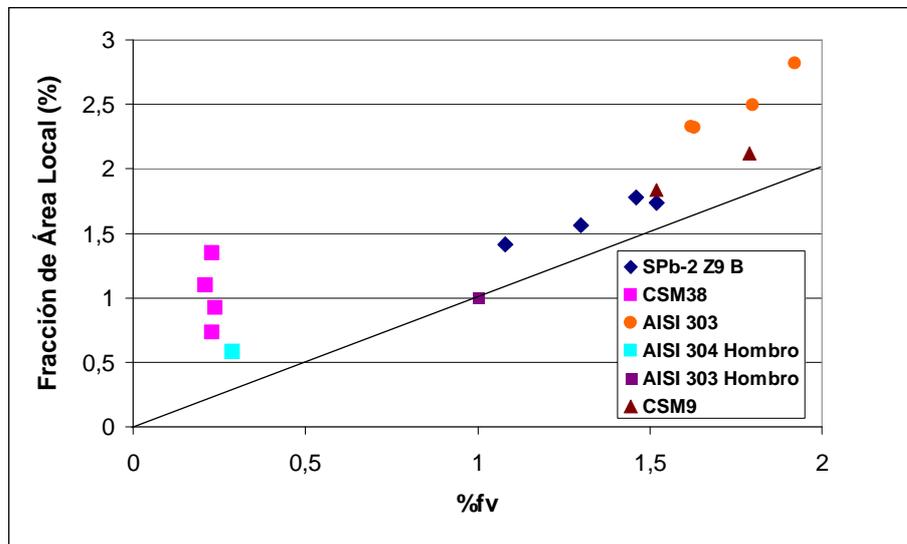


Figura 5 - 62. Fracción de Área Local (AL%) frente a la fracción volumétrica (f_v %) de inclusiones de MnS

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

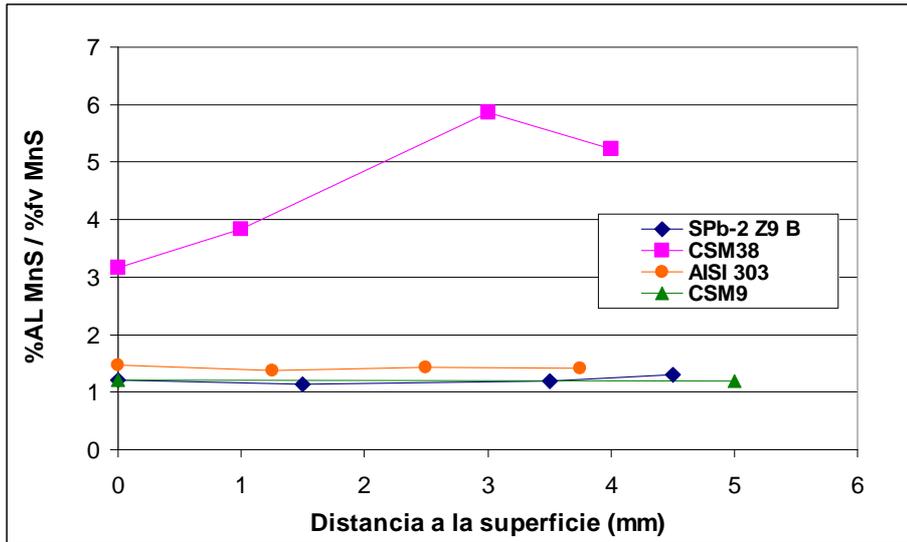


Figura 5 - 63. Relación de fracción de área local y fracción volumétrica frente a la distancia a la superficie (mm)

Influencia del parámetro distancia media entre inclusiones vecinas frente a menor distancia entre inclusiones vecinas

Hay otros parámetros que también resultan adecuados para detectar las alineaciones de inclusiones como lo es la relación existente entre la distancia media entre inclusiones vecinas y la menor distancia entre inclusiones vecinas (Figura 5 - 64 y Figura 5 - 65). En este caso, una relación entre estos parámetros cercana a 2 denota una distribución más homogénea. En la Figura 5 - 65 se puede observar como los aceros CSM38 y AISI 303 tienen más regiones de alineación de inclusiones que las muestras observadas de los aceros SPb2-Z9 B y CSM9. Además la presencia de alineaciones para el AISI 303 es mayor para zonas cercanas a la superficie as-cast. Esto significa que durante la entrada en los hornos previos a los procesos de conformado, dependiendo del espesor de la capa de óxido que sea eliminada, la distribución de inclusiones cercana a la nueva superficie puede ser más o menos perjudicial para la propagación de grietas durante los procesos de deformación posteriores. En apartados posteriores se discutirá la influencia de los tratamientos en la distribución de inclusiones.

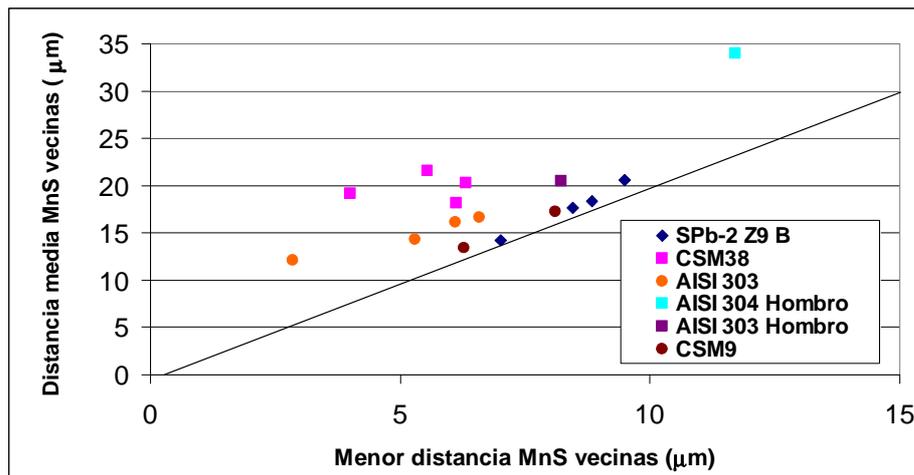


Figura 5 - 64. Distancia media entre inclusiones vecinas frente a menor distancia entre inclusiones vecinas

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

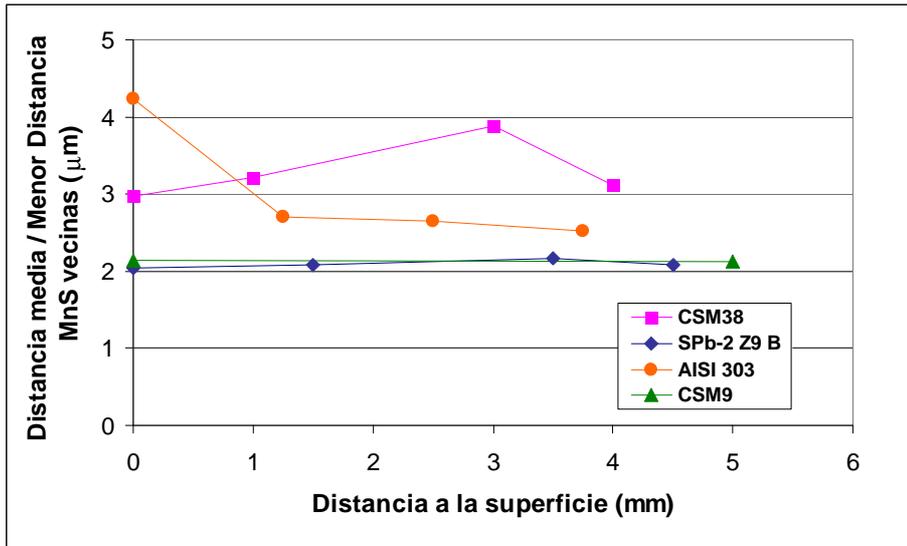


Figura 5 - 65. Relación entre la Distancia media entre inclusiones vecinas y la menor distancia entre inclusiones vecinas frente a la distancia a la superficie

Un resumen de todos los datos mostrados hasta ahora proporcionados por la técnica SKIZ para cada acero, se mostraran en la Tabla 5 - 7, Tabla 5 - 8, Tabla 5 - 9, Tabla 5 - 10, Tabla 5 - 11 y Tabla 5 - 12. Los parámetros que se muestran en las mismas son los siguientes: diámetro de la inclusión, fracción de área local, fracción volumétrica, distancia media entre partículas vecinas y menor distancia entre partículas vecinas.

Tabla 5 - 7. Resumen de valores medios de los parámetros obtenidos mediante SKIZ para el acero SPb-2 Z9 B

Distancia a la superficie	Fracción			Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
	Diámetro de Inclusión (μm)	Área Local (%)	Fracción volumétrica (%)		
0 - 1.5 mm	1.51	1.78	1.46	14.26	7.01
1.5 - 3 mm	1.81	1.74	1.52	17.65	8.45
3.5 - 4.5 mm	1.90	1.56	1.30	20.57	9.50

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

4.5 - 5.5 mm	1.68	1.41	1.08	18.38	8.83
> 1 μm					
Distancia a la superficie	Fracción de		Fracción volumétrica (%)	Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
	Diámetro de Inclusión (μm)	Área Local (%)			
0 - 1.5 mm	1.85	1.84	1.39	16.25	8.45
1.5 - 3 mm	2.18	1.81	1.45	19.02	10.15
3.5 - 4.5 mm	2.51	1.78	1.27	23.75	11.87
4.5 - 5.5 mm	2.33	1.49	1.05	22.67	11.59

Tabla 5 - 8. Resumen de valores medios de los parámetros obtenidos mediante SKIZ para el acero SPb-2 Z9 A

Incluidas las <1 μm

Distancia a la superficie	Fracción de		Fracción volumétrica (%)	Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
	Diámetro de Inclusión (μm)	Área Local (%)			
0 - 1.5 mm	1.15	1.74	1.36	11.20	5.38
1.5 - 3 mm	1.37	1.86	1.55	13.98	6.18
3.5 - 4.5 mm	1.57	1.45	1.32	18.32	7.93
4.5 - 5.5 mm	1.46	1.32	1.28	17.60	6.85

> 1 μm

Distancia a la superficie	Fracción de		Fracción volumétrica (%)	Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
	Diámetro de Inclusión (μm)	Área Local (%)			
0 - 1.5 mm	1.63	1.74	1.19	15.02	7.47
1.5 - 3 mm	1.9	2.01	1.50	12.22	8.18
3.5 - 4.5 mm	2.32	1.58	1.26	22.01	14.21
4.5 - 5.5 mm	2.38	1.65	1.23	22.64	11.38

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

Tabla 5 - 9. Resumen de valores medios de los parámetros obtenidos mediante SKIZ para el acero CSM38

Distancia a la superficie	Fracción			Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
	Diámetro de Inclusión (μm)	Área Local (%)	Fracción volumétrica (%)		
0 - 1 mm	0.73	0.73	0.26	18.20	6.12
1 - 2 mm	0.92	0.92	0.24	20.25	6.31
3 -4 mm	0.90	1.35	0.23	21.54	5.54
4 -5 mm	0.96	1.09	0.23	19.20	6.17

Tabla 5 - 10. Resumen de valores medios de los parámetros obtenidos mediante SKIZ para el acero AISI 303

Distancia a la superficie	Fracción			Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
	Diámetro de Inclusión (μm)	Área Local (%)	Fracción volumétrica (%)		
0 - 1.25 mm	0.82	2.82	1.92	12.06	2.85
1.25 - 2.5mm	1.52	2.49	1.80	14.32	5.30
2.5 -3.75 mm	1.65	2.33	1.62	16.12	6.10
3.75 -5 mm	1.77	2.32	1.63	16.60	6.58
Hombro T11	1.98	1.92	1.43	20.47	8.23

Tabla 5 - 11. Resumen de valores medios de los parámetros obtenidos mediante SKIZ para el acero AISI 304

Distancia a la superficie	Diámetro Inclusion (μm)	Fracción de		Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
		Área Local (%)	Fracción volumétrica (%)		
Hombr. T5	1.49	0.58	0.29	34.04	11.70

Tabla 5 - 12. Resumen de valores medios de los parámetros obtenidos mediante SKIZ para el acero CSM9

Incluidas las <1μm

Distancia a la superficie	Diámetro Inclusion (μm)	Fracción de		Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
		Área Local (%)	Fracción volumétrica (%)		
0 - 1 mm	1.45	1.84	1.52	13.42	6.28
5 - 6mm	2.04	2.12	1.79	17.20	8.11

> 1 μm

Distancia a la superficie	Diámetro Inclusion (μm)	Fracción de		Distancia media (μm)	Menor distancia (μm)
		Área Local (%)	Fracción volumétrica (%)		
0 - 1 mm	1.99	2.01	1.44	17.45	8.24
5 - 6mm	2.49	2.22	1.74	20.22	9.66

Influencia del parámetro ARZI en la detección de alineaciones

Otro parámetro que puede resultar útil para la detección de alineaciones de inclusiones es la relación de aspecto de la zona de influencia (ARZI). Los valores de este parámetro para los distintos aceros a las diferentes distancias a la superficie se muestran en las Tabla 5 - 13 y Tabla 5 - 14, mientras que en las Figura 5 - 67 y Figura 5 - 68 se grafican la relación existente entre el parámetro ARZI y la relación área local / fracción volumétrica y la evolución del ARZI con la distancia a la superficie respectivamente. Valores altos del factor

ARZI supone mayor presencia de alineaciones de inclusiones. Este factor determina con más precisión que el anterior la existencia de alineaciones de inclusiones, sin embargo sólo es válido para fracciones volumétricas de inclusiones bajas debido a que la forma alargada que adquieren las zonas de influencia cuando hay alineaciones ya no es tan alargada si se tienen fracciones volumétricas superiores (este efecto se puede ver de forma esquemática en la Figura 5 - 66). Como se puede observar en las Figura 5 - 67 y Figura 5 - 68, el acero CSM38 es el acero con mayor presencia de alineaciones que han podido ser detectadas con este factor ya que posee los valores más altos del mismo. En la caracterización de la microestructura también se detectaron alineaciones de inclusiones para el acero AISI 303 pero en este caso no ha sido posible su detección mediante el parámetro ARZI ya que la fracción volumétrica de este acero es alta y superior a la del acero CSM38. Hay que destacar el hecho de que la heterogeneidad debida a la presencia de inclusiones en el acero CSM38 es todavía mayor en las zonas más interiores respecto a la superficie, como se puede ver en la Figura 5 - 68, donde se tienen valores más altos del ARZI para distancias a la superficie mayores. Para el resto de aceros la evolución de este parámetro se mantiene constante independientemente de la distancia a la superficie.

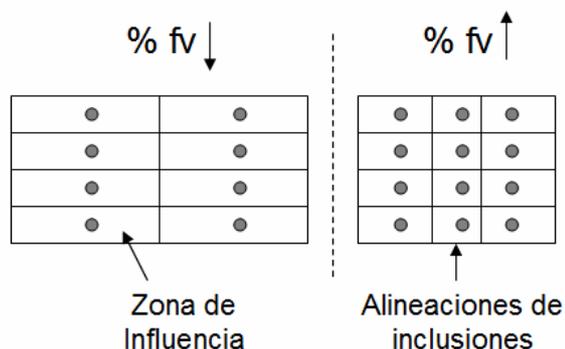


Figura 5 - 66. Esquema de la forma de la zona de influencia para la detección de alineaciones de inclusiones en función de la fracción volumétrica de las mismas

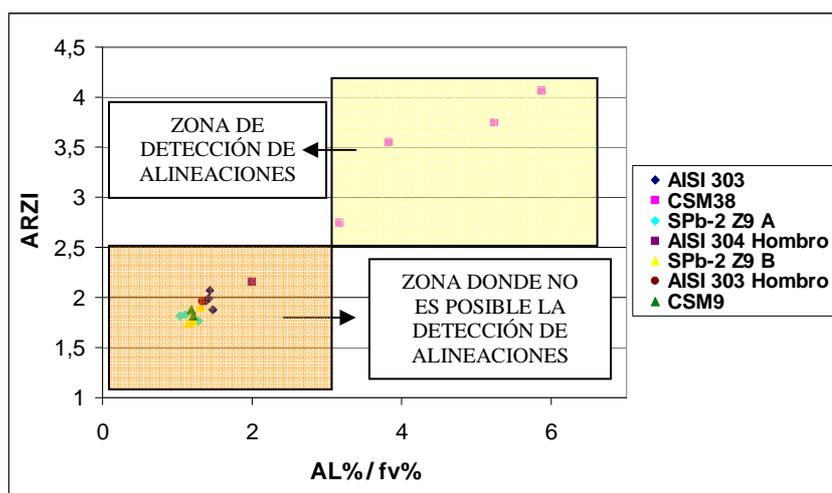
Tabla 5 - 13. Resumen de los valores del parámetro ARZI para los acero SPb-1 A y SPb-1 B

	SPb2 Z9 B incl.<1 μ m	SPb2 Z9 B incl.>1 μ m	SPb2 Z9 A incl.<1 μ m	SPb2 Z9 A incl.>1 μ m
0 - 1.5 mm	1.77	1.77	1.77	1.79
1.5 - 3 mm	1.75	1.74	1.77	1.78
3.5 - 4.5 mm	1.8	1.85	1.83	1.8
4.5-5.5 mm	1.91	1.89	1.82	1.82

Tabla 5 - 14. Resumen de los valores del parámetro ARZI para los acero CSM38, AISI 303 y AISI 304

	CSM38	AISI 303	AISI 304	CSM9
0 - 1.5 mm	2.75	1.88	-	1.82
1.5 - 3 mm	3.55	1.97	2.15*	-
3.5 - 4.5 mm	4.06	2.07	-	-
4.5-5.5 mm	3.74	1.99	-	1.88

*Valor correspondiente al hombro de la probeta de torsión

**Figura 5 - 67.** Relación de aspecto de la zona de influencia (ARZI) frente a la relación entre la fracción volumétrica (f_v %) y la fracción de área local (AL %)

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

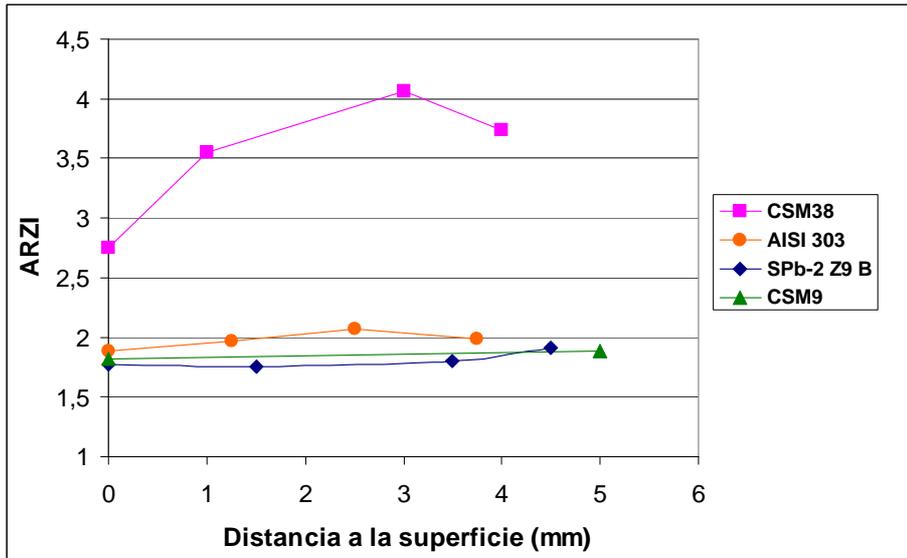


Figura 5 - 68. Relación de aspecto de la zona de influencia (ARZI) en función de la distancia a la superficie.

Influencia de los tratamientos térmicos en la distribución de inclusiones

En el capítulo 4 se constató que las condiciones de oxidación durante los tratamientos térmicos pueden modificar localmente (cerca de la superficie) la naturaleza de las inclusiones. Con objeto de analizar si estos cambios podrían también afectar a la distribución geométrica de las inclusiones se procedió a realizar un análisis más en detalle de la distribución de inclusiones tanto antes como después de un tratamiento térmico, realizado para el caso de los aceros SPb-2 Z9 A (después de tratamiento industrial) y SPb-2 Z9 B (antes de tratamiento industrial) a diferentes distancias a la superficie. En la Figura 5 - 69 a) se muestran los valores de diámetro equivalente a distintas distancias a la superficie. Tanto antes como después del tratamiento las inclusiones son más grandes en el interior aunque el tamaño medio es menor después del tratamiento. Esto es debido a la presencia de una fracción alta de inclusiones pequeñas después del tratamiento (Figura 5 - 70).

En la Figura 5 - 69 b) se presentan los valores medios de fracción de área local en función de la distancia a la superficie. Como se observa, los valores medios de fracción de área local disminuyen hacia el interior, lo que significa que la distribución de inclusiones es más homogénea en el interior en ambos casos y que no hay diferencias antes y después de tratamiento. Hay que tener en cuenta que en estas gráficas se han representando los valores teniendo y no teniendo en cuenta el efecto de las inclusiones menores de $1\mu\text{m}$ con el objetivo de poder controlar el efecto que puedan tener las inclusiones más pequeñas. Su existencia no parece haber influenciado la heterogeneidad u homogeneidad existente.

5. INFLUENCIA DE PARÁMETROS MICRO Y MACROESTRUCTURALES DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULFURADOS

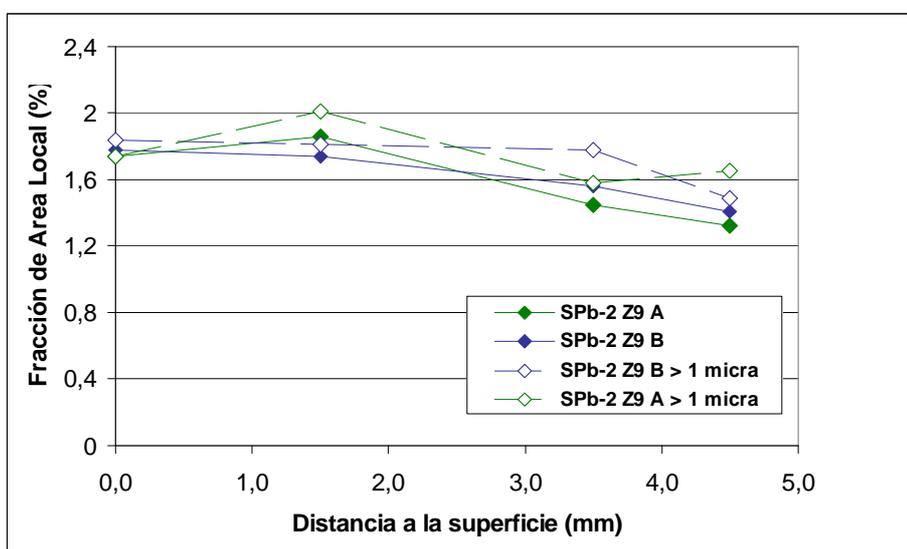
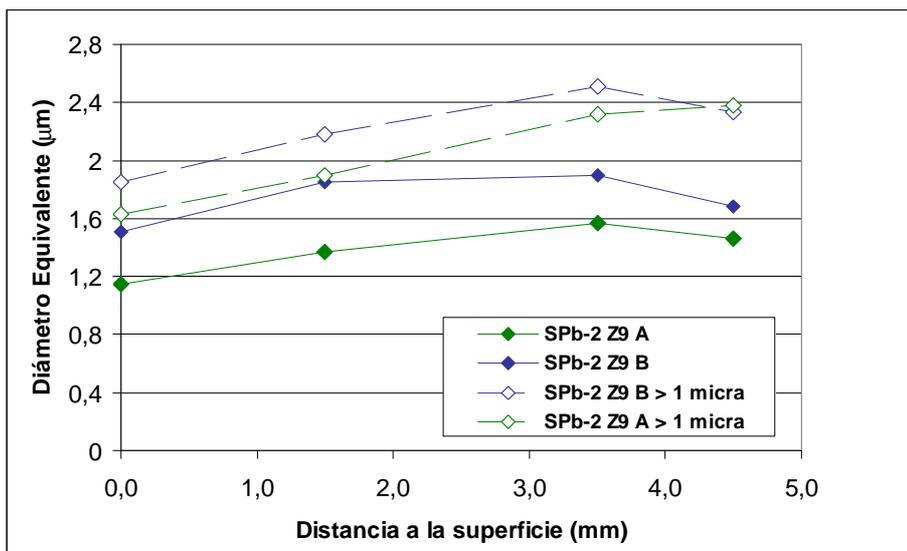


Figura 5 - 69. a) Diámetro equivalente y b) Fracción media de Área Local para las inclusiones de MnS a diferentes distancias de la superficie del acero SPb-2 Z9. Muestras obtenidas de diferentes palanquillas antes y después del tratamiento industrial

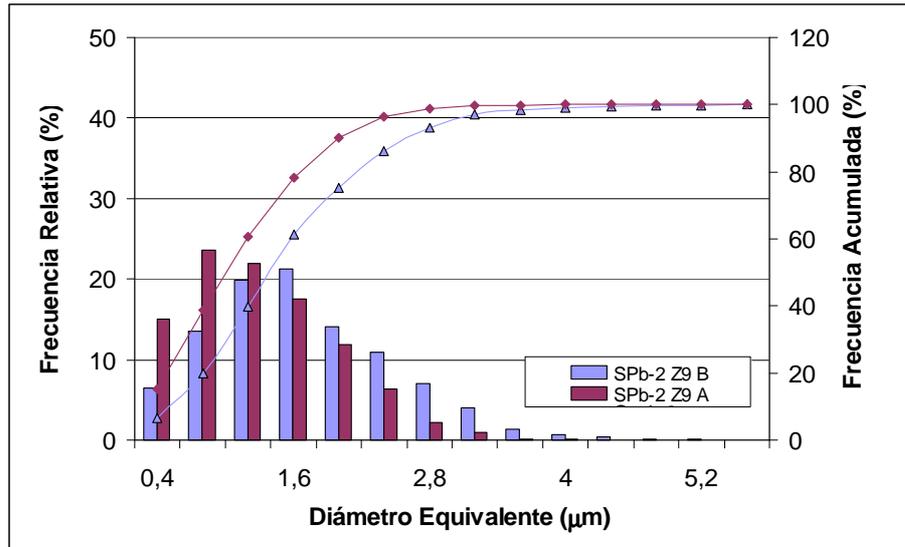


Figura 5 - 70 . Distribución de tamaños de inclusión antes y después del tratamiento térmico para el acero SPb-2 Z9

5.3.2.5. Caracterización 3D de las inclusiones de MnS mediante FIB

Algunas de las muestras de torsión se han caracterizado con la técnica “cross section” mediante FIB. En la Figura 5 - 71 se presenta un esquema del proceso realizado mediante esta técnica. En la Figura 5 - 72 y Figura 5 - 73 se muestran algunos ejemplos de las distintas secciones obtenidas para los aceros AISI 303 y SPb-1. La Figura 5 - 72 corresponde al caso de dos inclusiones con dos cavidades nucleadas en los extremos de una de ellas (podría también tratarse de una inclusión fracturada, si bien no es habitual). El hecho de que la cavidad se haya nucleado sólo en uno de los extremos (el inferior) podría llamar la atención. En cambio, a medida que se van analizando nuevos cortes se constata que dicha cavidad procede de la interacción de la inclusión visible con otra que se encuentra en un plano inferior (al de pulido superficial). Un caso similar se vuelve a apreciar en el ejemplo de la Figura 5 - 73.

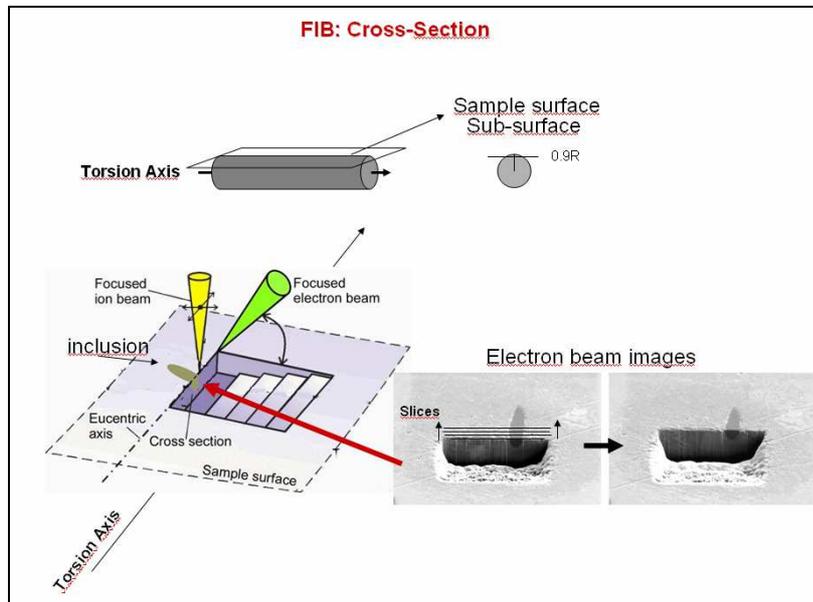


Figura 5 - 71. Esquema del proceso “cross section” mediante FIB

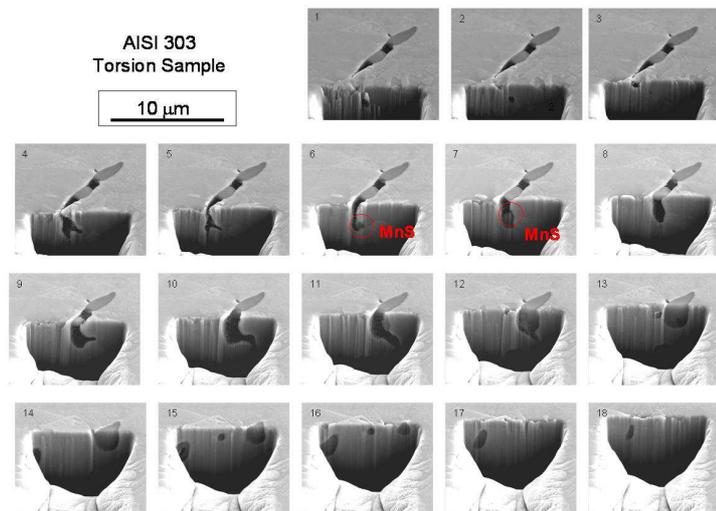


Figura 5 - 72. Micrografías de las probetas de torsión del acero AISI 303 obtenidas a través del método “cross section” mediante FIB

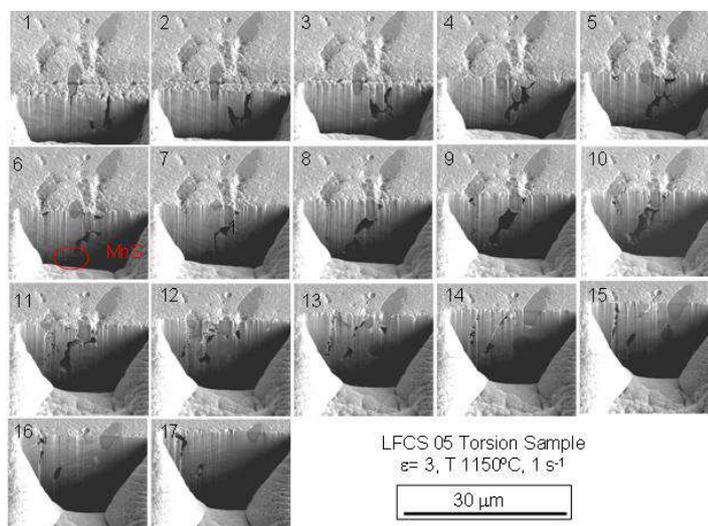


Figura 5 - 73. Micrografías de las probetas de torsión del acero SPb-1 obtenidas a través del método “cross section” mediante FIB

Los dos casos anteriores sugieren claramente que los análisis realizados en los apartados anteriores, donde la evolución de una inclusión con la deformación aplicada se ha considerado de forma aislada en relación a su entorno, es una simplificación. En este contexto, algunos de los análisis que se expondrán en el Capítulo 6 tendrán por objetivo, a través de las concentraciones de deformación, analizar dicha interacción entre inclusiones.

5.3.3. Resumen de parámetros globales que determinan la formación y evolución de la deformabilidad de las inclusiones de MnS

Como se ha podido comprobar a lo largo de los capítulos anteriores son múltiples los factores que pueden influenciar la formación y evolución de la deformación de las inclusiones de MnS.

Comenzando por el proceso de obtención del acero, la propia composición química del mismo puede suponer cambios en la formación de las inclusiones de sulfuro de manganeso como se verá a continuación. En la Figura 5 - 74 se muestran los diagramas de fase de varios de los aceros estudiados, donde se puede visualizar además la línea de formación de las inclusiones de MnS. Como se observa la temperatura de formación de las inclusiones de sulfuro de manganeso disminuye conforme aumenta el contenido en carbono en el acero. Es decir, aceros de bajo carbono tendrán una temperatura de formación de las inclusiones de MnS mayor. Se sabe de bibliografía [50] que conforme aumenta el contenido en azufre, la temperatura a la que se forman los sulfuros de manganeso también aumenta. Por tanto, cuanto mayor sea la temperatura a la que se forman, mayor tamaño tendrán ya que a mayor temperatura de formación, mayor es la velocidad de engrosamiento de las inclusiones.

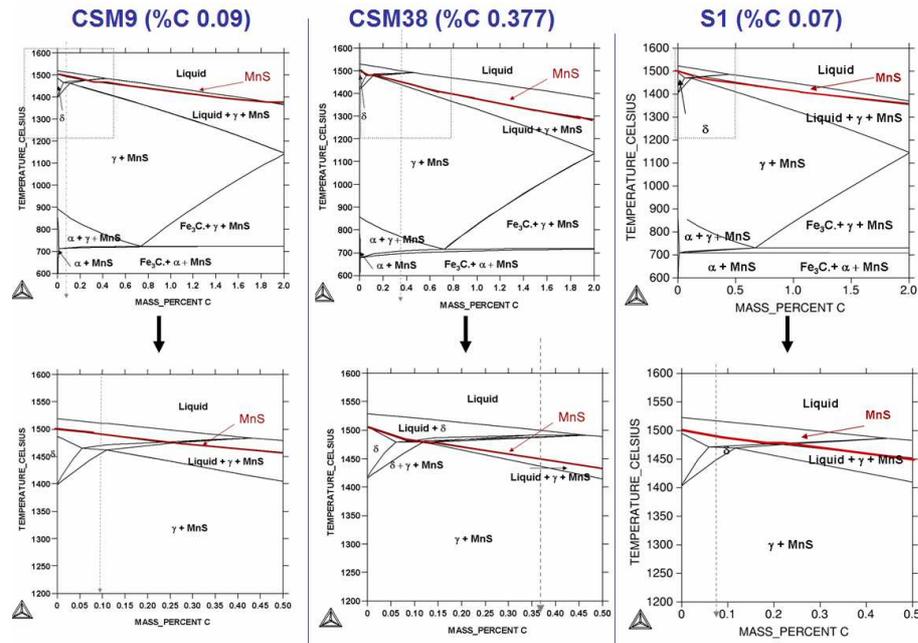


Figura 5 - 74. Diagramas de fase y líneas de formación de los MnS

Todo ello sugiere que contenidos más altos de carbono junto con contenidos bajos de azufre (a lo que se puede atribuir un deterioro en la maquinabilidad), como es el caso del acero CSM38, supondrá tamaños de la inclusión menores. Como se vio en el apartado 5.3.2.4 este acero es el que presenta menores tamaños de inclusión respecto al resto de aceros independientemente de la distancia a la superficie. De todas formas, hay que tener en cuenta que el tamaño de la inclusión viene dado por la conjunción de diversos factores, cada uno de los cuales contribuye en su medida, como se puede ver en la siguiente ecuación obtenida de los resultados de otros investigadores [51]:

$$r_{MnS} = 0.52 \cdot [\% Mn] + 14.54 \cdot [\% S] + 0.0129 \cdot \lambda_2 - 0.022 \cdot \left(-\frac{dT}{dt} \right) - K$$

Ec 5-8

donde r_{Mns} , λ_2 y (dT/dt) hacen referencia al radio de la inclusión, espaciado secundario interdendrítico y velocidad de enfriamiento durante la solidificación respectivamente.

Según esta ecuación porcentajes mayores de Mn y de S y espaciados interdendríticos secundarios altos contribuyen a la formación de inclusiones de MnS de mayor tamaño, mientras que velocidades de solidificación mayores hacen que el tamaño de las inclusiones sea menor. Esto hace que en las zonas más cercanas a la superficie de la palanquilla o palancón, debido a una velocidad de enfriamiento mayor, se tengan menores tamaños de inclusiones respecto a las zonas más interiores.

De todo lo anterior se determina por tanto que durante el proceso de obtención del acero, tanto la velocidad de solidificación empleada como la composición química del acero producido influyen en el tamaño de las inclusiones que se obtendrán en el interior del mismo.

Además de estos factores se ha estudiado como la composición química de las inclusiones junto con la resistencia de la matriz pueden variar las posibilidades de nucleación de cavidades por decohesión de la intercara inclusión-matriz. La presencia de un acero de mayor resistencia (AISI 303) frente al resto de los estudiados, con la existencia de inclusiones del tipo (Mn,Cr)S puede suponer un fortalecimiento de la intercara [43,44], reduciendo la posibilidad de aparición de cavidades en la misma. En la Figura 5 - 75 se muestran las micrografías correspondientes a los ensayos de torsión a rotura de los aceros AISI 303 y S1, a niveles de rotura y para las mismas condiciones de deformación y temperatura. Como se observa se las micrografías el número de cavidades en el acero AISI 303 es prácticamente inexistente, a diferencia de lo que ocurre con el S1. Hay que tener en cuenta además que la composición química de las inclusiones afecta de manera significativa a sus propiedades físicas, puesto que elementos en solución tales como el Fe o el Cr en el interior de las inclusiones suponen un aumento de la dureza de las mismas.

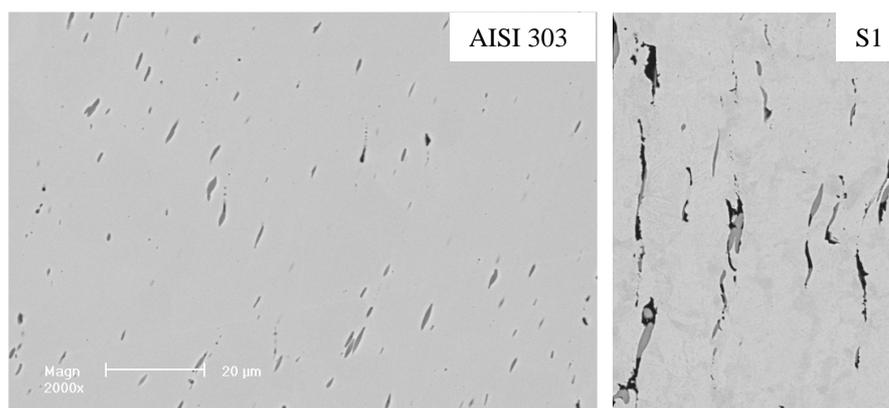


Figura 5 - 75. Nucleación de cavidades durante los ensayos de torsión para los aceros AISI 303 y S1

Todo ello junto la plasticidad relativa entre la inclusión y la matriz, determina la deformación de las inclusiones en mayor o menor grado durante los procesos de conformado en caliente del acero. Hay que tener en cuenta además que el modo de deformación al que están sometidos las inclusiones influye también en su deformabilidad. Esto es debido a que el estado de tensiones varía de un modo de deformación a otro debido a la existencia o ausencia de la triaxialidad de tensiones.

Por último, es necesario mencionar que a parte de todos estos aspectos microestructurales relacionados con las inclusiones, hay otros factores como pueden ser la distribución geométrica de las inclusiones en la matriz (alineaciones o aglomeraciones de inclusiones) o aspectos cristalográficos de las mismas, en cuanto a su naturaleza cristalográfica o a sus relaciones de orientación con la matriz, pueden influenciar tanto caminos favorables para la propagación de grietas como mayores o menores grados de deformabilidad de las inclusiones. Este último aspecto relacionado con la cristalografía de las inclusiones y la propia matriz, se verá con más detalle en el capítulo 6.

5.4. CONCLUSIONES

- La velocidad de deformación, en el intervalo comprendido entre 1 y 5s^{-1} , afecta a la ductilidad en caliente del acero AISI 303 (medida como deformación a rotura en el ensayo de torsión). Su incidencia es mayor a 1100 que a 1200°C.
- La caída de ductilidad existente en los aceros resulfurados se debe a la generación de una alta fracción volumétrica de inclusiones de MnS.
- Las inclusiones de los aceros resulfurados analizados no son sólo sulfuros de Mn puros. Además de la presencia de Pb, Bi o Te en aquellos aceros con dichas adiciones, los análisis de SEM y TEM han mostrado que éstas pueden tener diferentes contenidos de Fe, Cu y Cr (éste último en el caso del acero inoxidable). La presencia de estos elementos va a afectar a la deformabilidad de las inclusiones durante la laminación en caliente.
- Las medidas de nanodurezas (a temperatura ambiente) confirman que la presencia de otros elementos (el Cr) incrementa la dureza de los sulfuros de Mn.
- La situación de las inclusiones respecto a la superficie influencia de la deformabilidad de las mismas. Teniendo en cuenta que el tamaño no parece un factor determinante, las diferentes condiciones de solidificación, que introducirían modificaciones en la presencia de otros elementos en solución, además del Mn, podría ser la razón de dicha diferencia.

- El tamaño de las inclusiones no tiene una influencia significativa en su relación de aspecto en los ensayos de torsión, al contrario que en los ensayos de compresión donde tamaños de inclusión mayores suponen relaciones de aspecto de las inclusiones más elevadas. Ello indicaría que el modo de deformación y la mayor contribución o no de la interara (como es el caso de la deformación a cortadura) estaría interviniendo en la deformabilidad de las inclusiones.
- Bajo condiciones de alta ϵ se ha observado que una mayor velocidad de deformación incrementa el grado de deformación de la inclusión.
- La plasticidad relativa entre la inclusión y la matriz determina la deformación de las inclusiones durante los procesos de conformado del acero. En este sentido y debido a las variaciones de la plasticidad con la temperatura, la deformación de la inclusión a 1200°C es menor que a 1100°C.
- Existe una necesidad de caracterización de la zona cortical que no queda cubierta mediante los ensayos mecánicos. El estudio mediante técnicas de análisis de imágenes, tales como SKIZ, proporciona nuevas herramientas para caracterizar las distribuciones de inclusiones y detectar aglomeraciones o alineaciones de las mismas

5.5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] R. Kiessling, Non-metallic inclusions in steel PART III: The origin and behaviour of inclusions and their influence on the properties of steel, Swedish Institute for metal research. (1968).
- [2] L. Zhongzhu, Y. Kobayashi, K. Nagai, J. Yang, M. Kuwabara, Morphology control of copper sulfide in strip casting of low carbon steel, ISIJ Int. 46 (2006) 744-753.
- [3] H. Morrogh, JISI. 154 (1946) 399-408.
- [4] Y. Murty, T. Kattamis, R. Mehrabian, M. Flemings, Behavior of sulfide inclusions during thermomechanical processing of AISI 4340 steel, Metallurgical and Materials Transactions A. 8 (1977) 1275-1282.
- [5] G.J. Marston, J.D. Murray, Machinability of Low-Carbon Free-Cutting Steel, Journal of the Iron and Steel Institute. June (1970) 568-575.
- [6] B.I. Klevebring, The Deformation of Non-Metallic Inclusions in Steel during Hot Working, Scandinavian Journal of Metallurgy. 3 (1974) 102-104.
- [7] L. Luyckk, Techniques for Controlling Sulfide Inclusions in Steels-Primary Processing Aspects, Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel'74 J. J. y. S. E. DeBarbadillo. Editor ASM: Ohio (1975) 44-69.
- [8] T. Malmerg, G. Runnsjö, B. Aronsson, The Addition of Selenium and Tellurium to Carbon Steels: Their Recovery and Effect on Inclusions and Machinability, Scandinavian Journal of Metallurgy. 3 (1974) 169-172.
- [9] A. Abel, H. Muir, The effect of cyclic loading on subsequent yielding, 21. 2 (1973) 93.

- [10] D. Bhattacharya, D.T. Quinto, Mechanism of Hot-Shortness in Leaded and Tellurized Free-Machining Steels, Metallurgical Transactions A. 11A (1980) 919-934.
- [11] L.E.K. Holappa, A.S. Helle, Inclusion Control in High-Performance Steels, J. Mater. Process. Technol. 53 (1995) 177-186.
- [12] V.A. Tipnis, Calcium Treatment for Improved Machinability, Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel '74 J. J. y. S. E. DeBarbadillo. Editor, ASM;Ohio (1975) 480-495.
- [13] J. Laizhu, C. Kun, H. Hänninen, Effects of the composition, shape factor and area fraction of sulfide inclusions on the machinability of resulfurized free-machining steel, J. Mater. Process. Technol. 58 (1996) 160-165.
- [14] E.T. Turkdogan, Theoretical Aspects of Sulfide Formation in Steel, Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel '74 J. J. y. S. E. DeBarbadillo. Editor,ASM:Ohio (1975) 1-22.
- [15] D.J. Naylor, D.T. Llewellyn, D.M. Keane, Control of machinability in medium carbon steels, Metals Technology. May-June (1976).
- [16] S. Ramalingam, K. Basu, S. Malkin, Deformation index of MnS inclusions in resulfurized and leaded steels, Materials Science and Engineering. 29 (1977) 117-121.
- [17] S. Mostovoy, N. Breyer, The Effect of Lead on the Mechanical Properties of 4145 Steel, Transactions of the ASM. 61 (1968) 219-232.
- [18] D. Smith, A. Nicholson, J.D. Murray, Effects of Composition on Hot Workability of Resulfurized Free-Cutting Steels, Journal of the Iron and Steel Institute. 210 (1972) 412.

- [19] R. Elvira, Z. Idoyaga, M.C. Montero, J. Albarrán, Influencia sobre el comportamiento afatiga de adiciones "ecológicas" de mejora de la maquinabilidad de los aceros especiales, IX Congreso Nacional de Materiales. Vigo (2006) 51-54.
- [20] H. Yaguchi, Effect of soft additives (Pb/Bi) on machinability of low carbon resulfurised free machining steels, Material Science and Technology. 5 (1989) 255-267.
- [21] P.J.H. Maunder, J.A. Charles, Behaviour of non-metallic inclusions in a 0.2% carbonsteel ingot during hot rolling, Journal of the Iron and Steel Institute. (1968) 705-715.
- [22] T.J. Baker, J.A. Charles, Deformation of MnS Inclusions in Steel, Journal of the Iron and Steel Institute. 210 (1972) 680.
- [23] C.M. Sellars, W.J.M. Tegart, Hot Workability, Intern.Met.Reviews. 17 (1972) 158.
- [24] K.B. Gove, J.A. Charles, Further aspects of inclusion deformation, Metals Technology. (1974) 425-431.
- [25] B.I. Klevebring, E. Boggren, R. Mahrs, Determination of Critical Inclusion Size with Respect to Void Formation During Hot Working, Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science. 6 (1975) 319-327.
- [26] C. Luo Thesis, Modeling the behaviour of inclusions in plastic deformation of steels, Royal Inst.of Technology. Stockholm (2001).
- [27] C. Luo, U. Ståhlberg, An alternative way for evaluating the deformation of MnS inclusions in Hot Rolling of steel, Scandinavian Journal of Metallurgy. 31 (2002) 184-190.
- [28] B.I. Klevebring, Determination of Critical Inclusion Size of Plastic Inclusions with Respect to Void Formation During Hot Working, Scandinavian Journal of Metallurgy. 5 (1975) 65-68.

- [29] R. Kiessling, Non-metallic Inclusions in steel, Part III, The iron and Steel Institute. London (1968).
- [30] T. Malkiewicz, S. Rudnik, JISI. 201 (1963) 33-38.
- [31] Z.J. Luo, W.H. Ji, N.C. Guo, X.Y. Xu, Q.S. Xu, Y.Y. Zhang, A ductile-damage model and its application to metal-forming processes, J. Mater. Process. Technol. 30 (1992) 31-43.
- [32] J.R. Rice, D.M. Tracey, On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields*, J. Mech. Phys. Solids. 17 (1969) 201-217.
- [33] F.A. McClintock, A Criterion for ductile fracture by growth of holes, Journal of applied mechanics. 35 (1968) 363.
- [34] A.L. Gurson, Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth. 1. Yield criteria and flow rules for porous ductile media, Journal of Engineering Materials and Technology - Transactions of the Asme. 99 (1977) 2-15.
- [35] V. Tvergaard, On localization in ductile materials containing spherical voids, International Journal of Fracture. 18 (1982) 237-252.
- [36] A.D. Foster, J. Lin, D.C.J. Farrugia, T.A. Dean, Investigation into damage nucleation and growth for a free-cutting steel under hot-rolling conditions, Journal Strain Analysis. 42 (2007) 227-235.
- [37] D. Chae, D.A. Koss, Damage accumulation and failure of HSLA-100 steel, Materials Science and Engineering A. 366 (2004) 299-309.
- [38] D. Chae, J.P. Bandstra, D.A. Koss, The effect of pre-strain and strain-path changes on ductile fracture: experiment and computational modeling, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing. 285 (2000) 165-171.

- [39] J.P. Bandstra, D.A. Koss, A simulation of growth and coalescence of voids during ductile fracture, *Materials Science and Engineering A*. 387-389 (2004) 399-403.
- [40] W. Roberts, B. Lehtinen, K.E. Easterling, An in situ sem study of void development around inclusions in steel during plastic deformation, *Acta Metallurgica*. 24 (1976) 745-758.
- [41] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J.Mater.Res.* 7 (1992) 1564-1580.
- [42] M.C. Revilla Gómez Tesis, Influencia de los Parámetros Microestructurales en la Evolución del Daño durante el Conformado en Caliente de Aceros Resulfurados, Universidad de Navarra. San Sebastian (2008).
- [43] B.J. Cane, C.J. Middleton, Intergranular creep-cavity formation in low-alloy bainitic steels, *Metal Science*. 15 (1981) 295-301.
- [44] L.E. Iorio, W.M. Garrison Jr., Effects of gettering sulfur as CrS or MnS on void generation behavior in ultra-high strength steel, *Scr. Mater.* 46 (2002) 863-868.
- [45] Lamagnere et al., Study of elasto-plastic properties of microheterogeneities by means of nano-indentation measurements: application to bearing steels, *Materials Science and Engineering A*. 215 (1996) 134-142.
- [46] C. Moore Thesis, M.Met. University of Sheffield (1968).
- [47] T.J. Baker, Use of Scanning Electron Microscopy in Studying Sulphide Morphology on Fracture Surface, *Proceedings of International Symposium on Sulfide Inclusions in Steel'74* J. J. y. S. E. DeBarbadillo. ASM: Ohio (1975) 135-158.
- [48] C. Luo, U. Ståhlberg, Deformation of inclusions during hot rolling of steels, *J. Mater. Process. Technol.* 114 (2001) 87-97.

[49] E. Ervasti, U. Ståhlberg, Void initiation close to a macro-inclusion during single pass reductions in the hot rolling of steel slabs: A numerical study, *J. Mater. Process. Technol.* 170 (2005) 142-150.

[50] J. Garrison Warren M., A.L. Wojcieszynski, A discussion of the effect of inclusion volume fraction on the toughness of steel, *Materials Science and Engineering: A.* 464 (2007) 321-329.

[51] R. Diederichs, W. Bleck, Modeling of Manganese Sulphide Formation during Solidification, Part I:Description of MnS Formation Parameters, *Steel Research Int.* 77 (2006) 202-209.

6

INFLUENCIA DE PARÁMETROS CRISTALOGRÁFICOS DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS RESULFURADOS

6.1. INTRODUCCION

En los capítulos anteriores se han considerado aspectos relacionados con las inclusiones pero sin contemplar su interacción con la matriz (más allá del propio grano de austenita). El motivo fundamental es que la propia transformación de la austenita durante el enfriamiento no permite disponer de una adecuada información sobre ésta durante las condiciones de deformación en caliente. Esto no sucede con los aceros inoxidable austeníticos. Es por ello por lo que este capítulo se ha dedicado a analizar las características de la matriz (a nivel de deformación local, cristalografía, etc.) y su interacción con las inclusiones y el daño en el acero inoxidable AISI 303.

6.2. REVISION BIBLIOGRAFICA

6.2.1. Cálculo de la densidad de dislocaciones durante la deformación en caliente

6.2.1.1. Cálculo a partir de la curva de fluencia del material

Los procesos de deformación en caliente del material, es decir, aquellos realizados por encima de su temperatura de recristalización, son necesarios cuando se quieren conseguir aspectos como pueden ser incrementos en la ductilidad y resistencia al impacto del material o cuando se desea una gran homogeneidad del mismo. Durante el conformado en caliente, los procesos que controlan el tamaño de grano resultante son la recristalización estática y dinámica, que dependen a su vez de la microestructura inicial del material, su composición química, las condiciones de deformación (temperatura, velocidad de deformación y el grado de deformación solicitada) y el crecimiento de grano.

A partir de ensayos realizados en laboratorio, compresión o torsión, se han obtenido las curvas de fluencia del material (curvas tensión-deformación, ya expuestas en capítulos anteriores) que reflejan el comportamiento en caliente del material.

En este tipo de curvas se pueden divisar tres zonas (Figura 6 - 1):

- Una zona de endurecimiento y de restauración dinámica.
- Una etapa de transición donde se observa una caída de la tensión debida a la recristalización dinámica. Esta caída puede ser de forma continua (recristalización dinámica de pico simple) o con forma de oscilaciones (recristalización dinámica de pico múltiple).
- Una zona de tensión constante, etapa de saturación, de estado estable.

En algunos materiales y bajo determinadas condiciones, no se observa esta caída de tensión y la curva está compuesta solamente de dos etapas sin presentar transición.

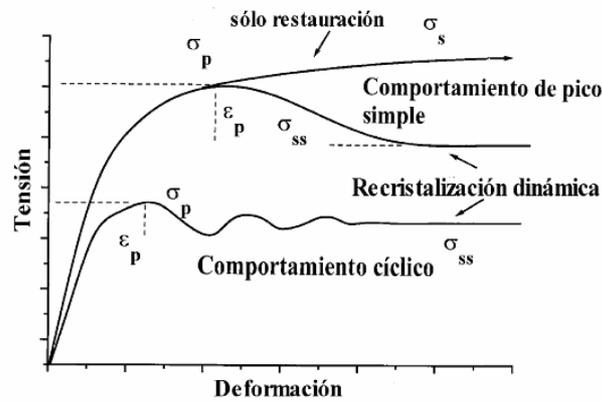


Figura 6 - 1. Representación esquemática de la recristalización dinámica discontinua en diferentes condiciones de deformación [1]

I. Etapa de endurecimiento y de restauración dinámica.

Esta etapa se caracteriza por la multiplicación de dislocaciones (hasta un millón de veces) como consecuencia del acomodo de la red cristalina con la deformación aplicada. Estas dislocaciones se mueven en la red cristalina por deslizamiento o por escalada, dependiendo de la temperatura y de los tipos de obstáculos que encuentran en su recorrido. A valores bajos e intermedios de temperatura, el proceso de deformación está controlado por el deslizamiento, mientras que a temperaturas altas, lo que domina es la escalada de dislocaciones y en consecuencia, el proceso es controlado por la difusión.

A medida que se deforma el material, su resistencia y su dureza aumentan mientras que su plasticidad disminuye. Este fenómeno se llama acritud o endurecimiento por deformación.

La restauración es un mecanismo de reordenación y eliminación de las dislocaciones formando subceldas o aniquilándose entre ellas. La

restauración de dislocaciones no es sólo proceso microestructural sino una serie de micromecanismos, representados esquemáticamente en la Figura 6 - 2.

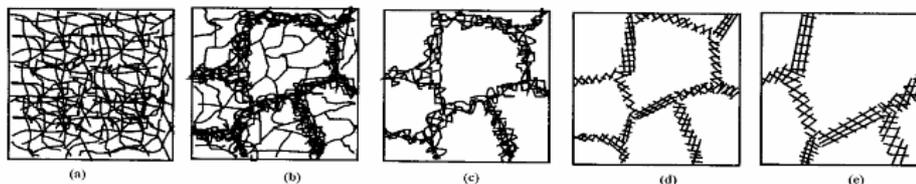


Figura 6 - 2. Diferentes etapas del endurecimiento y de la restauración dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) Formación de subgranos, e) y su crecimiento[1]

La modelización de las inclusiones será por tanto el resultado de un balance entre las dislocaciones generadas y almacenadas (endurecimiento) y su reordenación y aniquilación (restauración dinámica). La ecuación (Ec. 6 - 1) que expresa este mecanismo competitivo es la siguiente:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{almacenadas} - \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{restauradas} \quad \text{Ec.6 - 1}$$

La resolución de esta ecuación se puede considerar como la respuesta más empleada para la modelización del endurecimiento y de la restauración dinámica durante la deformación en caliente. Cuando se resuelve la Ec. 6 - 1 en términos de densidad de dislocaciones, se puede pasar a la tensión aplicando la ecuación siguiente [2-4]:

$$\sigma = \alpha G b \rho^{0.5} \quad \text{Ec. 6 - 2}$$

aquí, α es un factor geométrico, μ es el módulo de cizalladura (MPa) y b el vector de Burgers (m).

Esta ecuación permite por tanto realizar un cálculo de la densidad de dislocaciones en el material a partir de las curvas tensión-deformación:

$$\rho = \left(\frac{\Delta\sigma}{\alpha \cdot G \cdot b} \right)^2 \quad \text{Ec.6 - 3}$$

II Etapa de transición

La recristalización dinámica consiste en la nucleación de nuevos granos que permite eliminar una parte de las dislocaciones generadas durante la etapa anterior. Su inicio necesita un tiempo de incubación antes de que su efecto ablandador marque la caída de tensión observada en las curvas de fluencia. La etapa de transición está acompañada de una disminución de la densidad de dislocaciones.

La recristalización dinámica empieza antes de alcanzar la deformación de pico ε_p a un valor de deformación crítica ε_c . Sin embargo, el ablandamiento que se produce justo después de ε_c es local mientras que el ablandamiento a una escala mayor se produce al sobrepasar ε_p .

El tipo de recristalización, pico único o pico múltiple depende de las condiciones de trabajo [5]. Al aumentar la temperatura, una curva de pico simple se transforma en una curva de pico múltiple y el mismo cambio se observa al disminuir la velocidad de deformación. Esta equivalencia entre aumentar la temperatura y disminuir la velocidad de deformación, es debida a la actuación de los procesos activados térmicamente. Es decir que al aumentar la temperatura, el tiempo necesario para la actuación térmica disminuye mientras que bajar la temperatura disminuye la amplitud de las fluctuaciones térmicas.

III Estado estable o de saturación.

La tensión del estado estable, marca el estado donde la microestructura evoluciona a nivel local (los granos) de manera permanente y la mantiene globalmente (al nivel del material) constante. Los valores de los parámetros microestructurales permanecen también constantes (densidad de dislocaciones, tensión de estado estable, tamaño promedio de grano recrystalizado). Esta situación se debe a un estado de equilibrio dinámico entre las cinéticas de nucleación y crecimiento de los nuevos granos por una parte y las cinéticas de endurecimiento y restauración por otra parte.

Se puede relacionar la tensión de saturación (o de estado estable) con el tamaño promedio de los granos recrystalizados. Pero hay que decir que el tamaño de grano inicial no tiene influencia sobre el tamaño del grano recrystalizado en el caso de la recrystalización dinámica.

6.2.1.2.Cálculo de la densidad de dislocaciones a partir de parámetros cristalográficos

Varios investigadores [6] realizan una aproximación bibliográfica detallada para el cálculo de la densidad de dislocaciones geométricamente necesarias (GND). Presentan para ello dos métodos distintos.

El primer método sigue los métodos y modelos utilizados por Kubin y Mortensen [2] basados en la teoría proporcionada por Gao y colaboradores [3] de modo que la densidad de GND es calculada a partir del ángulo de desorientación ν

$$\rho_{gnd} = \frac{2\nu}{ub} \quad \text{Ec. 6 - 4}$$

donde u es una unidad de longitud y b es la magnitud del vector de Burgers. El valor de la desorientación se mide a partir de datos cristalográficos proporcionados por la técnica EBSD [7,8], a partir del parámetro de desorientación media de Kernel (KAM). El valor KAM permite cuantificar el valor de desorientación media alrededor de un determinado punto, con relación a una población de puntos vecinos definida (ver apartado de Técnicas Experimentales EBSD del capítulo 3).

El segundo método de evaluación de la densidad de GND se basa en el cálculo de tensor de densidad de dislocaciones completo, como se sugiere en [9]. Los componentes del tensor α_{pi} se obtienen a partir de los gradientes de orientación $g_{ij,k}$

$$\alpha_{pi} = e_{pkj} g_{ij,k} \quad \text{Ec. 6 - 5}$$

donde e indica el símbolo de permutación y los gradientes de orientación se obtienen a partir de los mapas de orientación proporcionados por EBSD.

6.2.2. Interacción entre recristalización dinámica y distribución de inclusiones

Como se verá a lo largo del presente capítulo, el material sufre recristalización dinámica antes de que la probeta se rompa. Según varios autores [10-13] la recristalización puede mejorar la ductilidad en caliente, aislando las grietas y las inclusiones en los nuevos granos recristalizados por la migración de junta de grano que tienen lugar durante la recristalización.

La Figura 6 - 3 muestra las posibles localizaciones de las inclusiones de MnS en los granos de austenita [14]. Cuando las inclusiones están localizadas dentro del grano la probabilidad de que las grietas se propaguen durante la deformación es menor. Sin embargo, cuando las inclusiones se encuentran en los bordes de grano, las grietas encuentran un camino fácil para su propagación y coalescencia con otras grietas formadas a partir de inclusiones cercanas. Por lo tanto, cualquier aumento de velocidad de deformación o disminución de temperatura conducirá a menores valores de ductilidad en caliente. Puesto que el tamaño de grano recristalizado es menor, la probabilidad de que las inclusiones y las grietas nucleadas queden aisladas dentro de los nuevos granos será menor.

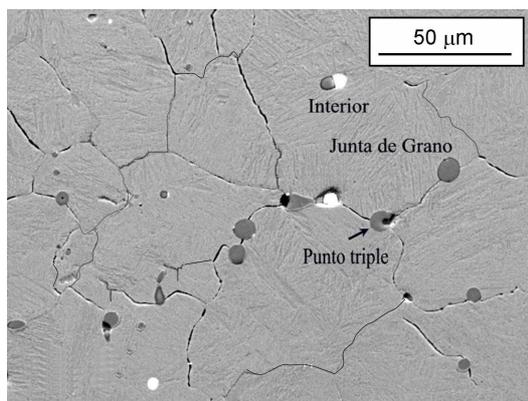


Figura 6 - 3. Localización de las inclusiones de MnS en los granos de austenita [14]

6.3. MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES

6.3.1. Obtención de mapas EBSD

La obtención de los mapas de EBSD se ha realizado tanto en los equipos del SEM como en los del FEG-SEM. El comportamiento cristalográfico de la matriz de los aceros se ha estudiado con los barridos proporcionados por el SEM, y ante la imposibilidad de indexado de las inclusiones de MnS en este equipo, se ha acudido a los barridos del FEG-SEM para la caracterización cristalográfica de las inclusiones. Para los barridos del SEM se ha utilizado un paso de 1 mientras que para los de Feg-SEM se ha empleado un paso de 0.1.

Se han hecho 3 barridos por cada condición de deformación ensayada. La Figura 6 - 4 muestra un esquema de la situación de los barridos realizados en el caso de la probeta de torsión.

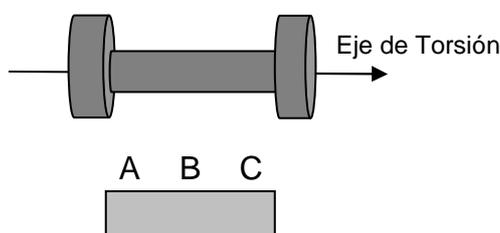


Figura 6 - 4. Esquema de obtención de barridos EBSD en la probeta de torsión y zonas de realización de los barridos de EBSD en plano a 0.9R

6.3.2. Metodología utilizada en el cálculo de dislocaciones

Se han aplicado dos metodologías para el cálculo de la densidad de dislocaciones. Por un lado se ha calculado la densidad de dislocaciones geoméricamente necesarias (GND) (Ec. 6 - 6) a partir de los parámetros de desorientación proporcionados por los datos KAM de los barridos de EBSD; y por otro lado, y permitiendo validar estos resultados de EBSD, se ha calculado la densidad de dislocaciones a partir de los datos de la curva de fluencia del material (Ec. 6 -7).Debe

6. INFLUENCIA DE PARÁMETROS CRISTALOGRAFICOS DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOS RESULFURADOS

tenerse en cuenta que en el primer caso las medidas van a ser locales, a diferencia de lo que ocurre con los valores obtenidos a partir de la curva tensión-deformación.

$$\rho_{gnd} = \frac{2 \cdot v}{u \cdot b} \quad \text{Ec. 6 - 7}$$

$$\rho = \left(\frac{\Delta \sigma}{\alpha \cdot G \cdot b} \right)^2 \quad \text{Ec. 6 - 8}$$

Hay que tener en cuenta que para el cálculo de los valores de desorientación mediante KAM no se han considerado valores de la desorientación por debajo de 2°, ya que se supone que pertenecen a juntas de subgrano.

6.4. RESULTADOS Y DISCUSION

6.4.1. Heterogeneidad en la distribución de deformaciones

A continuación se resumen los resultados obtenidos en cuanto a las orientaciones cristalográficas que vienen dadas por los mapas IPF de la técnica EBSD para los ensayos de torsión y compresión. En este sentido la técnica de EBSD ha resultado ser una poderosa herramienta para el estudio de los cambios microestructurales que tienen lugar durante la deformación en caliente [15-17]. Junto con estos mapas aparecerán además los mapas Kernel, con las medidas de valores KAM de desorientación que van a permitir realizar un estudio de los procesos de recrystalización dinámica que han tenido lugar. Estos mapas se mostrarán para el acero AISI 303 y AISI 304. El resto de mapas se pueden ver en el Anexo I de este capítulo.

En la Figura 6 - 5 se muestran los mapas IPFs correspondientes al acero AISI 303 para el hombro de la probeta de torsión, es decir, con deformación nula. En las figuras se observan las orientaciones cristalográficas de los granos columnares de partida. No se aprecia una tendencia hacia una orientación determinada.

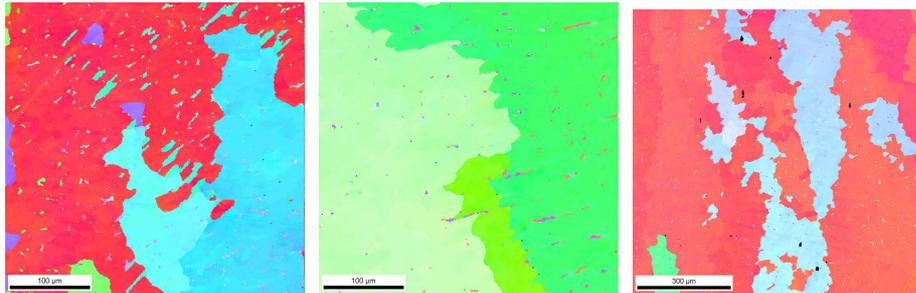


Figura 6 - 5. Mapas IPFs del hombro de la probeta de torsión ($\epsilon=0$, 1100°C) para el acero AISI 303

En la Figura 6 - 6, Figura 6 - 7, Figura 6 - 8 y Figura 6 - 9 se muestran las IPFs y los mapas Kernel correspondientes a los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C y $1s^{-1}$ y varias deformaciones (0.2, 1, 2 y 2.5). Esta última corresponde a la

deformación de rotura de la probeta en estas condiciones. Hay que destacar que cada una de los 3 mapas que aparecen en cada figura, corresponden a la misma probeta pero en zonas diferentes. Se observa cómo a medida que aumenta la deformación aumenta la fracción recristalizada en el material con la nucleación de granos cada uno de los cuales posee una orientación cristalográfica determinada.

En el acero AISI 303 se ha observado que la activación de la recristalización dinámica es muy heterogénea a la largo de una misma muestra con unas condiciones de deformación determinadas (Figura 6 - 7). Hay regiones completamente recristalizadas, mientras que en otras la deformación se acumula y la recristalización no ocurre incluso a niveles de deformación cercanos a la rotura. Este hecho, propio seguramente de la recristalización dinámica, influye de manera significativa en la deformación de las inclusiones como se verá posteriormente. La recristalización dinámica va a suponer un ablandamiento de las zonas donde ésta ocurre debido a la generación de nuevos granos, por lo que la interacción entre matriz e inclusión cambiará.

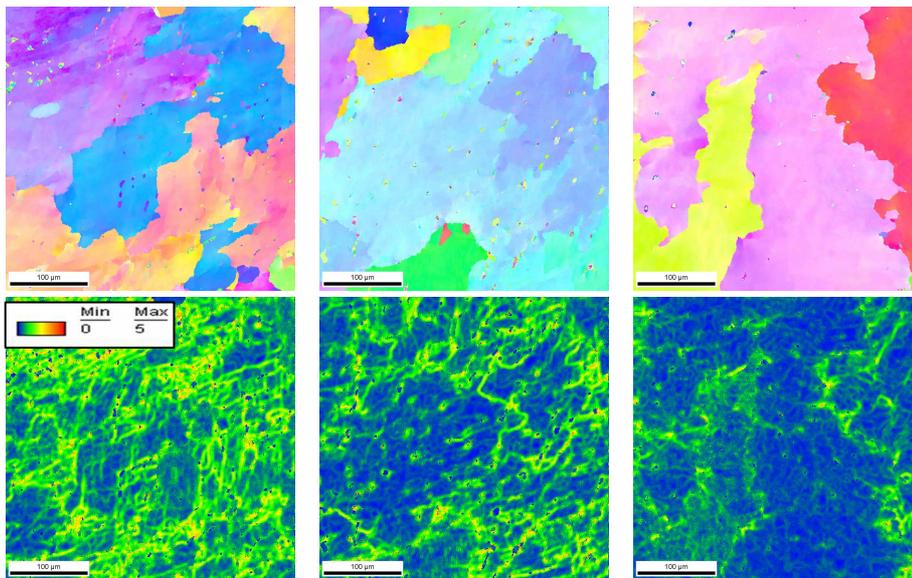


Figura 6 - 6. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C , 1s^{-1} y $\epsilon=0.2$

En todo este contexto se observa además que puede ser relevante la propia cristalografía del grano en cuanto al reparto de deformaciones existente. A bajas deformaciones, como se observa en la Figura 6 - 6 anterior y en la Figura 6 - 52 y Figura 6 - 53 del anexo I no se ha producido todavía la recristalización dinámica (tal y como predicen las curvas tensión-deformación estudiadas en el capítulo anterior, teniendo en cuenta que el valor de la deformación se encuentra por debajo de la tensión crítica ϵ_c), de modo que lo que se puede observar en los mapas IPFs en estas condiciones son granos grandes deformados. Sin embargo, tal y como se observa en los mapas Kernel de estas figuras, la acumulación de deformación es muy distinta de un grano a otro o de una determinada zona de la probeta a otra. Se intuye por tanto que la orientación cristalográfica del grano inicial de partida puede influenciar el reparto de la deformación durante el conformado en caliente del acero. A deformaciones mayores (Figura 6 - 8 y Figura 6 - 9) y tal y como predicen las curvas tensión-deformación, por estar por encima de la deformación crítica ϵ_c y la deformación de pico ϵ_p , se observa ya la existencia de la recristalización dinámica, sin embargo como ya se ha comentado ésta no es completa y existe bastante heterogeneidad en cuanto a su aparición de una a otra zona de una misma muestra [18,19].

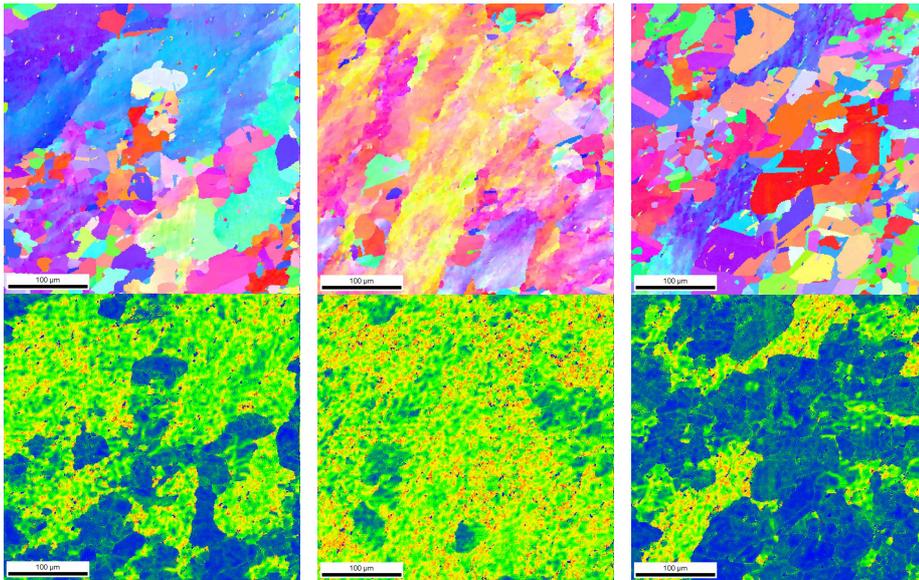


Figura 6 - 7. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 1s⁻¹ y ε=1

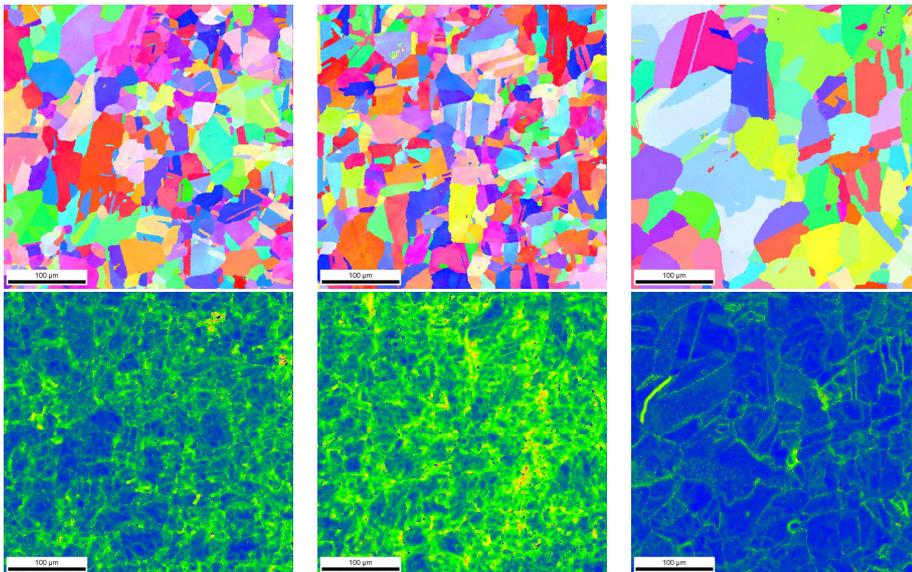


Figura 6 - 8. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 1s⁻¹ y ε=2

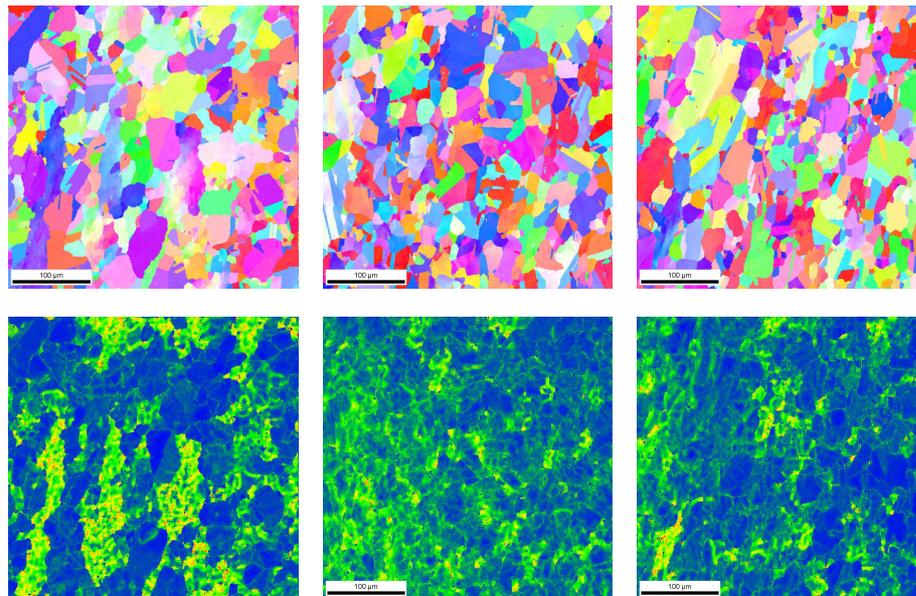


Figura 6 - 9. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C , 1s⁻¹ y ε=2.5

El resto de IPFs y mapas Kernel para las diferentes condiciones de torsión se encuentran en el Anexo I.

En las Figura 6 - 10 y Figura 6 - 11 se muestra la evolución del parámetro KAM medio (media geométrica de los valores KAM en cada área) en función de la deformación aplicada durante los ensayos de torsión del acero AISI 303. Los valores a 1s⁻¹ aparecen marcados en rojo mientras que los negros corresponden a los datos a 5s⁻¹. Junto con estos datos aparecen sus correspondientes curvas tensión-deformación a rotura para cada determinada condición. Como se observa en estas gráficas, inicialmente existe un aumento en los valores KAM hasta un valor determinado de la deformación, momento a partir del cual la disminución existente indica la presencia de los procesos de ablandamiento debidos a la recristalización dinámica. Hay que indicar que en general la caída en los valores KAM se producen una vez se ha sobrepasado la deformación crítica.

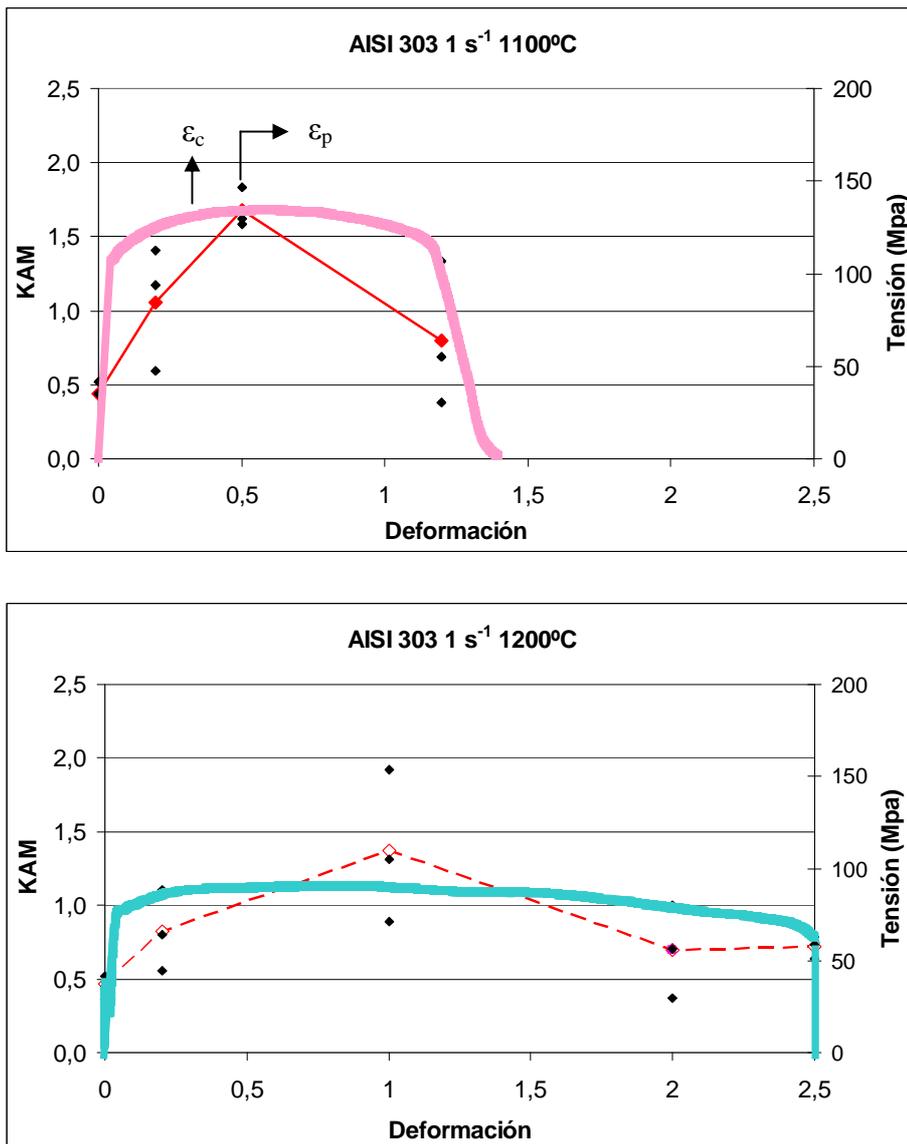


Figura 6 - 10. Evolución del KAM medio frente al valor de deformación para el acero AISI 303 y curva de tensión-deformación (1100°C y 1200°C, 1s-1)

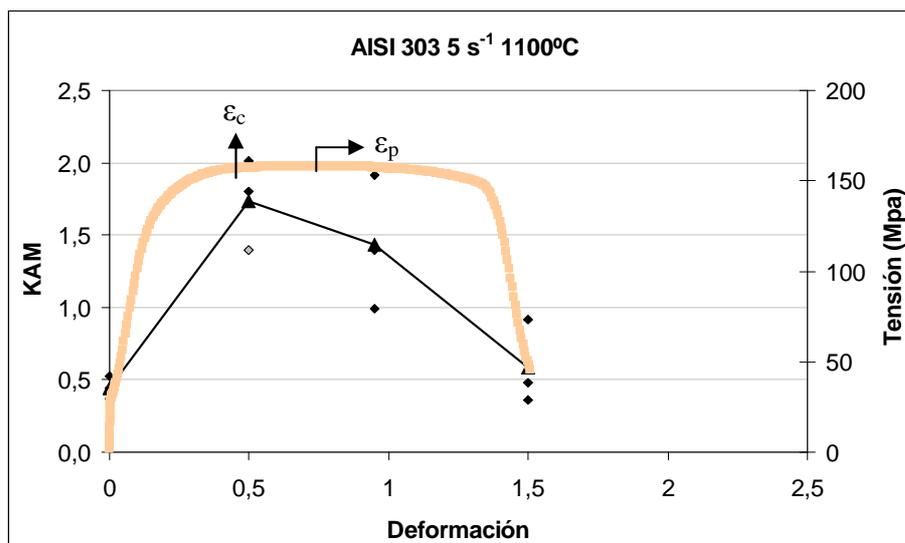


Figura 6 - 11. Evolución del KAM medio frente al valor de deformación para el acero AISI 303 y curva de tensión-deformación (1100°C , 5s⁻¹)

De la misma forma que ocurre en los trabajos realizados por otros investigadores para aceros inoxidables duplex [20], los valores KAM aumentan con el valor de la deformación, siempre y cuando sólo haya acumulación de deformación y todavía no hayan comenzado los fenómenos de ablandamiento. Tanto en los trabajos realizados por estos investigadores (Figura 6 - 12) como en los del presente trabajo, esto ocurre hasta deformaciones $\epsilon=0.5$ para casi todas las condiciones (1100°C). Hay que tener en cuenta que en los resultados de [20] los ensayos empleados son de tracción por lo que, como ya se comentó en el capítulo 5, las ductilidades y por tanto la deformación a rotura van a ser menores, debido al distinto comportamiento que tiene el material frente a los diferentes modos de deformación. Los ensayos de torsión permiten predecir el comportamiento del material en un rango más amplio de deformaciones, debido a que las deformaciones de rotura van a ser mayores que en tracción. Para valores mayores de deformación los resultados del trabajo predicen zonas de comienzo de la recrystalización, con una disminución de los valores de KAM medios, como se observa en la Figura 6 - 11. De todas formas, se observa algún

valor de KAM por encima del valor medio, probablemente como consecuencia del carácter dinámico de la recrystalización y de la acumulación de deformación. A este problema hay que añadir que el KAM es una medida muy local y por lo tanto se puede estar obteniendo información sobre regiones que se encuentran en diferentes momentos del ciclo de endurecimiento-deformación [5,21,22].

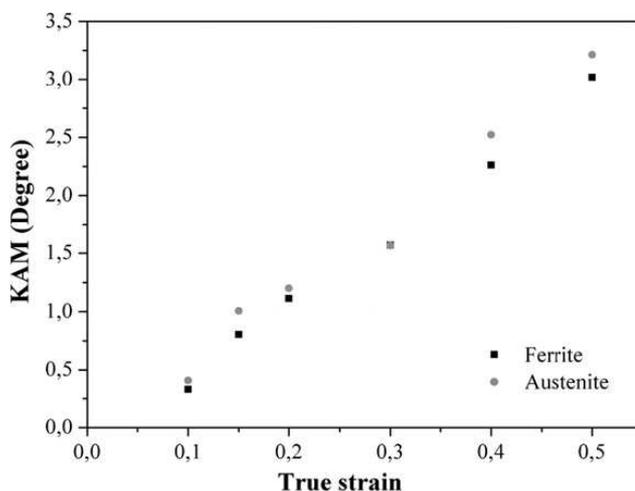


Figura 6 - 12. Valores KAM (desorientación media Kernel) en función de la deformación para la fase ferrita y austenita [20]

En las Figura 6 - 13, Figura 6 - 14 y Figura 6 - 15 se muestran las IPFs y los mapas Kernel correspondientes a los ensayos de torsión del acero AISI 304 a las condiciones de 1100°C y 1s⁻¹ y varias deformaciones (0.15, y 2.5), coincidiendo esta última con la deformación de rotura de la probeta en estas condiciones. También se muestran mapas a las condiciones de 1200°C, 5s⁻¹ y ε=0.8. Al igual que en los mapas anteriores cada una de las Figuras contienen mapas de una misma probeta. El comportamiento que se aprecia en este acero es similar al anterior, la recrystalización dinámica es heterogénea, hay zonas donde se pueden apreciar los núcleos de nuevos granos mientras que en otras la recrystalización dinámica todavía no se ha activado.

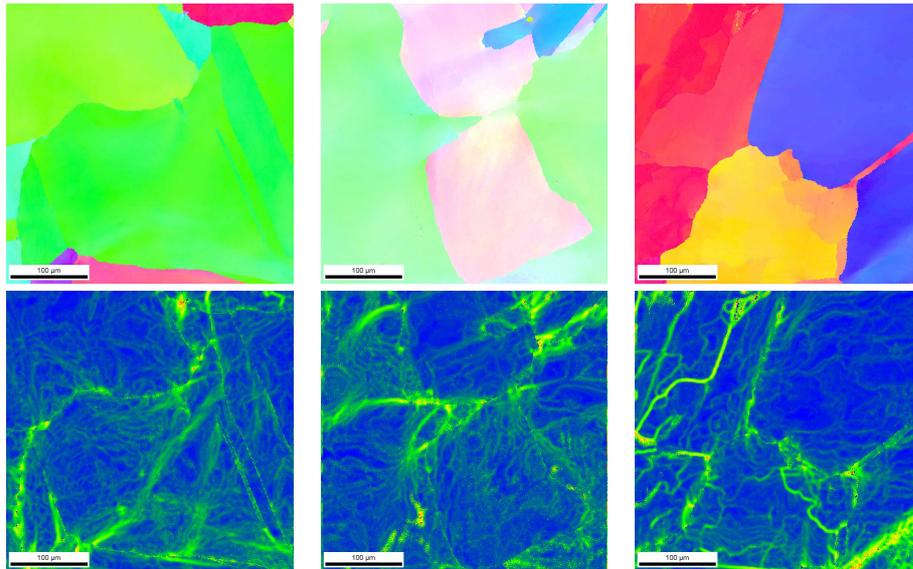


Figura 6 - 13. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 304 a las condiciones de 1100°C 1s^{-1} y $\epsilon=0.15$

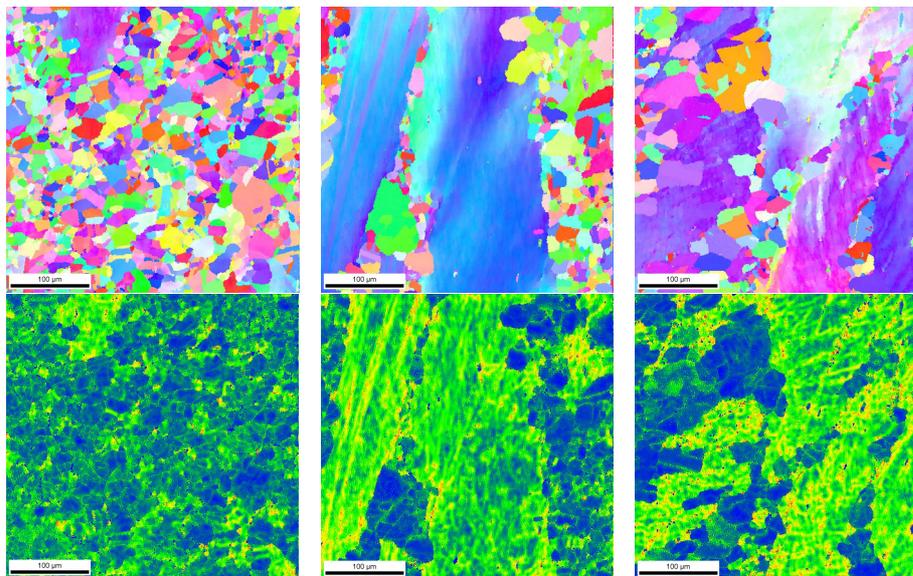


Figura 6 - 14. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 304 a las condiciones de 1100°C 1s^{-1} y $\epsilon=2.5$

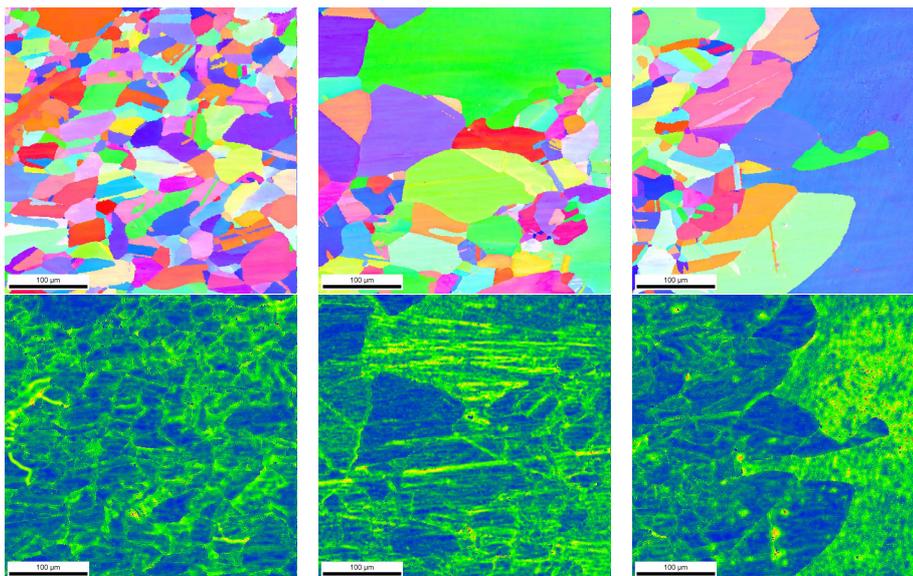


Figura 6 - 15. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 304 a las condiciones de 1200°C 5s^{-1} y $\varepsilon=0.8$

Se podría pensar en la posibilidad de que las propias inclusiones actúen como lugares de nucleación para la recrystalización, ya que muchas de ellas están localizadas en junta de grano. Por tanto, podría darse el caso de que la distribución de inclusiones influya en el comportamiento heterogéneo en cuanto al comienzo de la recrystalización. Sin embargo, se conoce de trabajos anteriores que la nucleación de estos nuevos granos parece ser independiente de la presencia de inclusiones [14,23].

Este comportamiento heterogéneo en la recrystalización dinámica con la presencia de algunas zonas prácticamente recrystalizadas frente a otras donde se observan granos deformados, también ha sido observado en aceros no resulturados con tamaños de grano de partida grandes [24]. Este hecho se evidencia aún más para el caso de este acero AISI 303, cuyos granos de partida provienen de la estructura columnar típica de la solidificación, caracterizados por su gran tamaño.

Todos los resultados mostrados hasta ahora provienen del acero AISI 303 para el modo de deformación por torsión. Se podría pensar que es debido a la influencia de este tipo de deformación por lo que la recristalización se esta comportando de un modo heterogéneo. Sin embargo, como se muestra en la Figura 6 - 16 y Figura 6 - 17 para los ensayos de compresión en dirección transversal del acero AISI 303 a las temperaturas 1100°C y 1200°C con deformación $\epsilon=1$, la recristalización con este modo de deformación por compresión continua siendo heterogénea, comenzando antes en algunos puntos respecto a otros. En este caso se ha podido detectar que a la temperatura menor de 1100°C la recristalización es más lenta, de modo que las diferencias entre las zonas recristalizadas y no recristalizadas son más evidentes. Este comportamiento evidencia que más allá de la deformación de pico, todavía falta tiempo para que se complete la recristalización dinámica [19,25]. Los barridos de EBSD del resto de condiciones de compresión ensayadas se pueden consultar en el Anexo I.

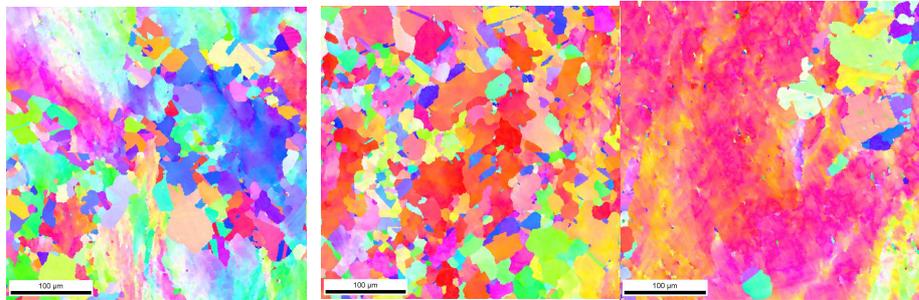


Figura 6 - 16. Mapas IPFs de los ensayos de compresión del acero AISI 303 (1100°C, $1s^{-1}$ y $\epsilon=1$)

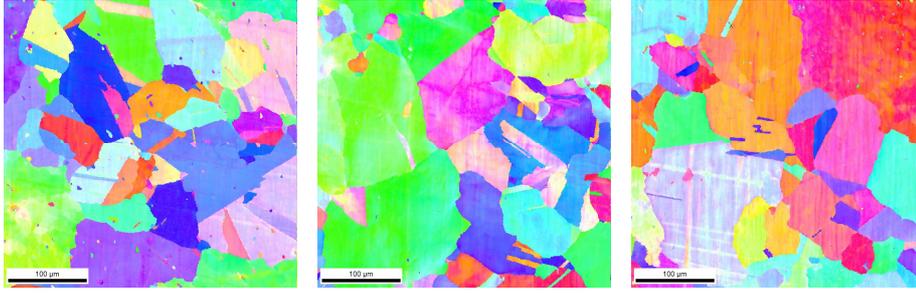


Figura 6 - 17. Mapas IPFs de los ensayos de compresión del acero AISI 303
(1200°C, 1s⁻¹ y ε=1)

6.4.2. Influencia cristalográfica en el daño presente en el material

Con el objetivo de ver la posible influencia de la cristalografía en el daño presente en el material, se han realizado mapas de EBSD de las grietas obtenidas durante los ensayos de compresión de las probetas transversales del acero AISI 303. En la Figura 6 - 18 aparecen los mapas IPFs y Kernel en la zona local de las grietas. En principio no parece existir una correlación directa entre la propagación de las grietas y las orientaciones cristalográficas de los granos aunque en algunos casos lo que sí se ha percibido es el comienzo de la recristalización dinámica en punta de grieta, causada probablemente por la zona local de deformación plástica que se produce en esta zona (si bien hay que reconocer que su extensión es seguramente mayor que la de la zona de concentración de la deformación asociada a la punta de la grieta).

Como se observa, en las zonas donde se ha producido la recristalización dinámica los valores de desorientación, que se observan en el mapa Kernel, disminuyen drásticamente adquiriendo un tono más azulado respecto a otras zonas.

Hay que destacar que la existencia de granos columnares tan grandes con orientaciones cristalográficas diferentes puede promover la propagación de grietas hacia zonas bastante interiores del material, impidiendo que éstas sean totalmente eliminadas durante el proceso de oxidación en el horno (todo ello con relación a posibles apariciones de grietas durante la colada continua en las operaciones de curvado/enderezado).

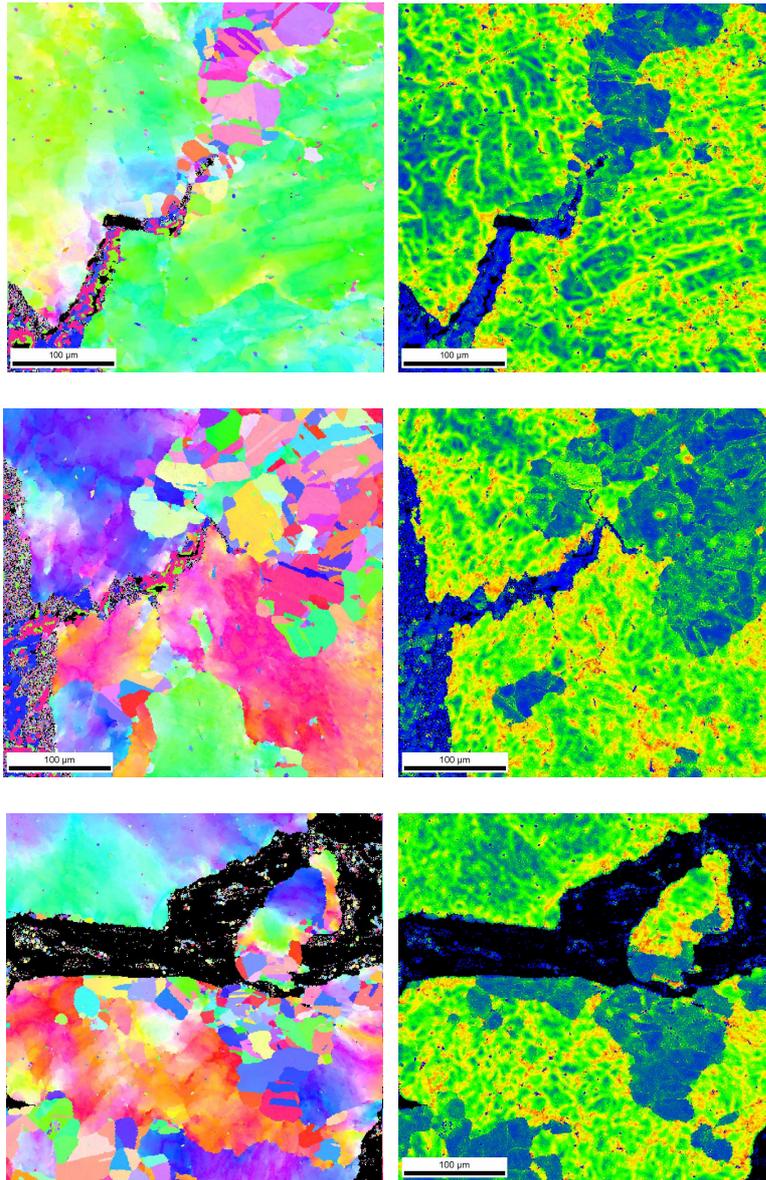


Figura 6 - 18. Mapas IPFs y Kenel en zonas agrietadas del acero AISI 303

6.4.3. Presencia y Deformación de inclusiones durante la recristalización dinámica

Como se ya se ha comentado en el apartado anterior, existe en el acero AISI 303 una heterogeneidad en la distribución de deformaciones que hace que no todas las secciones de una misma probeta de torsión hayan alcanzado por igual la recristalización dinámica. Es por este motivo por el que, como se observa en la Figura 6 - 19, existe una heterogeneidad evidente en algunas zonas de la microestructura en relación al tamaño de grano existente. Esta heterogeneidad es importante tenerla en cuenta ya que puede afectar a la aparición de daño debido a la presencia de inclusiones. Hay que recordar en relación a ello, que un tamaño de grano recristalizado mayor supondrá una reducción de las posibilidades de aparición de inclusiones en junta de grano, disminuyendo así los caminos más favorables para la propagación de grietas.

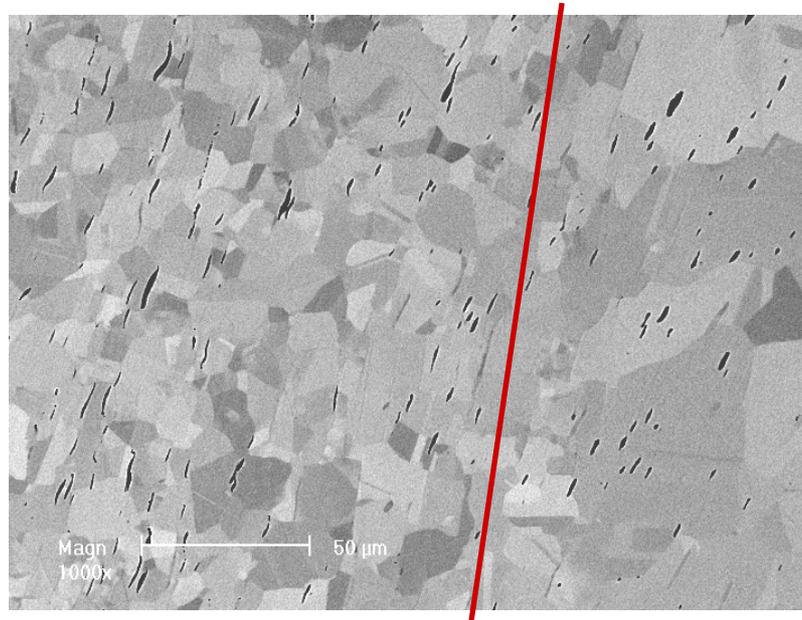


Figura 6 - 19. Heterogeneidad en el tamaño de grano durante los ensayos de torsión del acero AISI 303

Por otra parte se ha observado en todos los aceros cómo en comportamiento de las inclusiones durante la deformación no es el mismo para todas las inclusiones, incluso a iguales niveles de deformación. Existen áreas donde las inclusiones están alargadas, mientras que en otras regiones las inclusiones mantienen una forma globular, a pesar de que la deformación macroscópica externa es la misma. En general y como se puede observar en la Figura 6 - 20 y Figura 6 - 21, las inclusiones más globulares están localizadas en zonas donde la recrystalización dinámica no ha empezado todavía, mientras que las inclusiones más alargadas se encuentran en zonas donde ya ha sido activada la recrystalización. Éste es además otro ejemplo de la gran influencia que tiene la matriz en el comportamiento en deformación de las inclusiones.

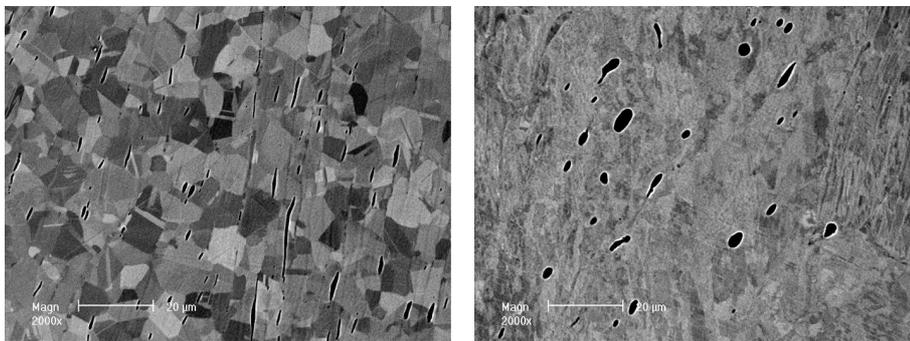


Figura 6 - 20. Diferencias de alargamiento de las inclusiones de MnS en función de su localización en la matriz. Izq: 1200°C, 5s⁻¹, ε= 1. Dcha: 1100°C, 5s⁻¹, ε=1

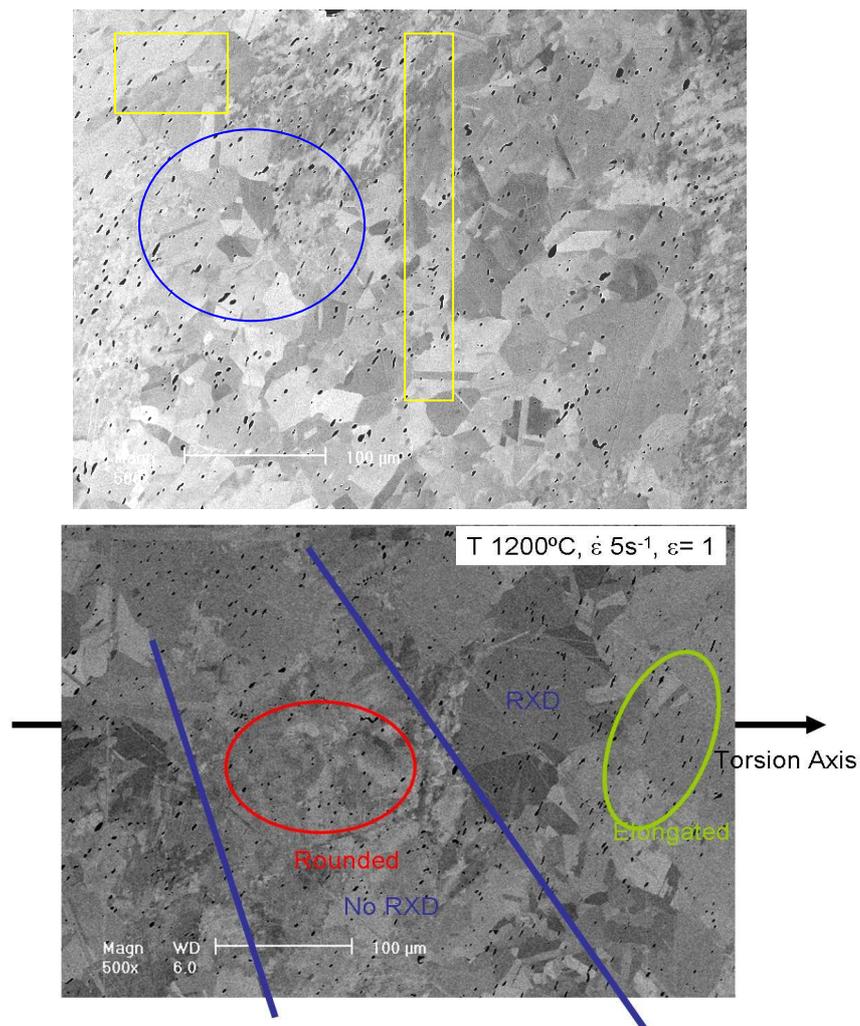


Figura 6 - 21. Diferencias en el comienzo de la recristalización dinámica en la matriz y su influencia en la deformación de las inclusiones

De todas formas, y como se verá en apartados posteriores, la evolución de la matriz no va a ser el único factor que influya en la deformación de las inclusiones, se verá como la propia naturaleza de las inclusiones, a nivel de su cristalografía, es un aspecto a tener en cuenta.

6.4.4. Relación de orientación entre inclusiones y matriz

La relación de orientación existente entre las inclusiones de sulfuro de manganeso y la matriz del acero que las contiene es otro factor a considerar, ya que pueden existir desorientaciones determinadas entre matriz e inclusión que den lugar a una mayor deformación de las inclusiones e incluso a una mayor o menor aparición de cavidades por descohesión de la intercara entre la matriz y la inclusión.

En la referencia [26] se refleja como las inclusiones se deforman más cuando la dirección [001] está alineada con la dirección de deformación. Por otro lado se sabe que la deformación relativa entre la inclusión y la matriz es totalmente dependiente de la dureza de ambas fases, mientras que se encontró ser independiente de la velocidad de deformación.

Con anterioridad a la presentación de los resultados de desorientación se indicará el criterio seguido para la definición de juntas, teniendo en cuenta de que éstas además pueden ser de tres tipos: junta o subjunta de grano de la matriz, junta o subjunta en el interior de la inclusión e intercara entre matriz e inclusión. Cada una de ellas pueden obedecer a las siguientes características:

- Junta de bajo ángulo: definida como aquella junta cuya desorientación está comprendida entre 4 y 15°.
- Junta de alto ángulo: definida como aquella junta cuya desorientación es mayor de 15°.

Los resultados que se presentan a continuación se centran en la intercara, permitiendo establecer la desorientación existente entre inclusiones y matriz. En la Figura 6 - 22 se muestran dos barridos de EBSD representados por los mapas IPFs donde además aparecen las desorientaciones de cada inclusión con respecto a la matriz para el acero AISI 303. Estos barridos se han realizado sobre el hombro de la probeta de torsión de este acero. Las desorientaciones medias de todas las inclusiones con respecto a la matriz para estos mapas son de 41 y 45°, por lo que es evidente que la intercara queda establecida como junta de alto ángulo.

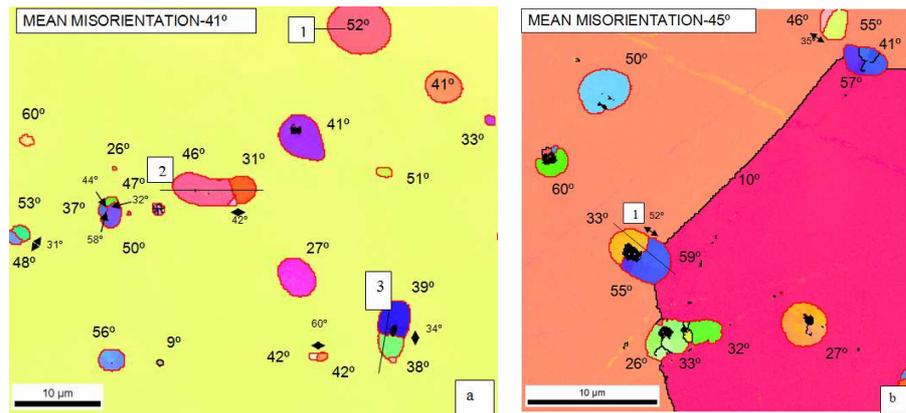
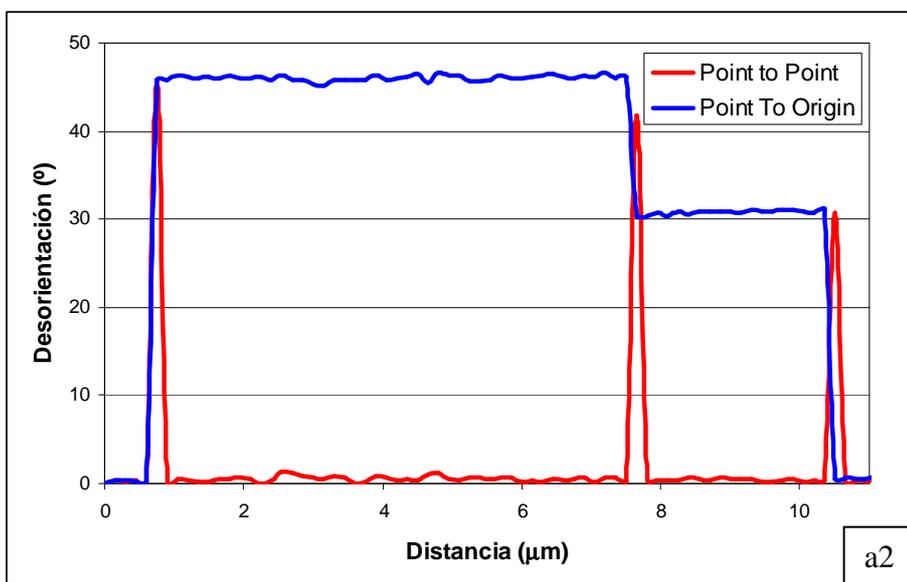
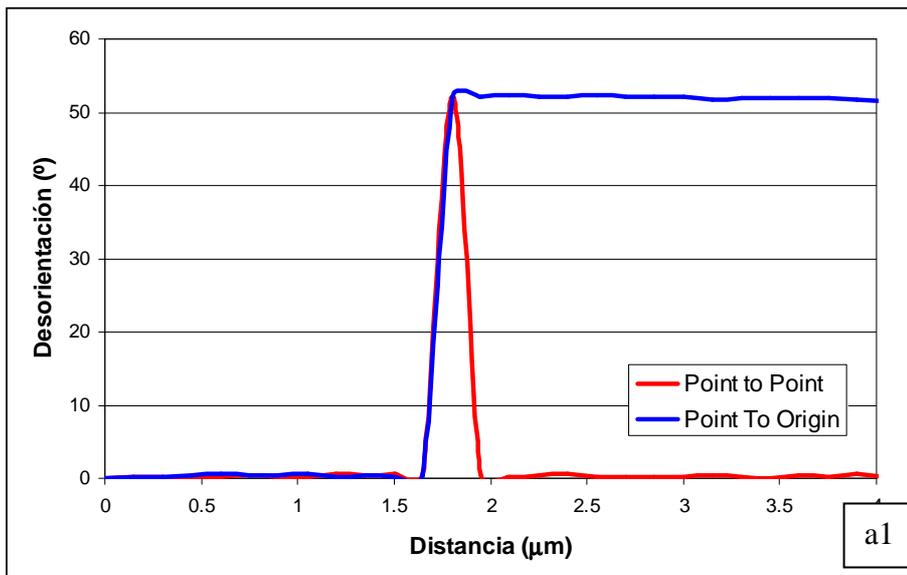


Figura 6 - 22. Mapas IPFs y valores de desorientación entre las inclusiones y la matriz

En las gráficas de la Figura 6 - 23 se muestran los perfiles de desorientación correspondientes a las inclusiones 1,2,3 del mapa a y la 1 del mapa b. En estos perfiles se muestra la desorientación de la inclusión correspondiente marcada en los mapas de dos formas distintas: *point to point*, que es la desorientación de cada punto con respecto al anterior y *point to origin*, que es la desorientación de cada punto respecto al punto inicial de la línea. Como se observa, la nucleación de inclusiones dobles (inclusiones 2 y 3 de la Figura 6 - 22a), es decir, aquellas que han solidificado de manera conjunta en el proceso de solidificación, introduce la existencia de inclusiones con juntas de alto ángulo en su interior.

6. INFLUENCIA DE PARÁMETROS CRISTALOGRAFICOS DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOS RESULTFURADOS



Continúa en la siguiente página

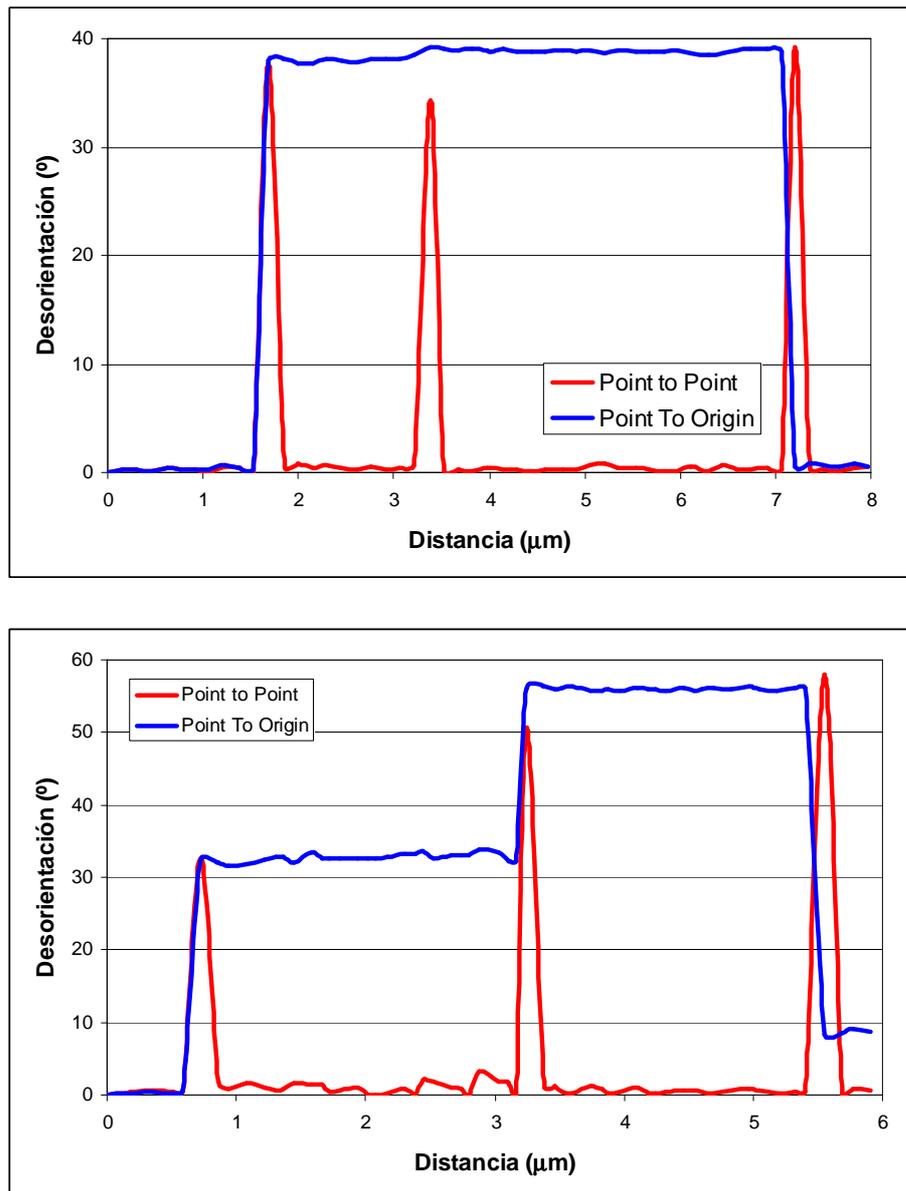


Figura 6 - 23. Perfiles de desorientación de algunas de las inclusiones de la Figura 6 - 22

6.4.5. Influencia de la presencia de inclusiones en la densidad de dislocaciones

La presencia y detección de posibles aglomeraciones de inclusiones es fundamental ya que pueden indicar zonas donde de una manera local la deformación se acumule, suponiendo zonas de mayor tensión y proporcionando zonas que favorezcan la aparición de grietas. Estas zonas serán estudiadas a través de valores KAM, además algunos de estos valores serán trasladados a la obtención de densidad de dislocaciones, que al ser calculadas mediante métodos distintos, permitirán validar los resultados de los barridos de EBSD.

En la Figura 6 - 24 se muestra el mapa IQ, el mapa IPF y el mapa Kernel junto con la presencia de las juntas de la intercara inclusión-matriz para el acero AISI 303 durante los ensayos de torsión ($\epsilon=0.5$, 1100°C , 5s^{-1}). Como se observa y se señala recuadrado en la misma, existe una evidencia clara de acumulación de deformación en zonas locales durante los procesos de deformación en caliente del material, debido a la presencia de aglomeraciones de inclusiones, es decir, de zonas donde las inclusiones se encuentran muy cercanas las unas de las otras.

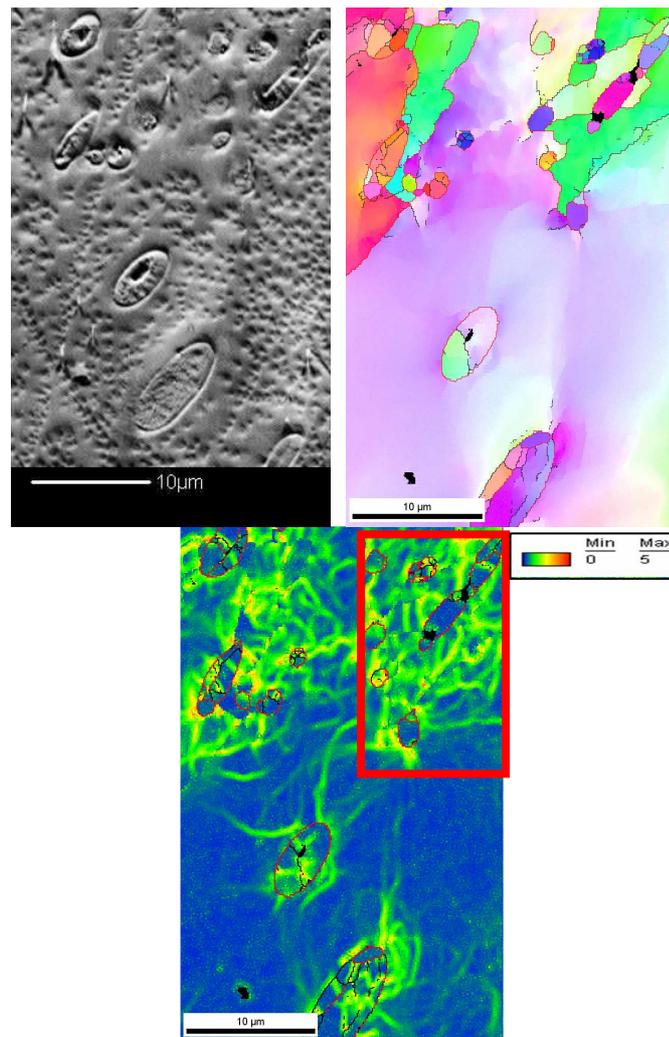


Figura 6 - 24. Zonas de acumulación de la deformación debido a la aglomeración de inclusiones durante el conformado en caliente

Hay que tener en cuenta que el mapa Kernel mostrado muestra unas desorientaciones que van desde un mínimo de cero a un máximo de 5°. Todos los mapas de este tipo mostrados posteriormente, seguirán esta escala.

En las Figura 6 - 25 y Figura 6 - 26 se presenta de forma esquemática los resultados de densidad de dislocaciones obtenidos por los dos métodos presentados en las técnicas experimentales de este capítulo, es decir, a partir de la curva tensión-deformación (los valores de densidad de dislocaciones calculados mediante este método aparecen recuadrados en rojo) o a partir del valor de desorientación KAM (los valores de densidad de dislocaciones calculados mediante este método aparecen recuadrados en azul). La Figura 6 - 25 muestra los resultados para el caso del ensayo de torsión del acero AISI 303 a 1100°C y $5s^{-1}$, mientras que la Figura 6 - 26 los muestra para el acero AISI 304 para las condiciones de 1100°C y $1s^{-1}$. Los valores de la densidad de dislocaciones comparados para ambos métodos se ajustan adecuadamente, sobre todo para el caso del AISI 303 donde se tienen valores de la densidad de dislocaciones de 3.7×10^{14} y $2.2-3.4 \times 10^{14} m^{-2}$ para ambos métodos respectivamente.

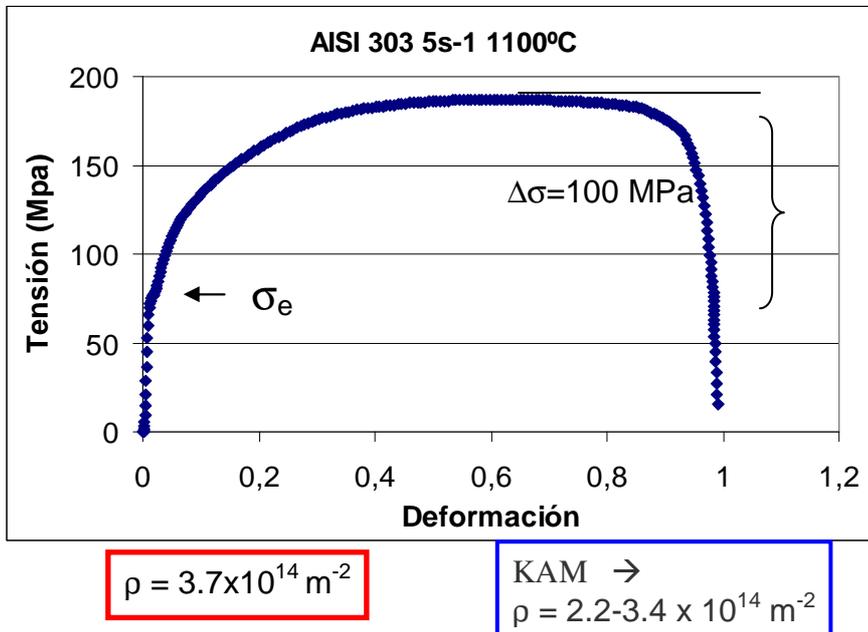


Figura 6 - 25. Esquema de obtención de la densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 con las condiciones de 1100°C y $5s^{-1}$ $\epsilon=1$ durante los ensayos de torsión

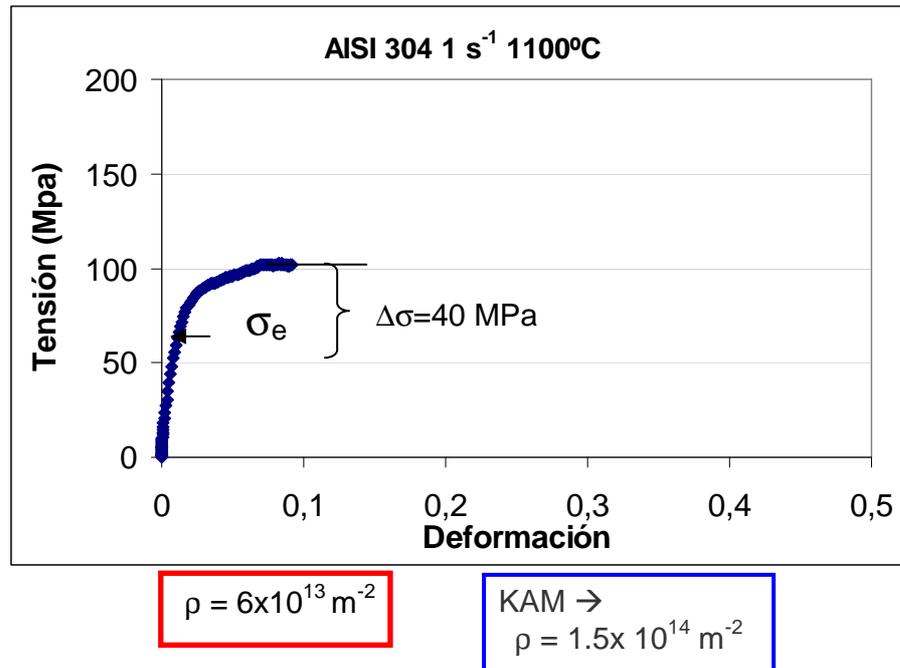


Figura 6 - 26. Esquema de obtención de la densidad de dislocaciones para el acero AISI 304 con las condiciones de 1100°C y 1s⁻¹ $\epsilon=0.1$ durante los ensayos de torsión

En la Figura 6 - 27 se muestran unos mapas de EBSD (se emplea un paso de 0.1 y los mapas KAM corresponden a las desorientaciones respecto a terceros vecinos) correspondientes a los aceros AISI 303 (condiciones nulas de deformación) y AISI 304 ($\epsilon=0.1$, 1100°C, 1s⁻¹). Para cada acero se presenta un mapa IPF, donde se puede ver la orientación cristalográfica tanto de la inclusión como de la matriz. Además se tienen tres mapas Kernel, uno de ellos pertenece a la matriz e inclusión conjuntamente y los dos siguientes pertenecen a la matriz y a las inclusiones por separado. En la Tabla 6 - 1 aparecen los datos de los valores KAM y de densidad de dislocaciones únicamente para la matriz.

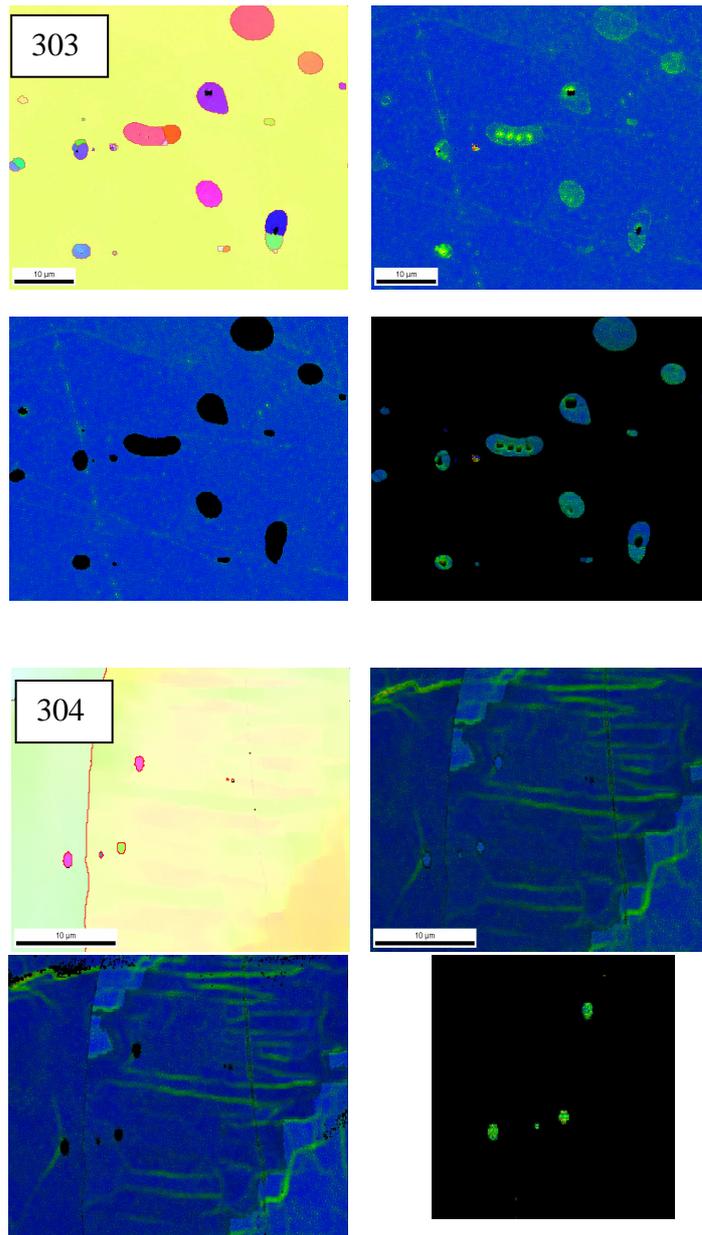


Figura 6 - 27. Mapas IPFs y Kernel correspondientes a los aceros AISI 303 y AISI 304 a deformación $\epsilon=0$ y $\epsilon=0.1$ respectivamente

Tabla 6 - 1. Tabla de valores KAM y de densidad de dislocaciones para los aceros AISI 303 y AISI 304 a la deformación $\varepsilon=0$ y $\varepsilon=0.1$ respectivamente

	AISI 303	AISI 304
KAM	0,27	0,388
Densidad Dislocaciones (m⁻²) x10¹⁴	1,1	1,5

Hay que tener en cuenta que estos valores de la densidad de dislocaciones serán utilizados como referencia a la hora de calcular la densidad de dislocaciones en zonas donde pueden existir aglomeraciones de inclusiones. Se pretende ver con ello cuanto mayor puede llegar a ser el valor de la densidad de dislocaciones durante los procesos de deformación en caliente en estas zonas de aglomeración de inclusiones.

A partir de ahora se presentaran una serie de figuras que contienen mapas de EBSD (IPFs y Kernel) a diferentes condiciones de deformación así como sus correspondiente tablas con los valores de KAM y de densidad de dislocaciones calculadas a partir de los valores de desorientación. Como se ha mencionado, en estas tablas aparecerán la proporción de dislocaciones respecto a los cálculos de Tabla 6 - 1.

En resumen, las tablas que a continuación se presentan, contendrán los siguientes valores:

- Valor de KAM del EBSD
- Valor de la densidad de dislocaciones geoméricamente necesarias
- Valor de proporción de dislocaciones respecto a AISI 303
- Valor de proporción de dislocaciones respecto a AISI 304

En las Figura 6 - 28 y Figura 6 - 29 y en las Tabla 6 - 2 y Tabla 6 - 3 se muestran los mapas de EBSD (se emplea un paso de 0.1 y los mapas KAM corresponden a las desorientaciones respecto a terceros vecinos) y los valores de KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 deformado a $\epsilon=0.5$ a 1100°C y 5s^{-1} .

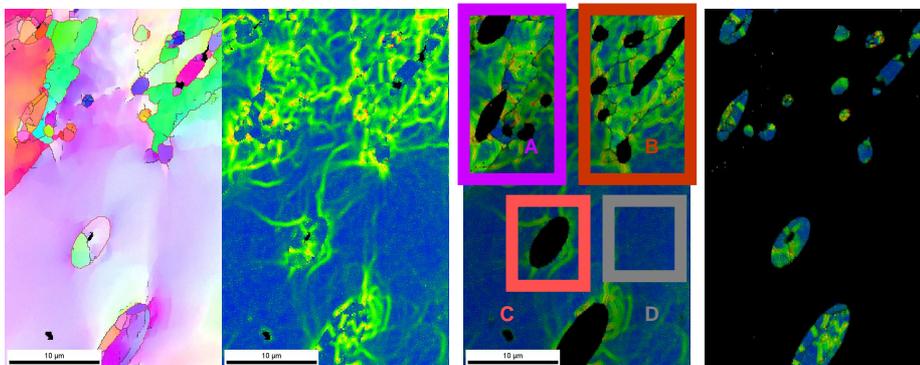


Figura 6 - 28. Mapas IPFs y Kernel correspondientes al acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=0.5$, 1100°C y 5s^{-1}

Tabla 6 - 2. Tabla de valores KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=0.5$, 1100°C y 5s^{-1}

	Global	Local			
	AISI 303	A	B	C	D
KAM	0,71	0,87	0,95	0,57	0,39
Densidad Dislocaciones (m⁻²) x10¹⁴	2,8	3,4	3,7	2,2	1,5
Proporción Dislocaciones respecto ref. 303	2,6	3,2	3,5	2,1	1,4
Proporción Dislocaciones respecto ref. 304	1,8	2,3	2,5	1,5	1

* Ay B corresponden a zonas de aglomeración de inclusiones, C a una sola inclusión y D a la matriz

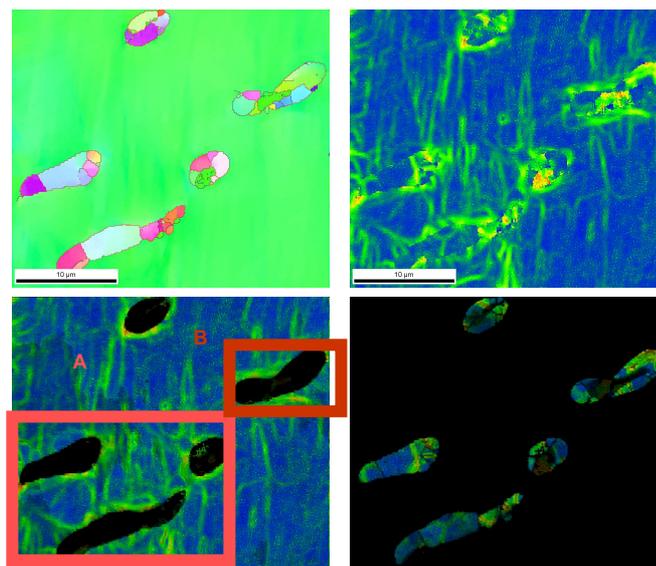


Figura 6 - 29. Mapas IPFs y Kernel correspondientes al acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=0.5$, 1100°C y 5s^{-1}

Tabla 6 - 3. Tabla de valores KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=0.5$, 1100°C y 5s^{-1}

	Global	Local	
	AISI 303	A	B
KAM	0,56	0,65	0,65
Densidad Dislocaciones (m⁻²) x10¹⁴	2,2	2,5	2,5
Proporción Dislocaciones respecto ref. 303	2,1	2,4	2,4
Proporción Dislocaciones respecto ref. 304	1,5	1,7	1,7

* A corresponde a una aglomeración de inclusiones y B a una única inclusión dentro de una aglomeración

En la Figura 6 - 30 y en la Tabla 6 - 4 se muestran los mapas de EBSD (se emplea un paso de 0.15 y los mapas KAM corresponden a las desorientaciones respecto a segundos vecinos) y los valores de KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 deformado a $\epsilon=0.5$ a 1100°C y 5s^{-1} . En este caso concreto se ha empleado un paso mayor (0.15) que en el resto de barridos de EBSD debido a limitaciones de tiempo. Este es el motivo por el cual para que los resultados sean comparables, se han analizado los valores de KAM respecto a segundos vecinos, en lugar de respecto a terceros, como ocurre en el resto de barridos.

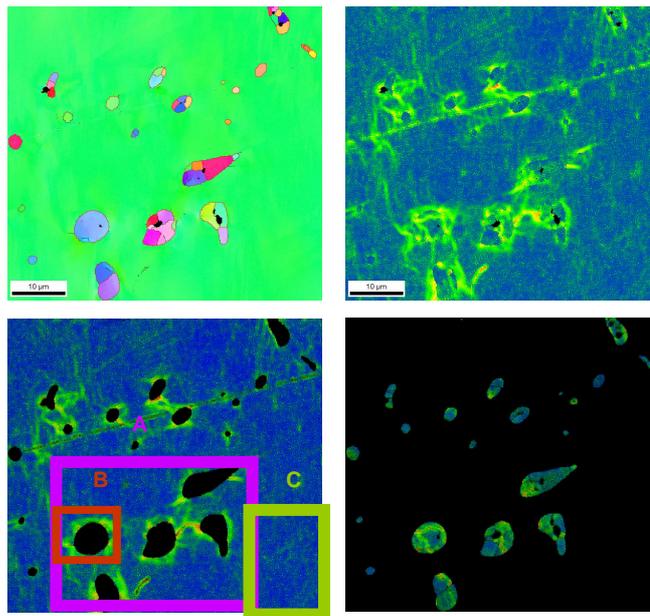


Figura 6 - 30. Mapas IPFs y Kernel correspondientes al acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=0.5$, 1100°C y 5s^{-1}

Tabla 6 - 4. Tabla de valores KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 a la deformación de $\varepsilon=0.5$, 1100°C y 5s^{-1}

	Global	Local		
	AISI 303	A	B	C
KAM	0,58	0,62	1,39	0,5
Densidad Dislocaciones (m-2) x10¹⁴	2,3	2,5	5,6	2
Proporción Dislocaciones respecto ref. 303	2,2	2,4	5,3	1,9
Proporción Dislocaciones respecto ref. 304	1,6	1,7	3,7	1,3

* A corresponde a una aglomeración de inclusiones, B a una única inclusión dentro de una aglomeración y C a la matriz

Por último en la Figura 6 - 31 y en la Tabla 6 - 5 se muestran los mapas de EBSD (se emplea un paso de 0.1 y los mapas KAM corresponden a las desorientaciones respecto a terceros vecinos) y los valores de KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 deformado a $\varepsilon=1$ a 1100°C y 5s^{-1} .

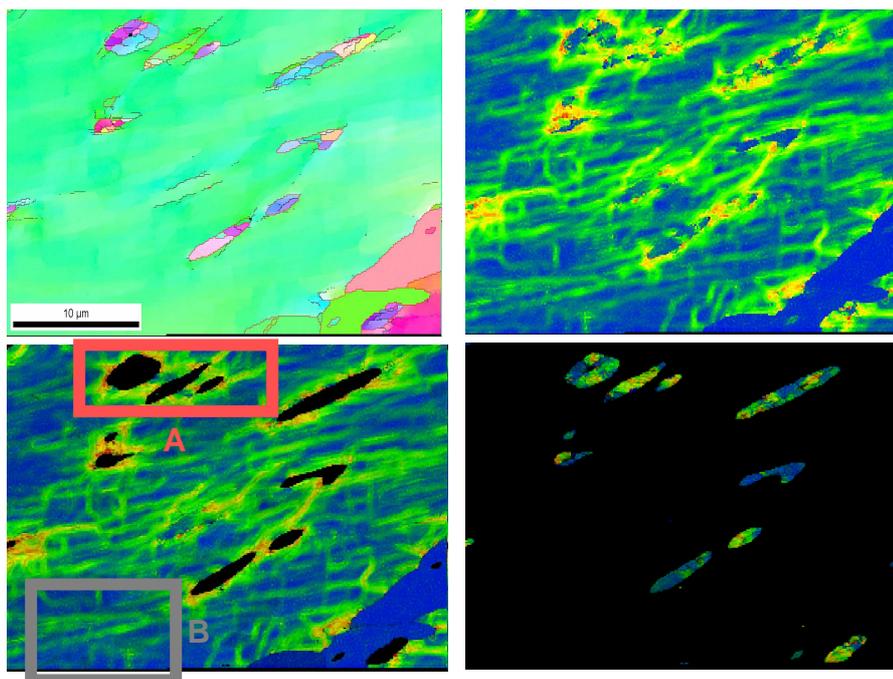


Figura 6 - 31. Mapas IPFs y Kernel correspondientes al acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=1$, 1100°C y 5s^{-1}

Tabla 6 - 5. Tabla de valores KAM y de densidad de dislocaciones para el acero AISI 303 a la deformación de $\epsilon=1$, 1100°C y 5s^{-1}

	Global	Local	
	AISI 303	A	B
KAM	0,88	1,3	0,7
Densidad Dislocaciones (m⁻²) x10¹⁴	3,4	4,9	2,7
Proporción Dislocaciones respecto ref. 303	3	5,5	2,5
Proporción Dislocaciones respecto ref. 304	2,3	3,3	1,8

* A corresponde a una zona de aglomeración de inclusiones y B a la matriz

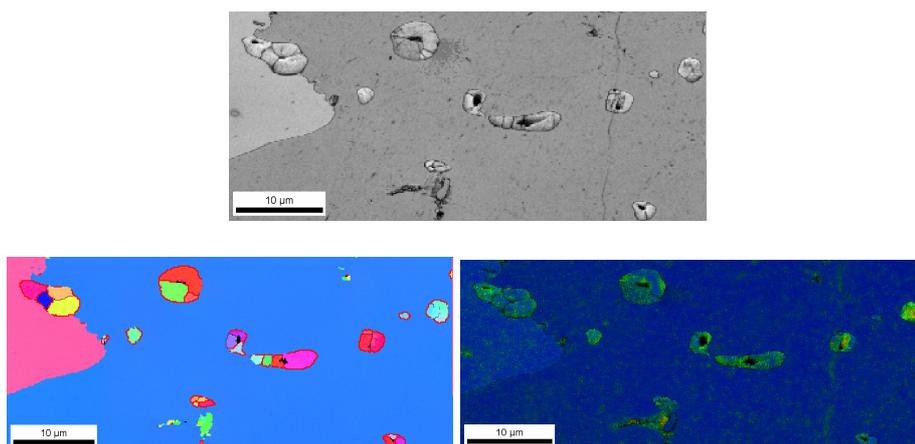
Como se puede comprobar hay una mayor proporción de dislocaciones, teniendo en cuenta el valor global, conforme aumenta el valor de la deformación. Para el caso del acero AISI 303 las dislocaciones pasan de 1.1×10^{14} a $2.8-2.2-2.3 \times 10^{14}$ y 3.4×10^{14} para el caso de las deformaciones de nula a 0.5 y 1 respectivamente. Este hecho es todavía más relevante cuando comparamos resultados locales en los que se tienen en cuenta aglomeraciones de inclusiones. Así por ejemplo para el caso de la Figura 6 - 28 (con un valor de la deformación de $\epsilon=0.5$) se tienen valores de dislocaciones de $\times 2.3$ y $\times 2.5$ veces la de referencia (tomando como referencia el acero AISI 304 a deformación 0.1) en el caso de zonas donde hay presencia de aglomeración de inclusiones, mientras que estos valores bajan a valores de $\times 1.5$ o $\times 1$ cuando se tiene en cuenta una única inclusión o sólo se tiene en cuenta la matriz. A valores mayores de la deformación, como es el caso de la Figura 6 - 31 ($\epsilon=1$) este comportamiento se hace todavía más crítico y los valores de densidad de dislocaciones correspondientes a una zona de aglomeración de inclusiones alcanzan incluso un valor de $\times 3.3$ veces el de referencia. Hay que tener en cuenta que la existencia de estas zonas de mayor acumulación local de deformación va a favorecer las etapas de formación y propagación de cavidades. Por otra parte, este mismo hecho va a afectar también al grado de deformación que experimenten las inclusiones aglomeradas frente a las aisladas.

Hay que destacar que los barridos de EBSD realizados para estos análisis en concreto son de áreas muy pequeñas respecto a la matriz global, por lo tanto estos resultados no predicen el comportamiento del material ante fenómenos de ablandamiento. Para ello hay que recurrir a barridos de EBSD sobre áreas más amplias, como ya se vio en el apartado 6.4.1. Por tanto, estos análisis se han centrado en determinar la acumulación de deformación que tiene lugar alrededor de las inclusiones de MnS, evidenciándose todavía más este hecho cuando existen zonas de aglomeración.

6.4.6. Expansión Térmica de las MnS

Se podría pensar, una vez vistos los resultados del apartado anterior, que la acumulación de deformaciones que tiene lugar alrededor de las inclusiones tengan alguna relación con una posible expansión térmica de las inclusiones durante el calentamiento que tiene lugar previamente a la aplicación de la deformación durante los ensayos mecánicos. Para llevar a cabo estas comprobaciones se han realizado una serie de barridos de EBSD tanto antes como después de un tratamiento térmico y así poder comprobar los mapas KAM de los mismos ya que, como se ha visto hasta ahora, estos mapas son una buena herramienta para detectar una posible acumulación de deformación alrededor de las inclusiones.

En la Figura 6 - 32 y se muestran varios mapas IPFs y KAM de algunas inclusiones correspondientes al material 303, antes y después de un tratamiento térmico a 1100°C durante 20 min. Tras el tratamiento se ha realizado un temple en agua para evitar fenómenos de ablandamiento.



Continúa en la siguiente página

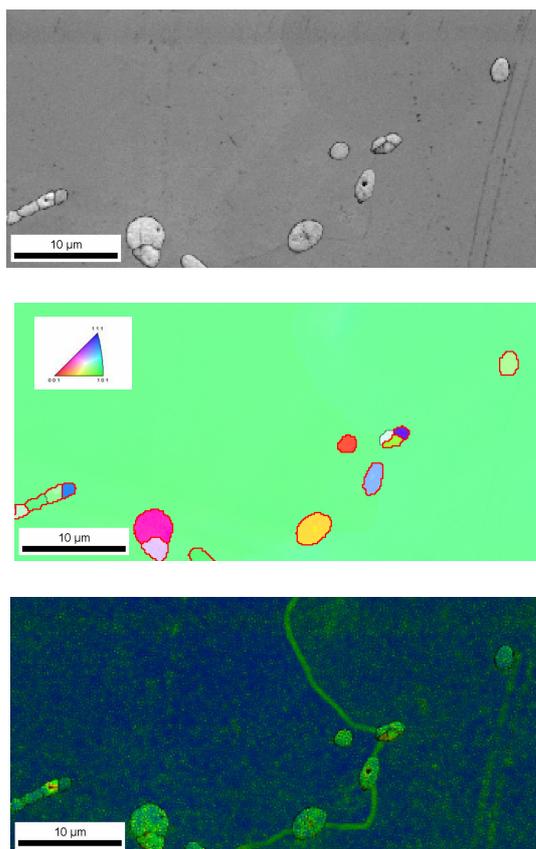


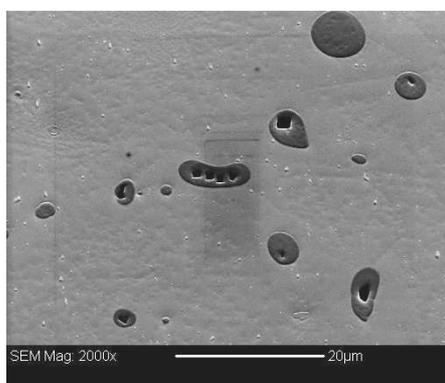
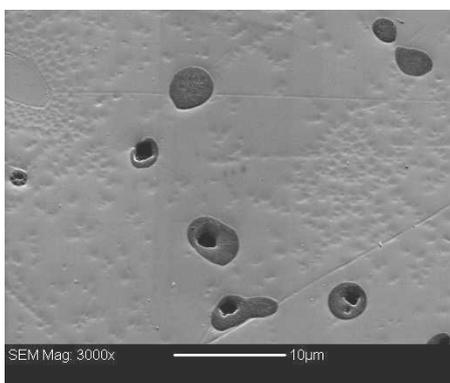
Figura 6 - 32. Mapas IQ, IPFs y Kernel del acero AISI 303 anterior y posteriormente al tratamiento térmico (20 min, 1100°C)

Como se puede comprobar en los mapas KAM no hay zonas de acumulación de la deformación alrededor de las inclusiones tras el tratamiento térmico, por lo que se puede concluir que no se dan procesos de expansión térmica durante el calentamiento. Ello corrobora los resultados presentados en el apartado anterior, la presencia de aglomeraciones de inclusiones se traduce en un aumento de la deformación local.

6.4.7. Naturaleza cristalográfica de las inclusiones de MnS

6.4.7.1. Influencia de la temperatura y de las condiciones as-cast en la estructura cristalográfica de las inclusiones

Se puede observar en la Figura 6 - 33 como la estructura cristalina de las inclusiones correspondientes al acero AISI 303 (condiciones as-cast) no es monocristalina, es decir, hay uniones policristalinas dentro de las inclusiones, tanto de alto ($15-180^\circ$) como de bajo ángulo ($4-15^\circ$). Se ha detectado que este tipo de inclusiones, denominadas a partir de ahora inclusiones policristalinas, corresponden en su mayoría a aquellas inclusiones con una forma menos globular. Se cree que la formación de este tipo especial de inclusiones, puede ser debido a la nucleación de dos o más inclusiones cercanas durante el proceso de solidificación. Este tipo de nucleación se denominará nucleación doble a partir de ahora



Continúa en la siguiente página

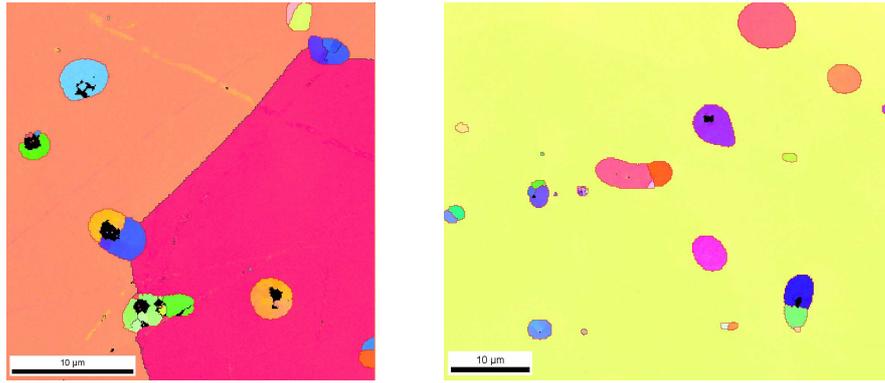
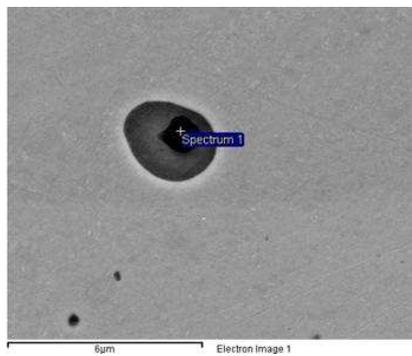


Figura 6 - 33. Mapas IPF del hombro de la probeta de torsión del acero AISI 303 enfiada al aire

Hay que destacar las complicaciones presentadas en cuanto a la caracterización microestructural y cristalográfica de las inclusiones del acero AISI 303 puesto que además de esta estructura policristalina que se ha comentado existe la posibilidad de aparición de inclusiones duplex o bien de inclusiones que poseen algunos poros en su interior y es difícil la distinción entre ambas. Por inclusiones duplex se denominan aquellas inclusiones de la forma $MnS+SiO_2+Al_2O_3$. Un ejemplo, junto a su composición química, se puede ver en la Figura 6 - 34. La presencia de estas inclusiones puede ser debido a una nucleación heterogénea de las inclusiones de sulfuro de manganeso alrededor de los óxidos previos formados durante la solidificación.



Continúa en la siguiente página

% Peso	O	Al	Si	S	Ca	Cr	Mn	Fe
Espectro 1	26.30	6.47	3.79	17.13	4.04	10.03	29.5	2.70

Figura 6 - 34. Análisis EBSD de la inclusión de MnS. La región más oscura pertenece a un óxido

Como se observa en las Figura 6 - 35 y Figura 6 - 36, de las micrografías obtenidas por FIB o por SEM también se observa la presencia de poros en el interior de las inclusiones.

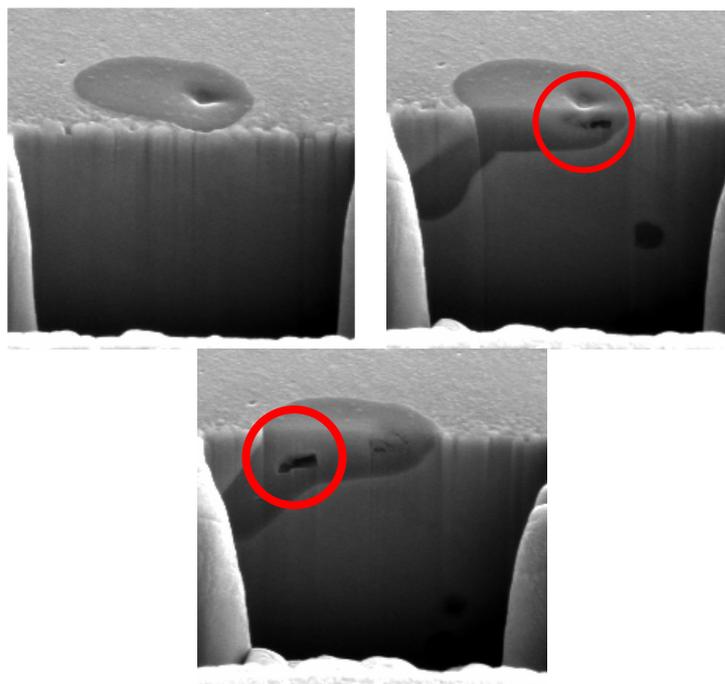
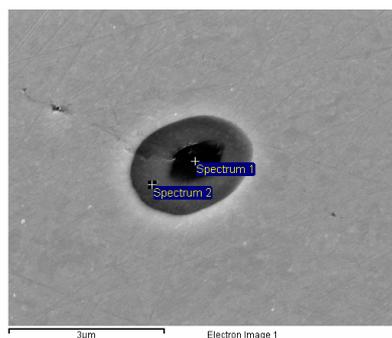


Figura 6 - 35. Vista de la sección transversal de una inclusión de MnS. Se puede distinguir la aparición de un poro interno en los diferentes cortes



% Peso	S	Cr	Mn	Fe
Espectro 1	27.62	8.89	54.65	8.84
Espectro 2	29.59	9.51	50.97	9.93

Figura 6 - 36. Análisis EBSD de la inclusión de MnS. La región más oscura pertenece a un poro

Hasta el momento, todos los resultados analizados corresponden al acero AISI 303 y AISI 304 debido a que al no tener lugar la transformación de la austenita durante el enfriamiento, los resultados permiten obtener de una adecuada información sobre las condiciones de deformación en caliente de la matriz. Por este motivo, para el resto de aceros no se han analizado las características de la matriz pero si se ha llevado a cabo un estudio de la naturaleza cristalográfica de las inclusiones.

En el caso del material SPB1-ext, el porcentaje de inclusiones policristalinas en condiciones de colada con tratamiento térmico (1150°C con la realización de temple) es sustancialmente menor (aproximadamente un 2%). En consecuencia, la estructura cristalina de estas inclusiones de MnS en este material es de monocristal. En la Figura 6 - 37 se muestran algunos mapas IPFs correspondientes a estas inclusiones. Las regiones en negro, las cuales no han sido indexadas, corresponden al Pb.

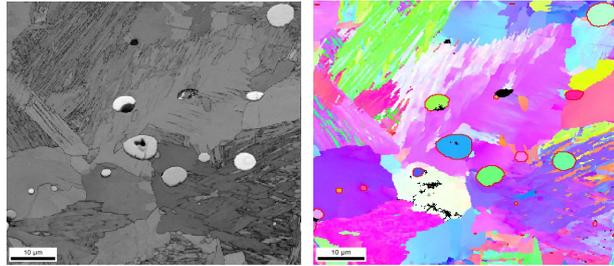


Figura 6 - 37. Mapas IQ e IPFs del acero SPb 1 ext. Hombro probeta torsión sin deformación. Temple La zona negra sin indexar es Pb

Las inclusiones correspondientes al material CSM9, tienen también una estructura de monocristal con un 10% de inclusiones policristalinas. Para el acero S1 en condiciones as-cast, las inclusiones con apariencia policristalina, se corresponde a un 16%.

En la Tabla 6 - 6 se muestran los valores o rango de valores de porcentaje de inclusiones policristalinas para cada grado de acero en condiciones de deformación nula. Como se puede observar los valores de este tipo de inclusiones para el caso del acero AISI 303 es sustancialmente mayor en comparación con el resto de aceros.

Tabla 6 - 6. Porcentaje de inclusiones policristalinas con deformación nula ($\epsilon=0$ en el hombro de la probeta de torsión)

SPb1-ext	CSM9	S1	303	
1150°C			1100°C	1200°C
2	10	16	42-47	19-28

Las Figura 6 - 38 y Figura 6 - 39 muestra la relación de aspecto de la inclusión en función del tamaño de la inclusión para los diferentes tipos de inclusión (policristalina de alto ángulo, policristalina de bajo ángulo y monocristalina) para las condiciones as-cast ($\epsilon=0$) de los aceros AISI 303 y CSM9. Como se observa la proporción de inclusiones policristalinas de alto ángulo para el caso del acero AISI 303 es bastante superior. Se observa además que no existen inclusiones monocristalinas que a deformación nula tengan relaciones de aspecto tan altas como las que aparecen para las inclusiones policristalinas.

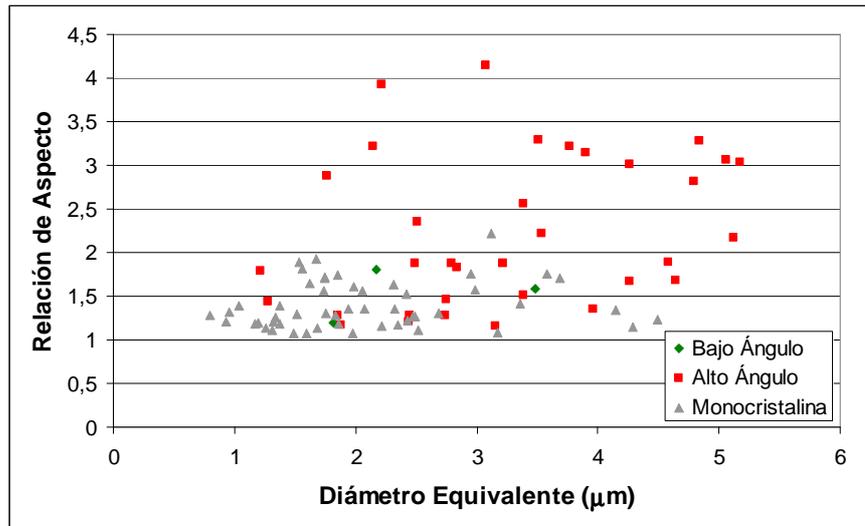


Figura 6 - 38. Relación de aspecto frente al tamaño de las inclusiones de MnS en función de su naturaleza cristalográfica. Acero AISI 303 con deformación nula (1100°C)

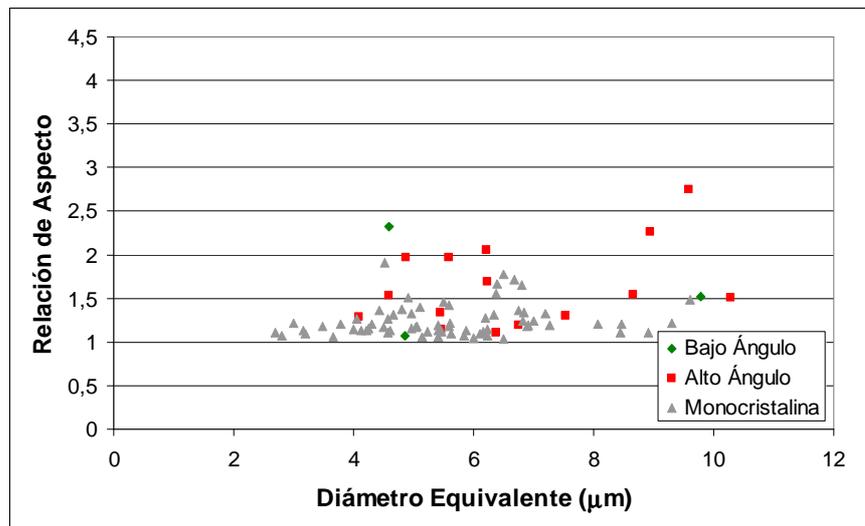


Figura 6 - 39. Relación de aspecto frente al tamaño de las inclusiones de MnS en función de su naturaleza cristalográfica. Acero CSM9 con deformación nula (1150°C)

En el caso del acero AISI 303, se ha observado como el porcentaje de inclusiones con apariencia policristalina tras el tratamiento térmico depende de la temperatura (Tabla 6 - 6). El porcentaje de inclusiones policristalinas medido en los hombros de la probeta de torsión a 1100°C es de un 42-47 %, mientras que a 1200°C es de un 19-28% (los dobles valores corresponden a medidas repetidas en varias probetas). Con el objetivo de comprobar la influencia real de la temperatura, se ha realizado un tratamiento adicional a 1300°C. Este tratamiento térmico se ha realizado en el horno Carbolite a la temperatura de 1300°C en atmósfera Argón. El porcentaje de inclusiones policristalinas se ha medido tanto antes como después del tratamiento y estos resultados se han comparado con los resultados previos. Los resultados se muestran en la Figura 6 - 40, donde se observa como el porcentaje total de inclusiones policristalinas disminuye desde un 60%, en condiciones directas de colada, a un 19% tras la realización del tratamiento térmico a 1300°C.

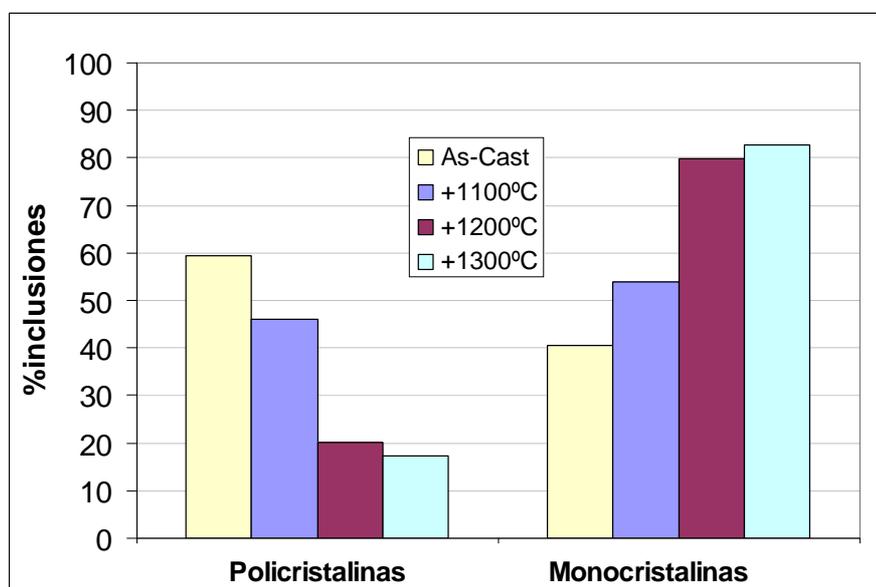


Figura 6 - 40. Porcentaje de inclusiones de naturaleza policristalina y monocristalina

6.4.7.2. Cristalografía de las inclusiones de MnS durante la deformación en caliente

6.4.7.2.1. Reorientación cristalográfica de las inclusiones durante la deformación

Hoy en día no se conoce demasiado la estructura interna de las inclusiones de MnS y como ésta controla la deformación en caliente de las mismas. Este es el motivo por el cual se ha utilizado la técnica EBSD para estudiar la estructura cristalográfica de las inclusiones durante su deformación.

Se ha observado que en condiciones as-cast, las inclusiones de sulfuro de manganeso pueden ser estructuras monocristalinas o pueden estar formadas por una estructura con uniones policristalinas. Es lógico pensar que su comportamiento durante la deformación en caliente puede ser distinto. Como se observa en la Figura 6 - 41, para los aceros AISI 303 y SPb1, a niveles crecientes de deformación la mayoría de las inclusiones aparecen alargadas y además hay más inclusiones policristalinas. En el anexo II se muestra un resumen de los barridos de EBSD realizados para los diferentes aceros y a distintos niveles de deformación.

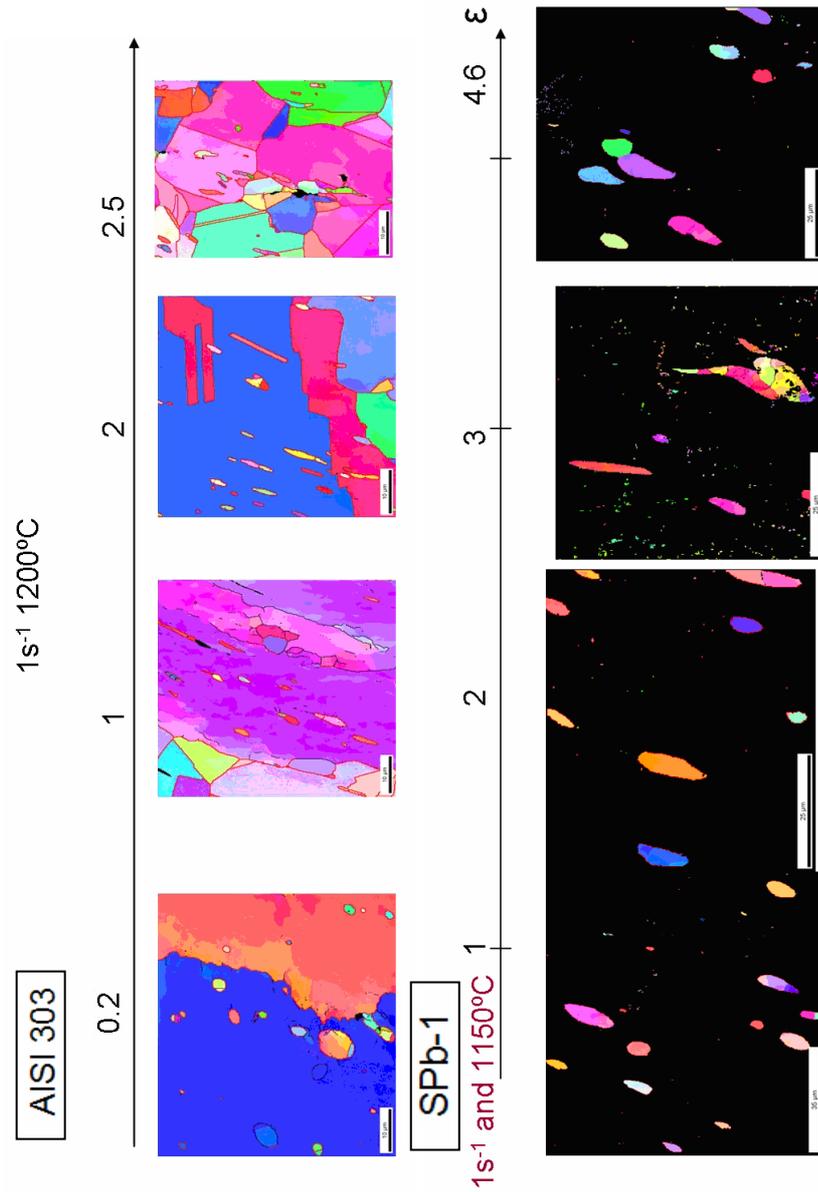


Figura 6 - 41. Mapas IPFs mostrando la evolución cristalográfica de las inclusiones MnS de los aceros AISI 303 y SPb-1 a niveles creciente de deformación

En la Figura 6 - 42 aparece representado la IPF de uno de los barridos de EBSD del acero AISI 303, obtenida de los ensayos de torsión (1100°C , 5s^{-1} , $\varepsilon=1$) junto con el perfil de desorientación de la inclusión deformada. En este último se pueden distinguir tanto juntas de alto ($>15^{\circ}$) como de bajo ángulo ($>4^{\circ}$ y $<15^{\circ}$) en el interior de las inclusiones.

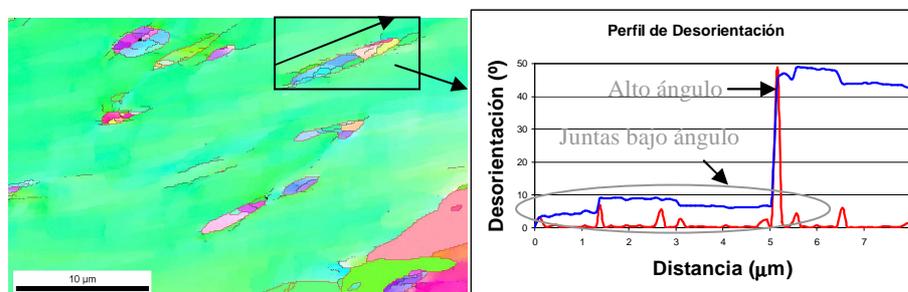


Figura 6 - 42. Ejemplo del perfil de desorientación para una inclusión deformada del acero AISI 303

Se ha realizado un estudio de al menos 150 inclusiones en cada diferente nivel de deformación para cada uno de los aceros, con el objetivo de analizar su evolución cristalográfica de las inclusiones.

La Figura 6 - 43, Figura 6 - 44, Figura 6 - 45, Figura 6 - 46, Figura 6 - 47, Figura 6 - 48 y Figura 6 - 49 muestran la relación de aspecto en función del tamaño de inclusión para los diferentes tipos de MnS existentes para los aceros AISI 303 y CSM9 a distintos niveles de deformación en los ensayos de torsión. Además aparecen los diagramas de barra correspondientes a las relaciones de aspecto medias para cada condición de deformación y para cada tipo de inclusión. Como se puede observar, en ambos aceros las inclusiones de MnS adquieren una apariencia policristalina, dada por sus juntas de alto ángulo, a deformaciones crecientes. Además todas las inclusiones con un tamaño mayor adquieren esta naturaleza policristalina. La relación de aspecto de las inclusiones MnS monocristalinas es inferior a la que tienen el resto (inclusiones con juntas de bajo o alto ángulo) en todos los casos.

Todo este comportamiento supone la existencia de todo un complejo proceso de cambio de estructura cristalográfica en el interior de las inclusiones el cual no había sido referenciado hasta el momento y que tiene además dependencia con el nivel de deformación establecido.

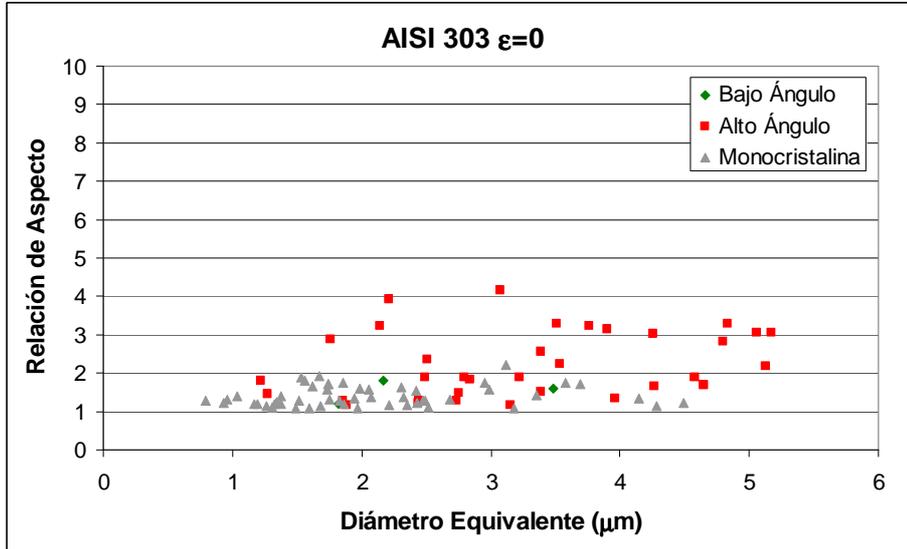


Figura 6 - 43. Relación de aspecto de las inclusiones en función de su diámetro equivalente y su naturaleza cristalográfica (acero AISI 303, $\epsilon=0$)

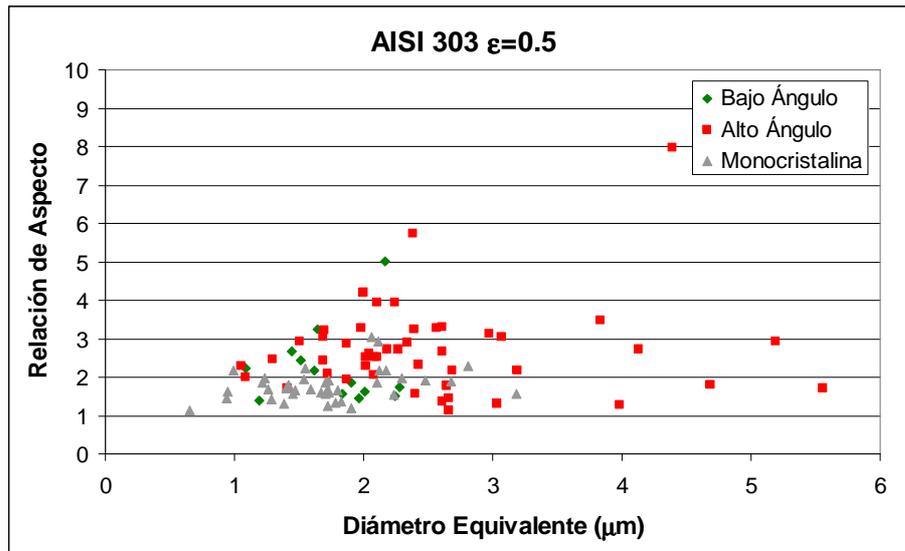


Figura 6 - 44. Relación de aspecto de las inclusiones en función de su diámetro equivalente y su naturaleza cristalográfica (acero AISI 303, $\epsilon=0.5$)

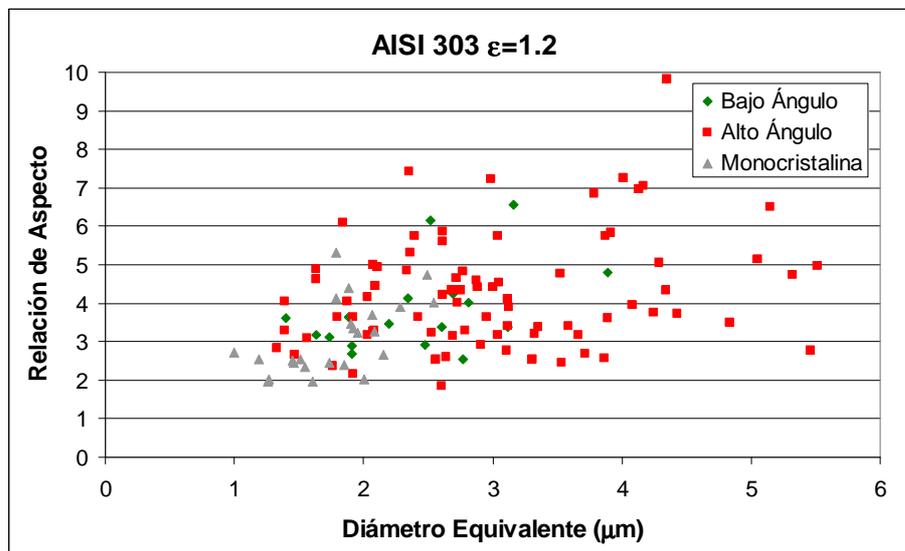


Figura 6 - 45. Relación de aspecto de las inclusiones en función de su diámetro equivalente y su naturaleza cristalográfica (acero AISI 303, $\epsilon=1.2$)

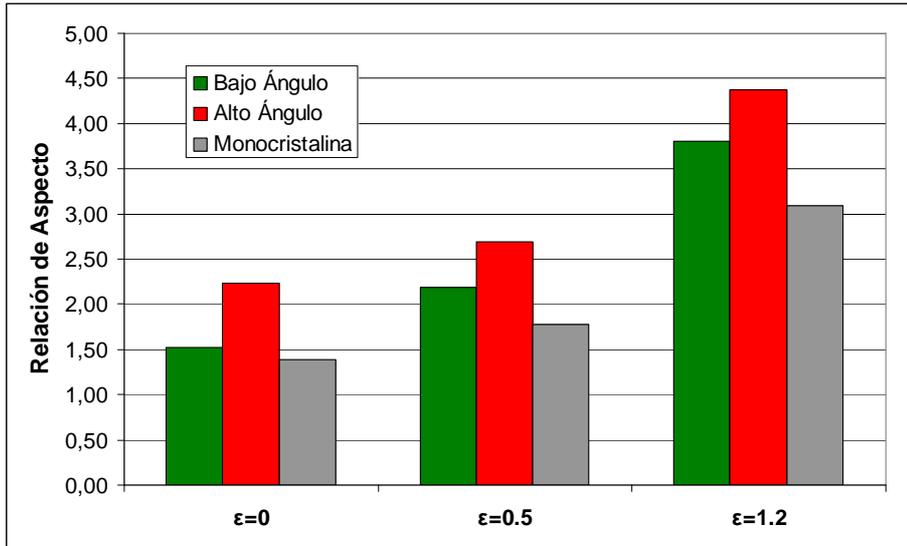


Figura 6 - 46. Histogramas de la cristalografía de las inclusiones de MnS para el acero AISI 303 en función de la deformación

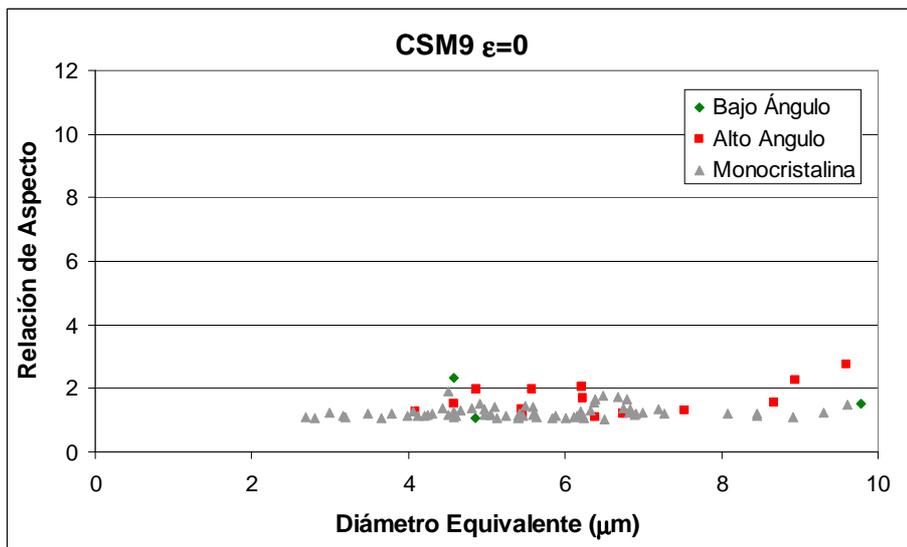


Figura 6 - 47. Relación de aspecto de las inclusiones en función de su diámetro equivalente y su naturaleza cristalográfica (acero CSM9, $\epsilon=0$)

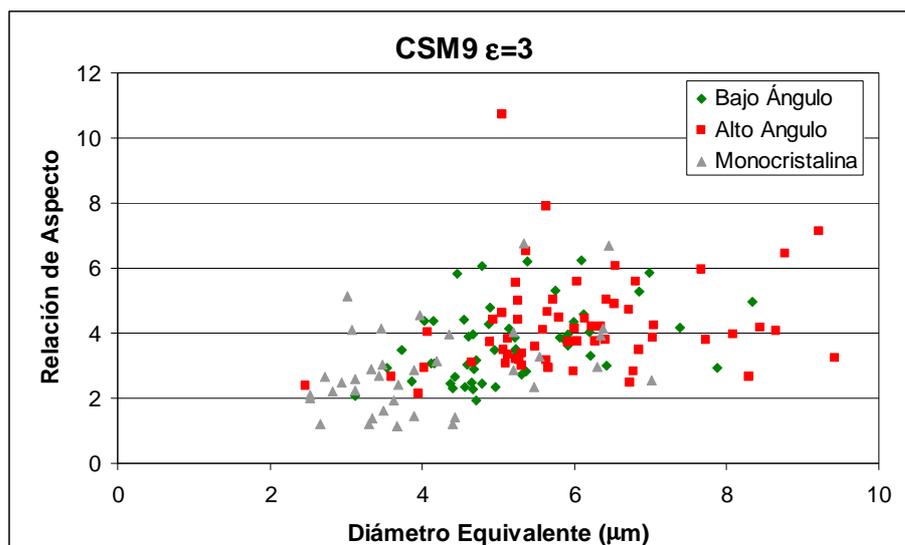


Figura 6 - 48. Relación de aspecto de las inclusiones en función de su diámetro equivalente y su naturaleza cristalográfica (acero CSM9, $\epsilon=3$)

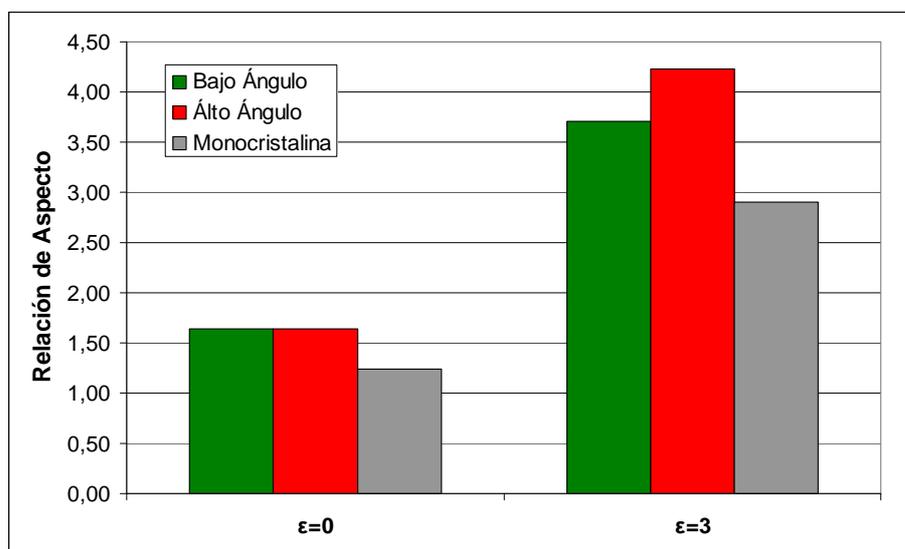
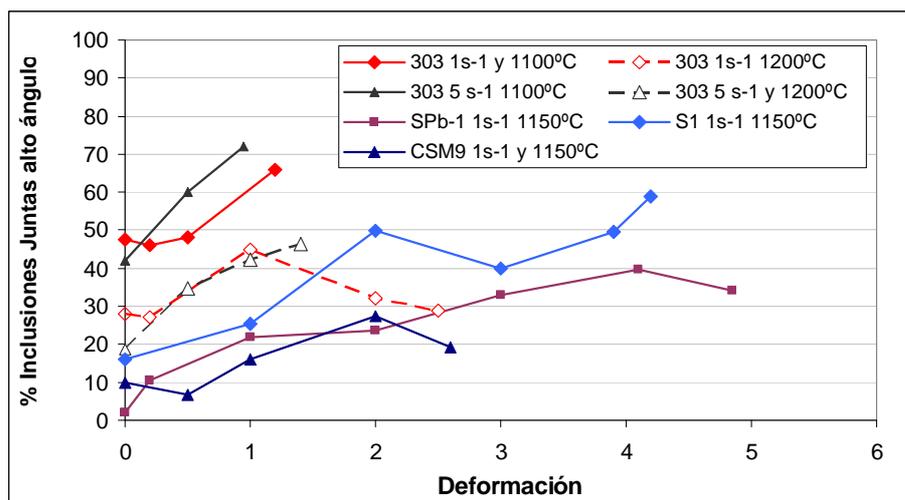


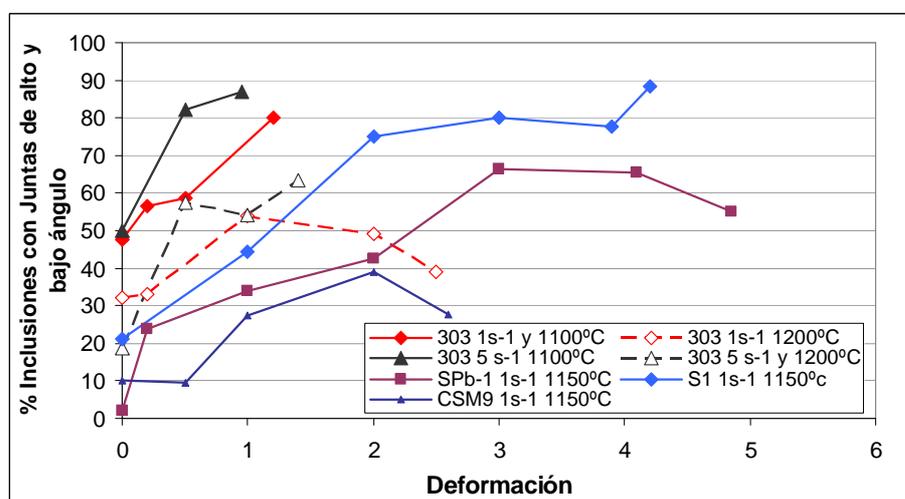
Figura 6 - 49. Histograma de la cristalografía de las inclusiones de MnS para el acero CSM9 en función de la deformación

La gráfica que se muestra en la Figura 6 - 50 a) y b), muestra el porcentaje de inclusiones que contienen juntas de alto y bajo ángulo, y como este porcentaje evoluciona con la deformación, con un incremento del mismo. Los valores mostrados son valores medios de todas las inclusiones analizadas. Como ya se había comentado en el apartado anterior, hay que tener en cuenta que en las condiciones de deformación nulas, el porcentaje de inclusiones que ya son policristalinas es mayor para el caso de los acero AISI 303 y S1. En las Figura 6 - 50 c) y d), se muestra el porcentaje de inclusiones con juntas de alto y bajo ángulo corregido con el valor de las condiciones as-cast, valor que se resta para todas las condiciones de deformación. Los resultados muestran que para todos los aceros tiene lugar una generación de uniones policristalinas dentro de las inclusiones que aumenta en proporción a medida que lo hace la deformación, como ya se había visto para los aceros AISI 303 y CSM9 con anterioridad. El porcentaje de inclusiones policristalinas aumenta desde cero hasta valores entorno a un 20-45% dependiendo del tipo de acero, para condiciones cercanas a rotura. Esto quiere decir que hay un mecanismo de deformación de las inclusiones que puede ser similar a lo que ocurre en la matriz y una aparente recristalización de las inclusiones ocurre, es decir, hay un aparente reacomodo de la estructura interna cristalina de las inclusiones al nivel de deformación establecido. Hay algunos autores [27] que asocian el comportamiento de deformación de las inclusiones de MnS como similar a la austenita. Este hecho es de vital importancia ya que con seguridad influenciará la posible aparición de cavidades por descohesión entre la inclusión y la matriz.

En algunos casos se observa (Figura 6 - 50a) que tras un valor máximo de % de MnS policristalinas, este valor disminuye (ver el acero AISI 303 ($1s^{-1}$, $1200^{\circ}C$) y el SPb-1 a partir de la deformaciones de 1 y 4 respectivamente). Se cree que todo ello está influenciado por el hecho de que esos cambios en la estructura cristalina de las inclusiones pueden hacer que a alta deformación supongan una regeneración de las inclusiones. Por otro lado, se han hecho estudios de la influencia que está teniendo en ello la temperatura, con posterioridad a la aplicación de la deformación. Esta influencia se verá posteriormente.

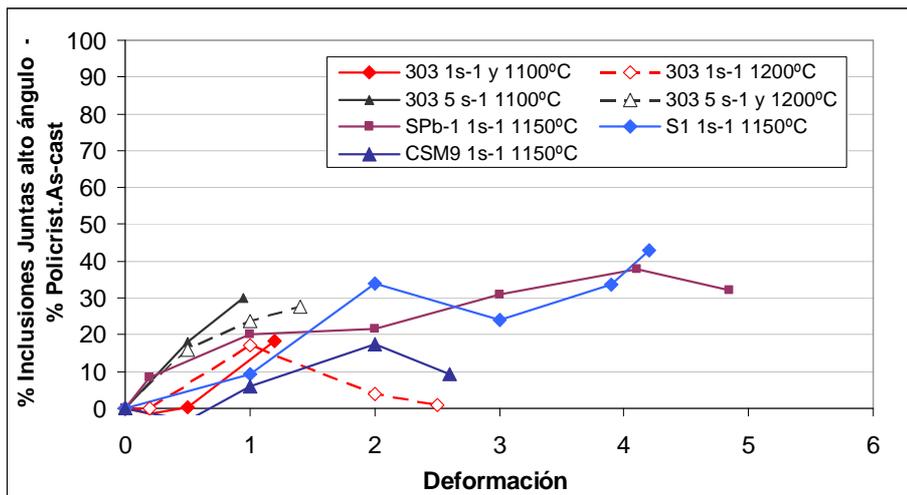


a) % Inclusiones Policristalinas (Juntas de alto ángulo)

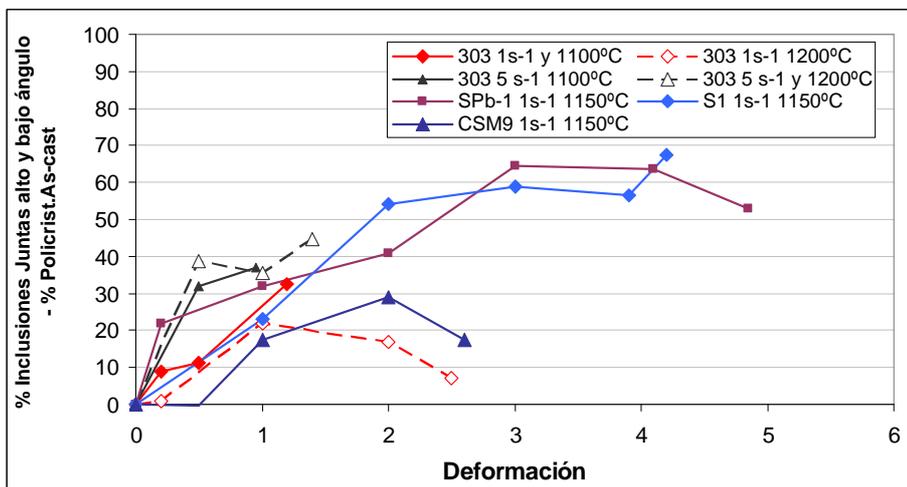


b) % Inclusiones policristalinas + % Inclusiones con juntas de bajo ángulo

6. INFLUENCIA DE PARÁMETROS CRISTALOGRÁFICOS DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS RESULTURADOS



c) % Inclusiones policristalinas - % Inclusiones policristalinas en condiciones as-cast

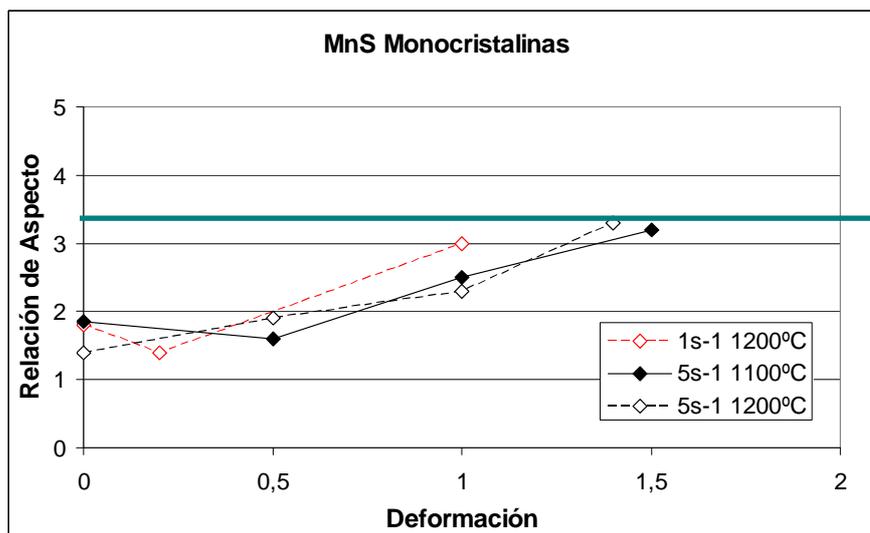


d) % Inclusiones policristalinas y de bajo ángulo - % Inclusiones policristalinas y de bajo ángulo en condiciones as-cast

Figura 6 - 50. Evolución cristalográfica de las inclusiones durante la deformación

6.4.7.2.2. Relación de aspecto de inclusiones policristalinas

De todo lo comentado hasta ahora, a pesar de esta predicción de inclusiones policristalinas que aumenta con el nivel de deformación establecido, no en todas las inclusiones se observa esa generación de uniones policristalinas, algunas permanecen como monocristales durante la deformación. En la Figura 6 - 51 se muestra que para el caso del acero AISI 303, la relación de aspecto de las inclusiones con apariencia policristalina es mayor. Como se observa, poniendo como ejemplo los valores obtenidos para una velocidad de deformación de $5s^{-1}$, las inclusiones monocristalinas alcanzan unos valores de relación de aspecto entre 3-3.5 para la deformación macroscópica 1.5 (ϵ). Sin embargo, a estos niveles de deformación las inclusiones policristalinas alcanzan valores mayores de relación de aspecto, entre 4-4.5. Por tanto, este comportamiento indica que sobre todo a niveles altos de deformación, el alargamiento de las inclusiones policristalinas es algo mayor que el de aquellas inclusiones que mantengan su estado de monocristal.



Continúa en la siguiente página

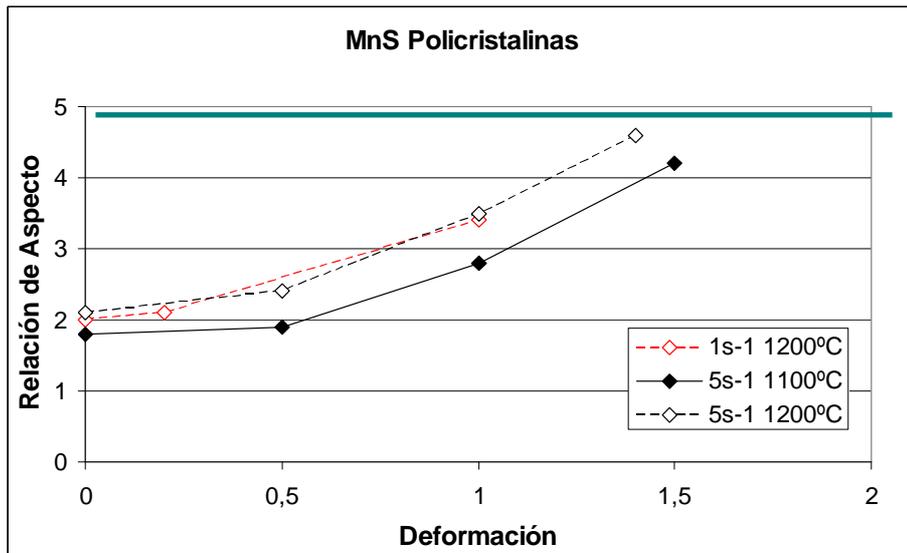


Figura 6 - 51. Relación de aspecto de inclusiones monocristalinas (Izquierda) y policristalinas (derecha) del acero AISI 303 durante los ensayos de torsión

6.4.7.2.3. Influencia de la temperatura posteriormente a la deformación: Recristalización de inclusiones

A lo largo de toda la caracterización microestructural y cristalográfica realizada sobre las inclusiones de sulfuro de manganeso se ha observado que la temperatura parece afectar al carácter policristalino de las inclusiones.

La Tabla 6 - 7 muestra los porcentajes de inclusiones policristalinas para el acero CSM9 en varias condiciones: con deformación nula, con deformación de 3 y con esta misma deformación pero con tratamiento térmico posterior de 1h a 1200°C. Hay que tener en cuenta que las dos últimas condiciones corresponden a una misma probeta que después del ensayo de torsión realizado con su respectivo temple, ha sido sometida al tratamiento térmico. Como se puede observar el porcentaje de inclusiones policristalinas aumenta con la deformación, mientras que el porcentaje vuelve a caer drásticamente hasta los valores iniciales cuando ha sido sometida a tratamiento.

Tabla 6 - 7. %Inclusiones policristalinas para el acero CSM9 en diferentes condiciones

$\varepsilon = 0$	$\varepsilon = 3$	$\varepsilon = 3 + \text{Tratamiento}$
16	40	15

Los resultados de la Tabla 6 - 8 muestran la misma evolución de las inclusiones policristalinas para el acero AISI 303 en el caso de probetas deformadas por torsión. En este caso, posteriormente a la aplicación de deformación y con anterioridad a la realización del temple de la muestra para congelar la microestructura, la probeta se ha mantenido a la temperatura de ensayo ($1s^{-1}$, 1200°C, $\varepsilon=1$) durante 1 min o 5 minutos. Se vuelve a comprobar la misma tendencia que la anteriormente mencionada para el acero CSM9. Con la deformación el porcentaje de inclusiones policristalinas aumenta, mientras que un mantenimiento posterior a alta temperatura, hace que este porcentaje

disminuya. Además, la reducción es mayor cuanto mayor sea el tiempo de mantenimiento a alta temperatura.

Tabla 6 - 8. %Inclusiones policristalinas para el acero AISI 303 en diferentes condiciones

$\varepsilon = 0$	$\varepsilon = 1$	$\varepsilon = 1 + \text{Trat. 1min}$	$\varepsilon = 1 + \text{Trat. 5min}$
36	45	23	8

6.4.8. Interacción entre parámetros cristalográficos a nivel global

A lo largo del capítulo se han analizado las interacciones entre diferentes parámetros asociados a las inclusiones con la matriz circundante. Se ha constatado que, como era de esperar, los análisis de KAM confirman la importancia de la distancia entre inclusiones (aglomeración) en la acumulación de deformación en la matriz y, en consecuencia, en la posibilidad de inicio y propagación de daño.

Independientemente de ello, hay que tener en cuenta la posible incidencia de la recrystalización de la matriz. En estudios previos, ésta se había asociado con la posibilidad de aislar o no defectos nucleados en inclusiones situadas en los bordes de los granos. Se planteaba que la recrystalización pudiera dejar una fracción de esos defectos aislados dentro de los granos, incrementado de esa forma aumentar la ductilidad del acero. Sin embargo, los estudios realizados previamente con aceros C-Mn resultados [14,23] pusieron de manifiesto que la aportación de ese mecanismo a la mejora de la ductilidad era mínima (en gran medida por la imposibilidad de lograr aislar los defectos de los bordes de los granos). Sin embargo, debido fundamentalmente a la transformación de la austenita durante el enfriamiento, no había sido posible observar interacciones entre la deformación de las inclusiones y la recrystalización. Los resultados obtenidos en este trabajo con el acero inoxidable austenítico sugieren que la recrystalización o no de la matriz está condicionando la deformabilidad de las inclusiones.

Probablemente en condiciones de estructuras recalentadas de aceros C-Mn resultados esta interacción entre recrystalización y deformabilidad inclusionaria será muy reducida, al menos en las primeras cajas de laminación (las importantes desde el punto de vista de daño). Debe tenerse en cuenta que el tamaño de grano de austenita de estos aceros tras el recalentamiento es pequeño y que las temperaturas de laminación iniciales suelen ser altas, lo cual favorece cinéticas de recrystalización rápidas. En cambio, en carga directa o con aceros inoxidables austeníticos, los granos as-cast (notablemente más

grandes que los recalentados) pueden conducir a situaciones como las observadas en este trabajo.

Por otra parte, en un buen número de figuras con imágenes de EBSD mostradas en este capítulo se puede apreciar que dentro de las inclusiones la deformación aplicada no se ha repartido homogéneamente (a partir de las imágenes de KAM). Existen juntas de bajo ángulo que junto con la evolución, en función de la deformación aplicada, de la presencia cada vez más numerosa de inclusiones con juntas de alto ángulo, sugieren la posibilidad de la existencia de fenómenos de recristalización en el interior de las inclusiones. Los cambios observados tras la aplicación de tratamientos térmicos, confirmarían también dicha posibilidad.

Recientemente se ha mostrado un elevado interés en la búsqueda de inclusiones con composiciones químicas que posean un carácter vítreo durante la laminación en caliente. Se tratan de óxidos (no de sulfuros de Mn) que se consideran nocivos desde el punto de vista de propiedades finales del componente y se busca que durante la laminación se fragmenten y con ello disminuyan de tamaño [28,29]. Sin embargo, no parece que hasta la fecha la posibilidad de repartos heterogéneos de las deformaciones en el interior de las inclusiones haya sido un aspecto que se haya reportado y analizado. En este trabajo se han mostrado evidencias suficientes que confirman la existencias de juntas de bajo y alto ángulo que evolucionan con la deformación aplicada. Si bien algunos datos sugieren que dependiendo de la presencia o no de juntas de alto ángulo puede haber diferencias en la deformabilidad de las inclusiones, no se ha podido constatar una relación directa entre inclusiones con juntas de alto ángulo y predominio del daño en ellas (para un determinado nivel de deformación aplicada).

Sin embargo, debe indicarse que hay una fracción de la población de inclusiones que posee juntas de alto ángulo desde la condición “sin deformación”. Por su aspecto geométrico (discontinuidades en los bordes) se puede considerar que por lo menos algunas de ellas proceden de nucleaciones dúplex [30]. Si bien en esos casos coinciden

las juntas de alto ángulo con singularidades geométricas que facilitan las concentraciones de deformaciones en la intercara matriz/inclusión, sí se ha constatado la aparición de daño (a veces con la fractura de la inclusión). A ello hay que añadir que en más de una ocasión la presencia de poros internos se ha localizado en inclusiones dúplex.

Para finalizar, si bien no se ha considerado en este estudio, la orientación cristalográfica del grano circundante junto con la inclusión y las direcciones de aplicación de las tensiones son aspectos que pueden afectar notablemente a la concentración de deformaciones y favorecer el inicio de daño. Los modelos desarrollados por el socio Tata en el proyecto Pacrolp II indican que es otro aspecto para poder entender la nucleación preferente de daño en determinadas inclusiones.

6.5. CONCLUSIONES

- La activación de la recristalización dinámica en el acero inoxidable AISI 303 estudiado es muy heterogénea. Este hecho afecta a la deformabilidad de las inclusiones. Las zonas que han recristalizado muestran una deformación de las inclusiones mayor.
- En el acero inoxidable austenítico Los mapas Kernel de EBSD han permitido detectar la presencia de acumulación de deformaciones en la matriz en las zonas donde existen aglomeraciones de inclusiones de MnS.
- La cristalografía de las inclusiones de MnS ha revelado la existencia de juntas de alto ($> 15^\circ$) y bajo ángulo ($4-15^\circ$) en su interior.
- La intercara entre la matriz y las inclusiones queda establecida como junta de alto ángulo, con una desorientación media existente de entre $41-45^\circ$.
- Los tratamientos térmicos realizados permiten concluir la ausencia de expansión térmica de las inclusiones de MnS debida al recalentamiento.
- Existe una generación de uniones policristalinas en el interior de las inclusiones de MnS que aumentan en proporción a medida que lo hace el nivel de deformación. Se observa también juntas de bajo ángulo y evidencia de distribuciones heterogéneas de la deformación en el interior de las inclusiones. Todo ello sugiere la posible existencia de fenómenos de recristalización en el interior de las inclusiones.
- La influencia de la temperatura es la contraria, un aumento de temperatura supone una disminución en el porcentaje de inclusiones con juntas de alto ángulo en su interior.

6.6. ANEXO I

A continuación se muestran todos los barridos de EBSD realizados en el SEM para la matriz del material AISI 303 para los ensayos de torsión y de compresión.

- **Ensayos de TORSIÓN**

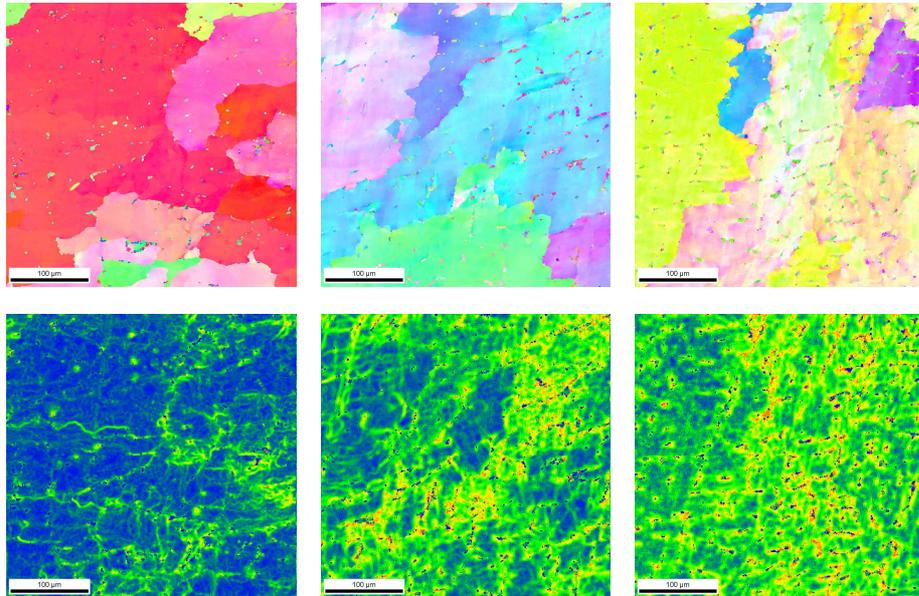


Figura 6 - 52. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C , 1s^{-1} y $\varepsilon=0.2$

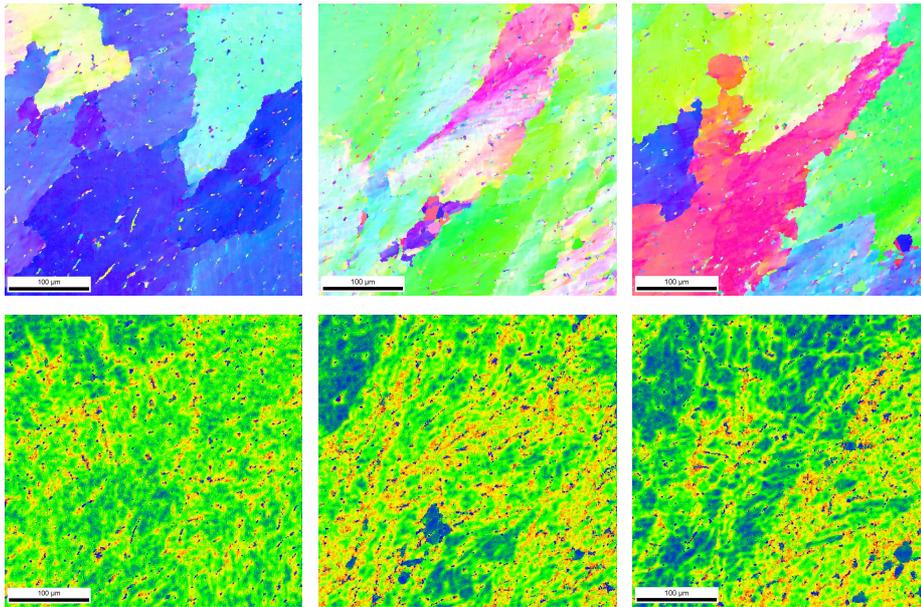


Figura 6 - 53. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C, 1s⁻¹ y ε=0.5

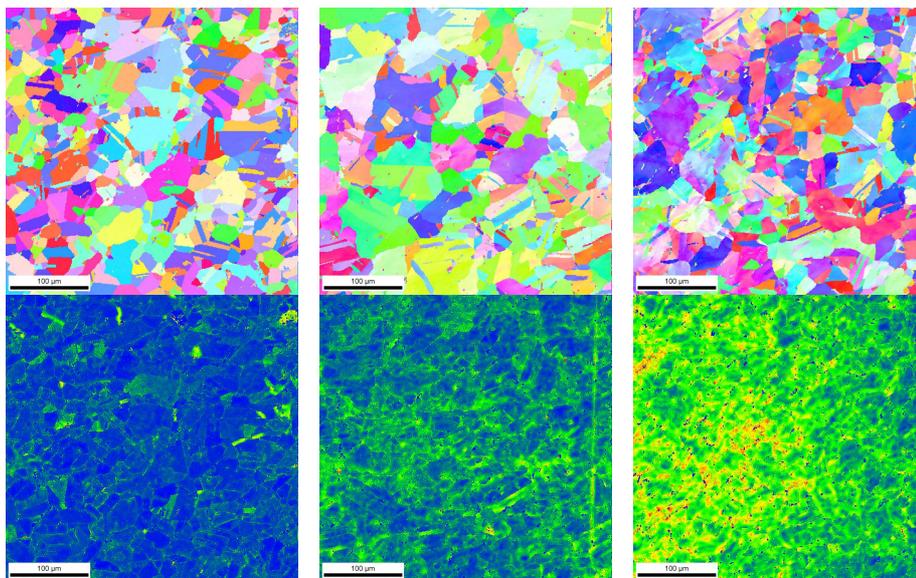


Figura 6 - 54. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C, 1s⁻¹ y ε=1.5

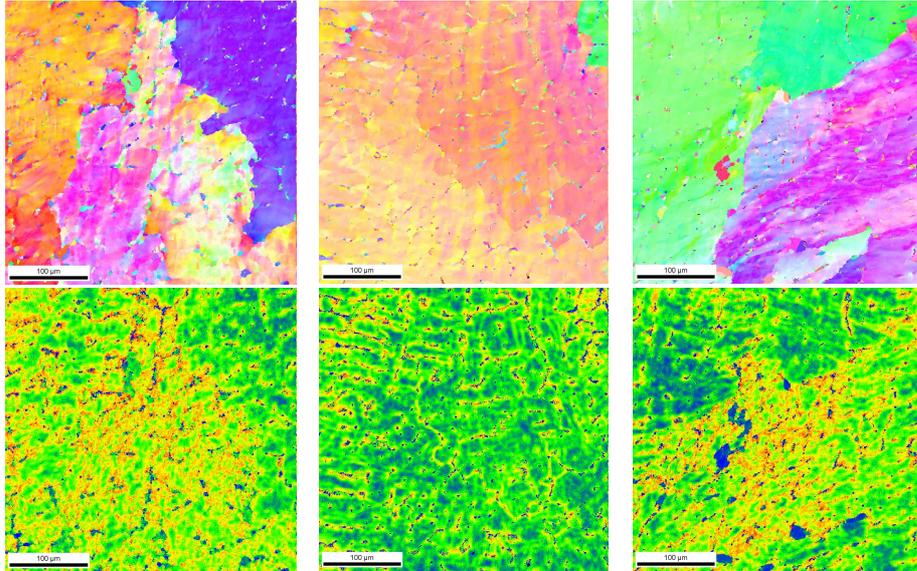


Figura 6 - 55. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C , 5s^{-1} y $\epsilon=0.5$

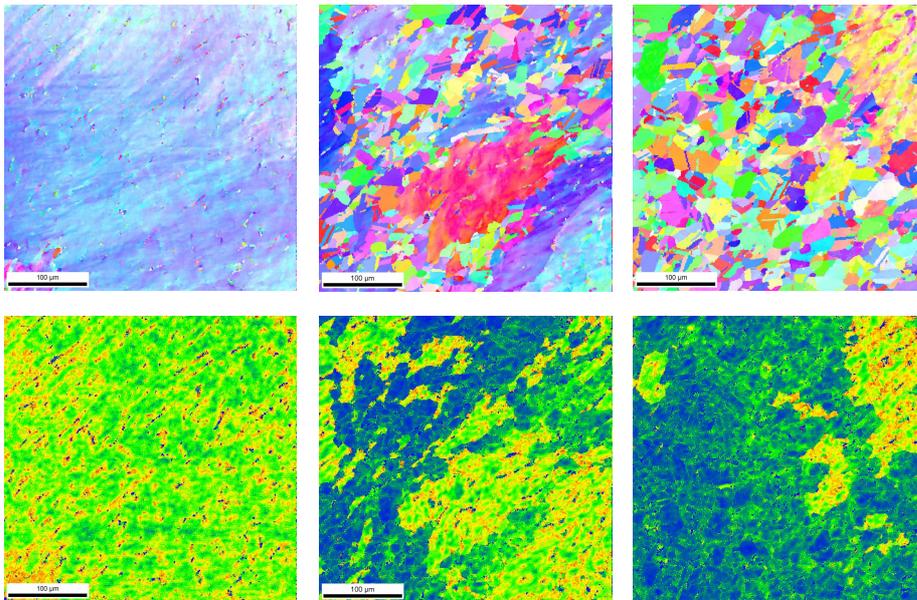


Figura 6 - 56. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C , 5s^{-1} y $\epsilon=1$

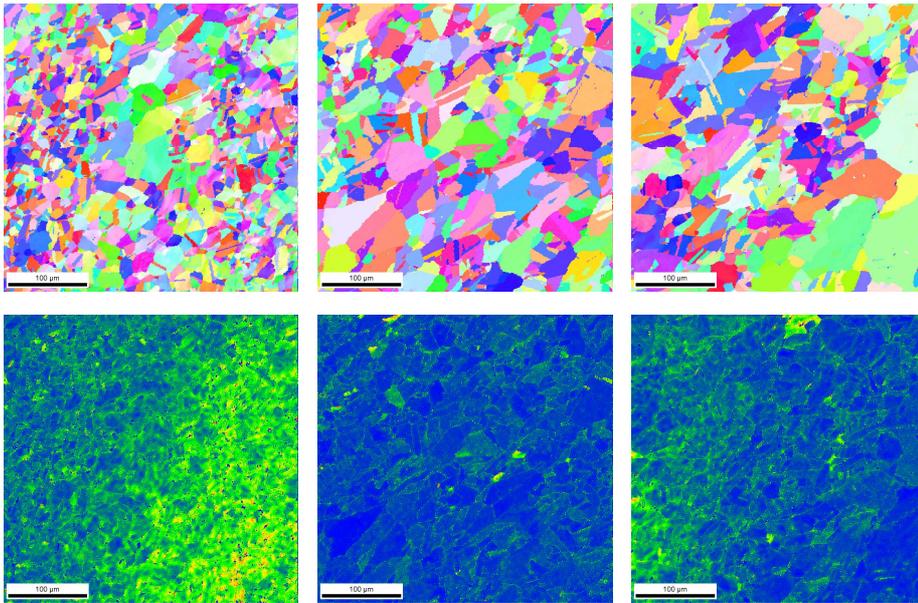


Figura 6 - 57. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C, 5s⁻¹ y ε=1.5

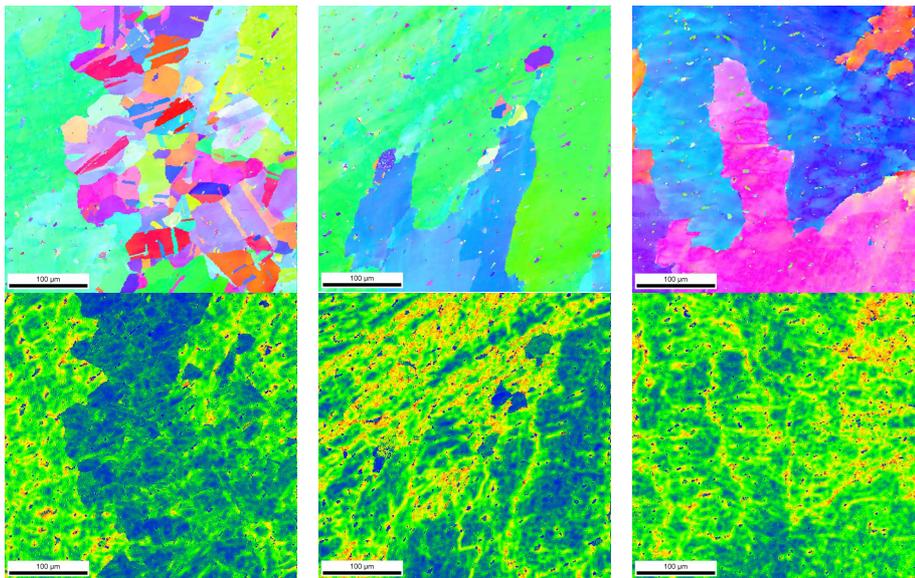


Figura 6 - 58. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 5s⁻¹ y ε=0.5

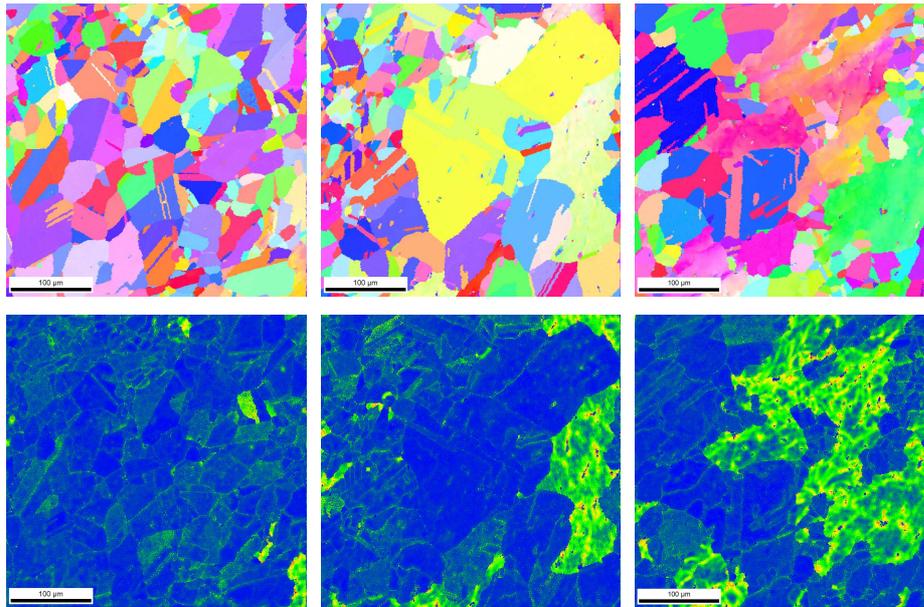


Figura 6 - 59. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 5s⁻¹ y ε=1

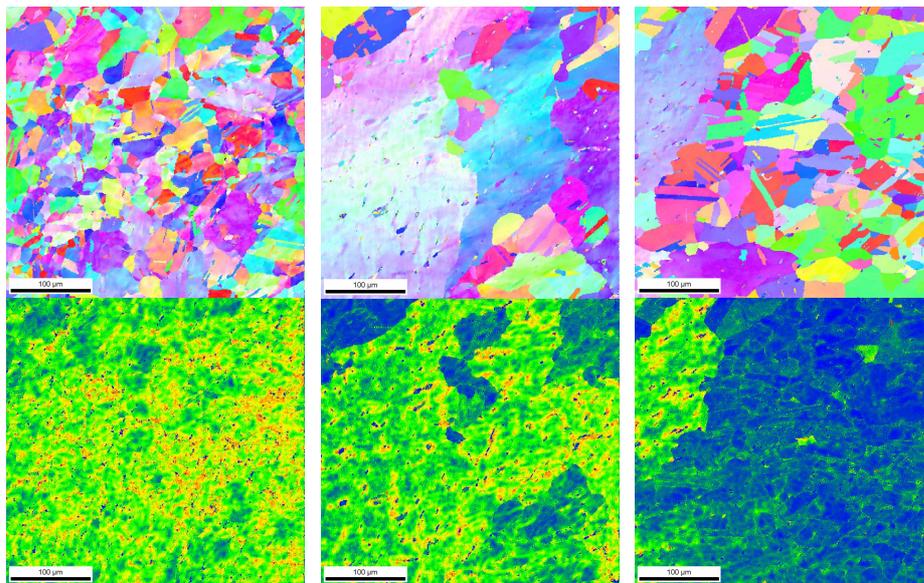


Figura 6 - 60. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 5s⁻¹ y ε=1.

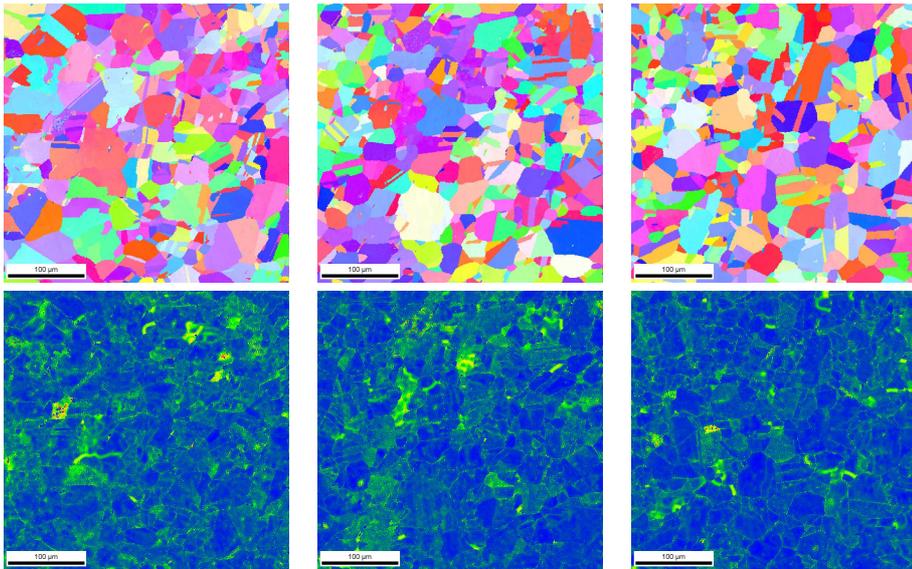


Figura 6 - 61. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 5s⁻¹ y ε=2

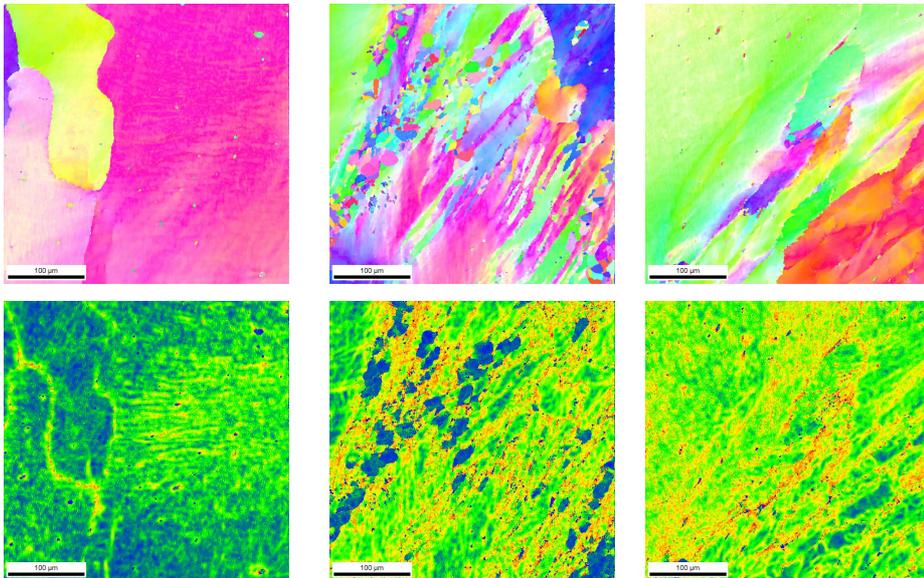


Figura 6 - 62. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 304 a las condiciones de 1100°C, 1s⁻¹ y ε=0.5

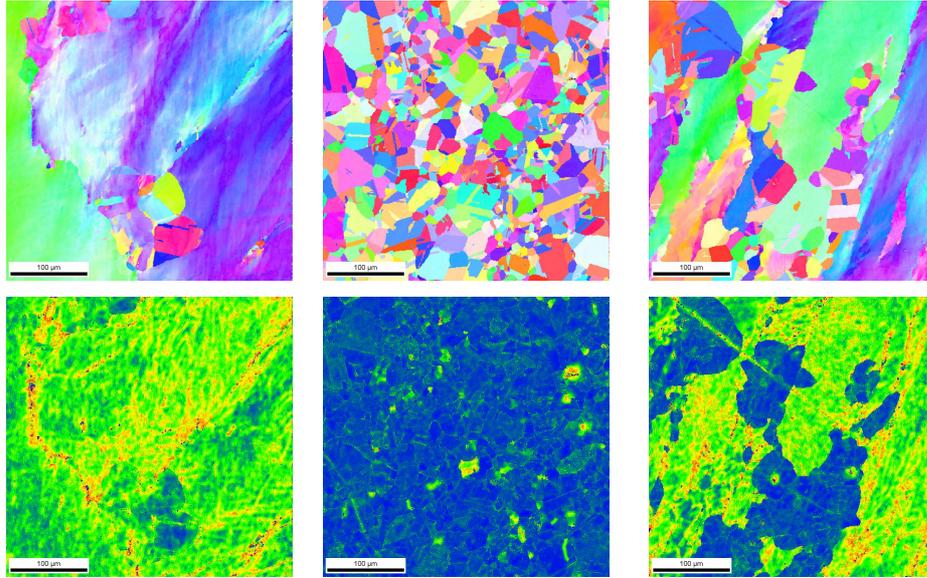


Figura 6 - 63. Mapas IPFs y Kernel de los ensayos de torsión del acero AISI 304 a las condiciones de 1100°C, 1s⁻¹ y ε=1

- **Ensayos de COMPRESIÓN:**

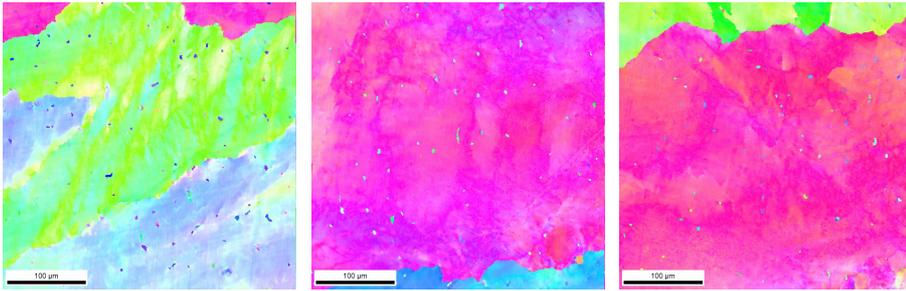


Figura 6 - 64. Mapas IPFs de los ensayos de compresión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C, 1s⁻¹ y ε=0.2

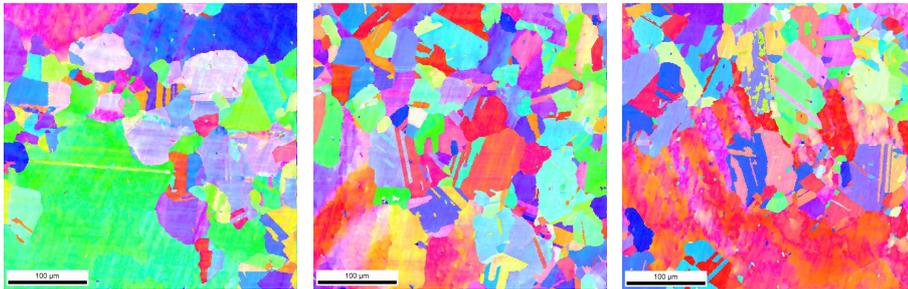


Figura 6 - 65. Mapas IPFs de los ensayos de compresión del acero AISI 303 a las condiciones de 1100°C, 1s⁻¹ y ε=0.5

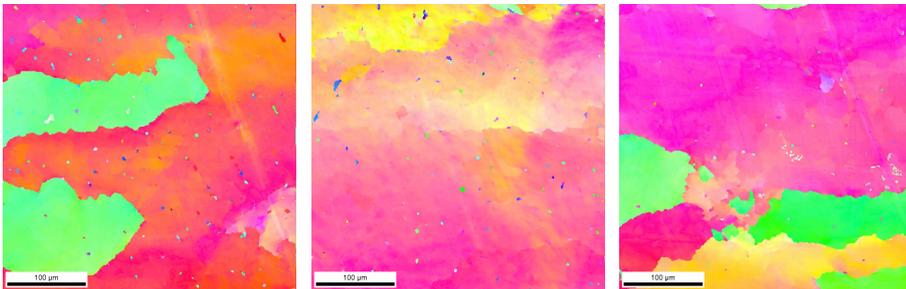


Figura 6 - 66. Mapas IPFs de los ensayos de compresión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C, 1s⁻¹ y ε=0.2

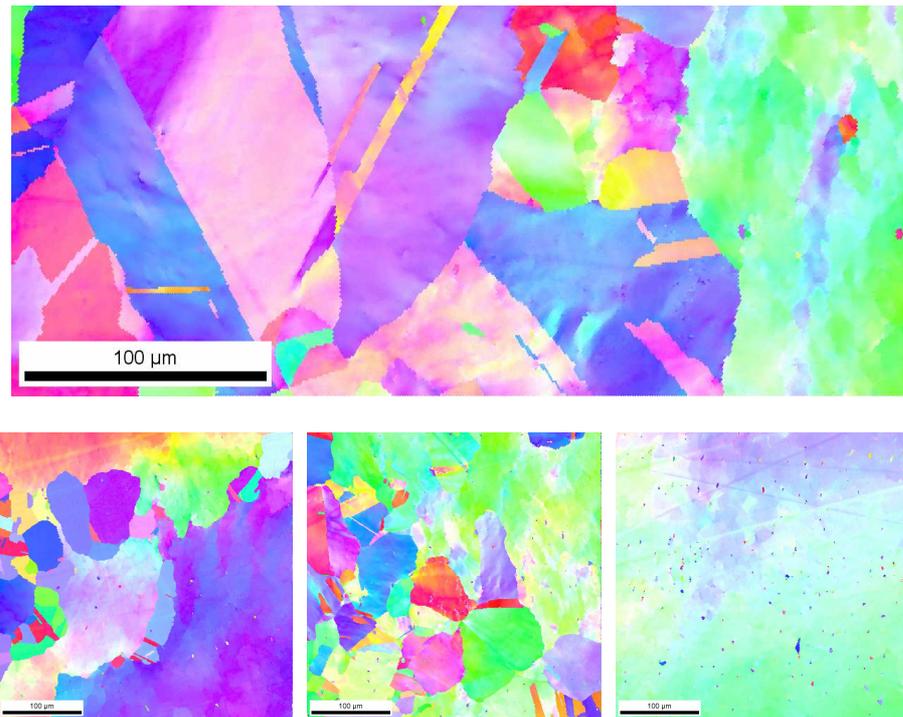


Figura 6 - 67. Mapas IPFs de los ensayos de compresión del acero AISI 303 a las condiciones de 1200°C , 1s^{-1} y $\epsilon=0.5$

6.7. ANEXO II

A continuación se muestran todos los barridos de EBSD realizados en el FEG-SEM para las inclusiones de distintos grados de acero para los ensayos de torsión.

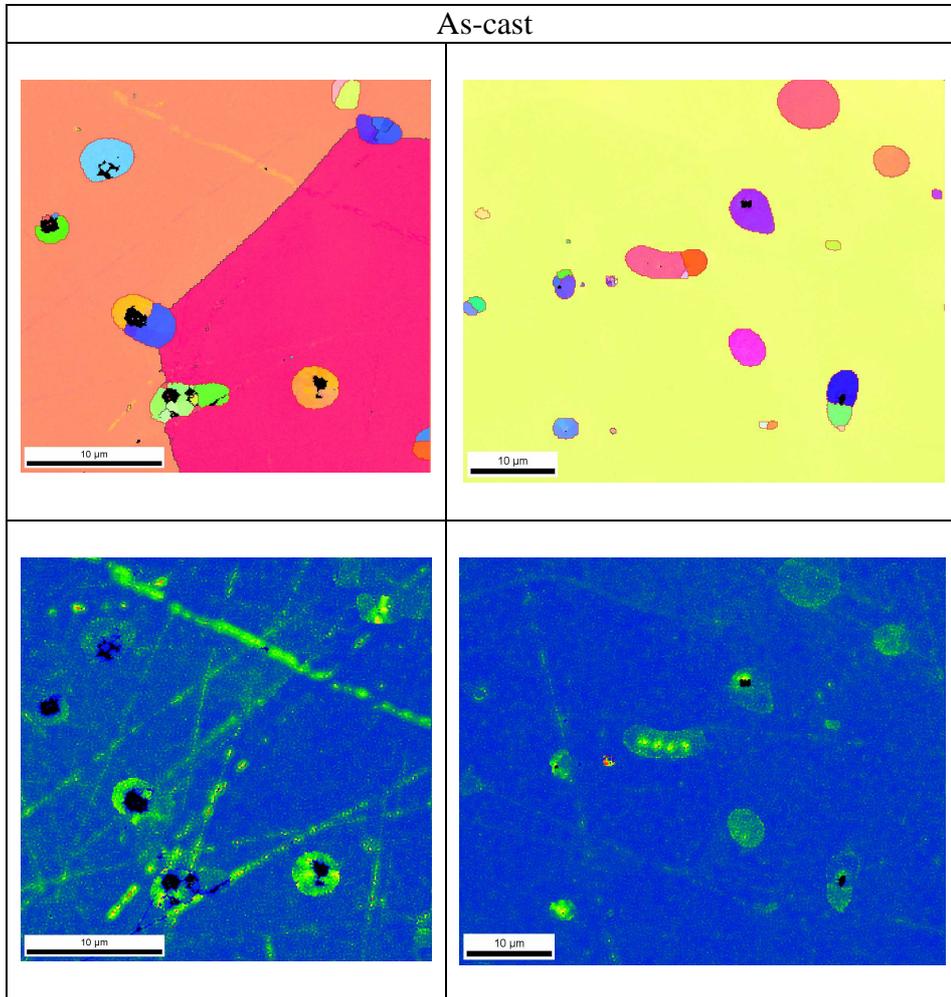


Figura 6 - 68. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 en condiciones as-cast

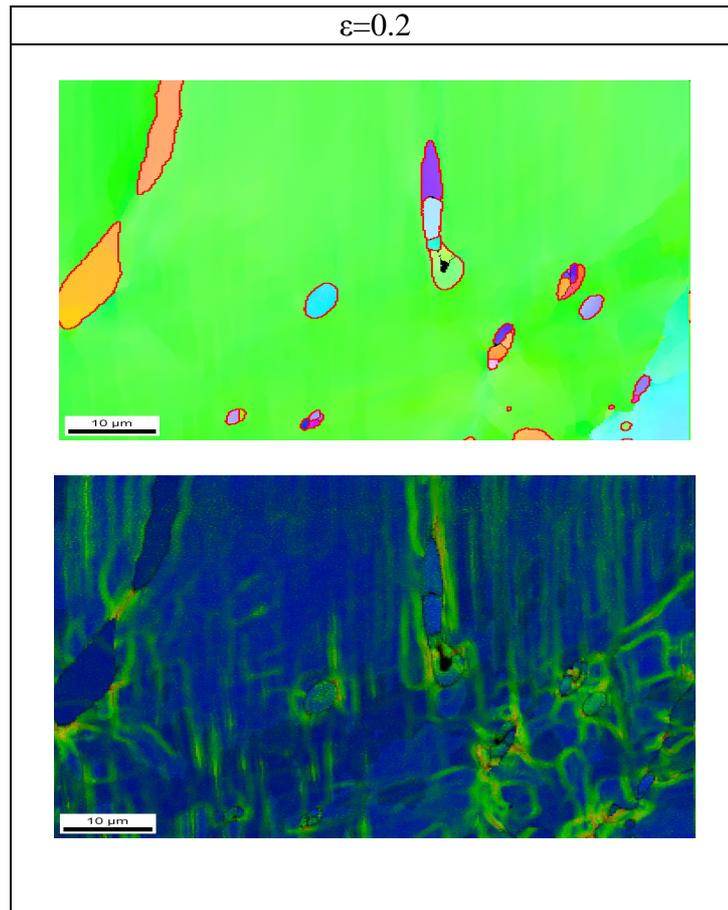


Figura 6 - 69. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1100°C y 1s^{-1} ($\varepsilon=0.2$)

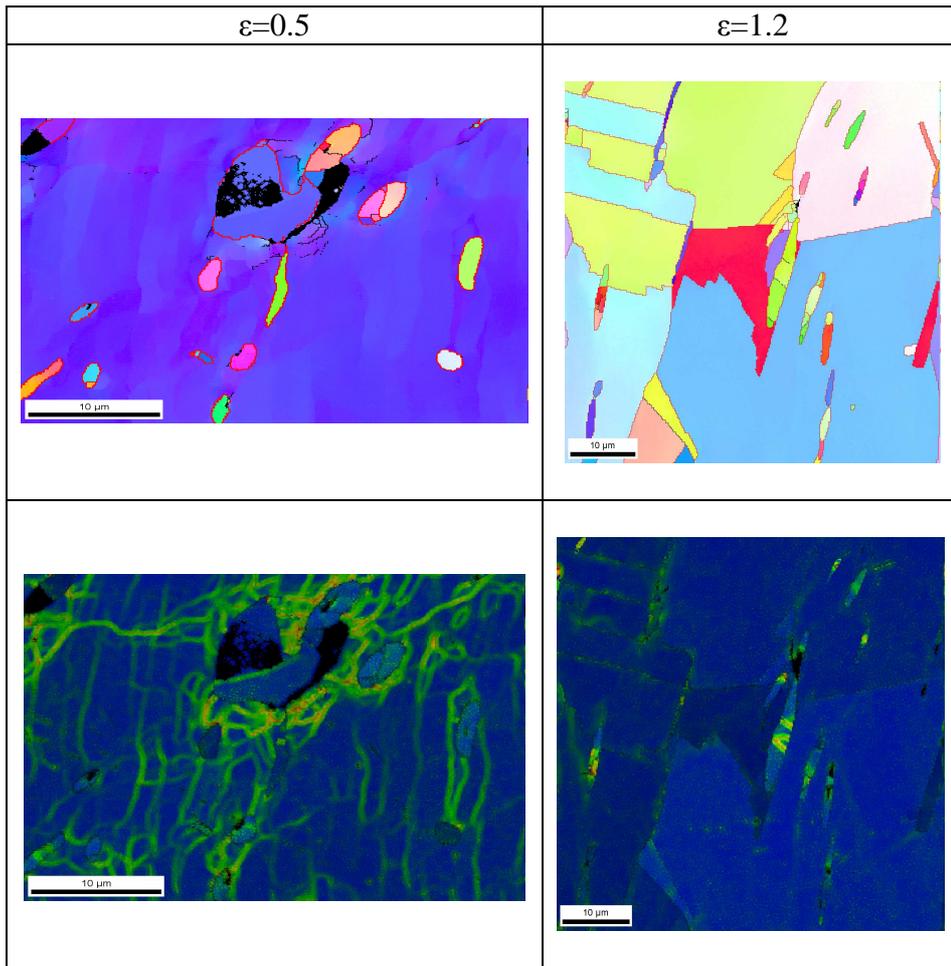


Figura 6 - 70. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1100°C y 1s⁻¹ ($\epsilon=0.5$ y $\epsilon=1.2$)

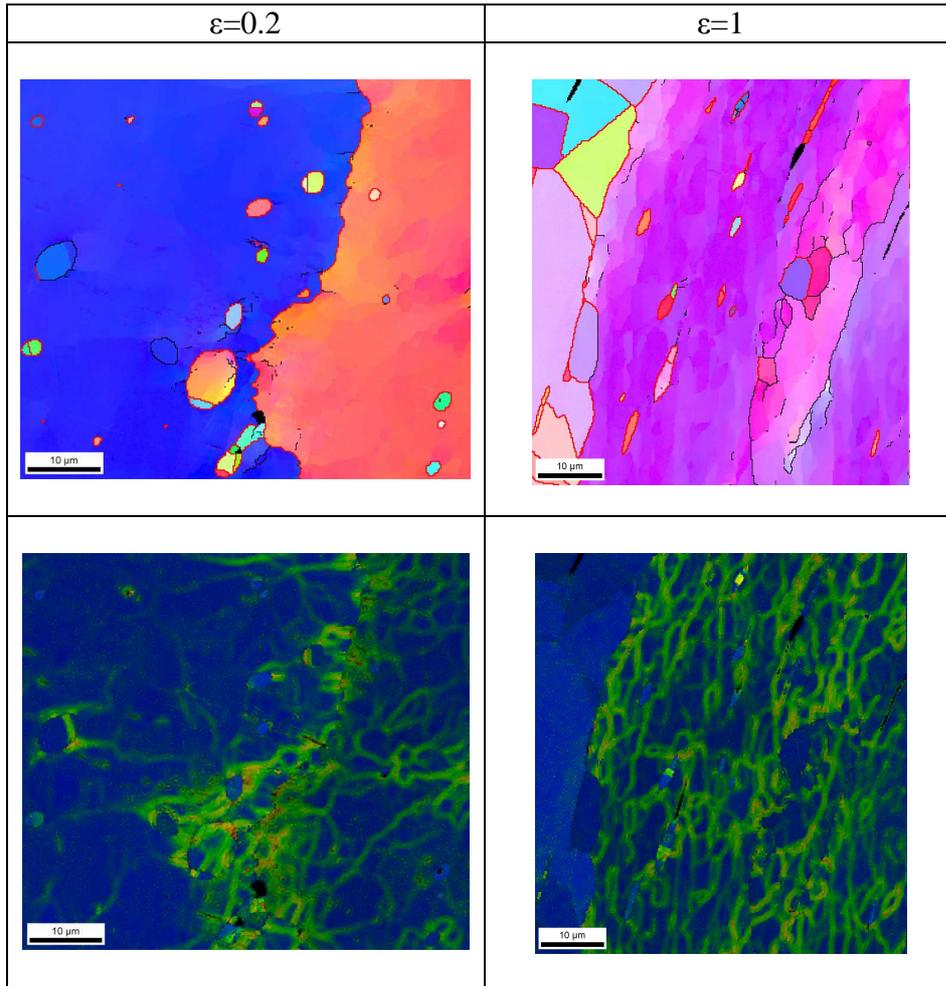


Figura 6 - 71. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1200°C y 1s⁻¹

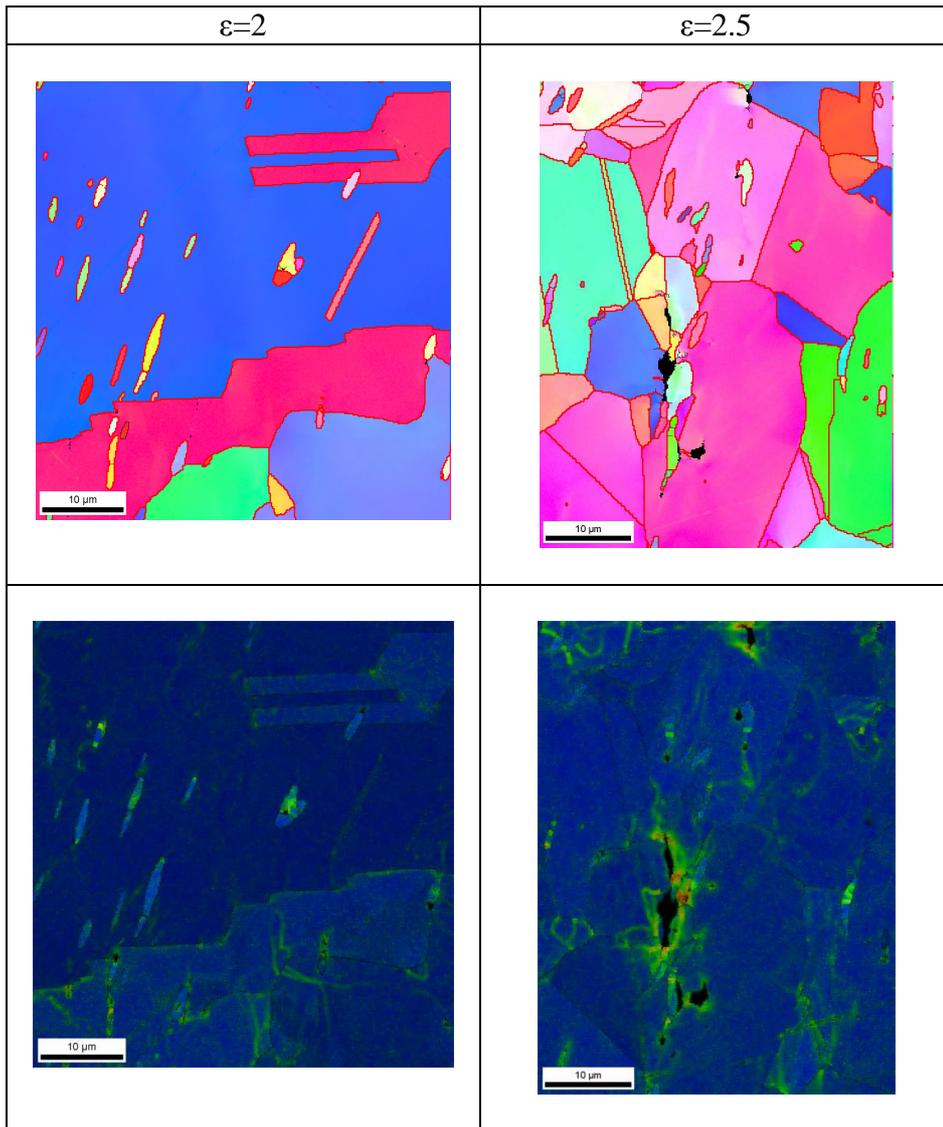


Figura 6 - 72. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1200°C y 1s^{-1} ($\epsilon=2$ y $\epsilon=2.5$)

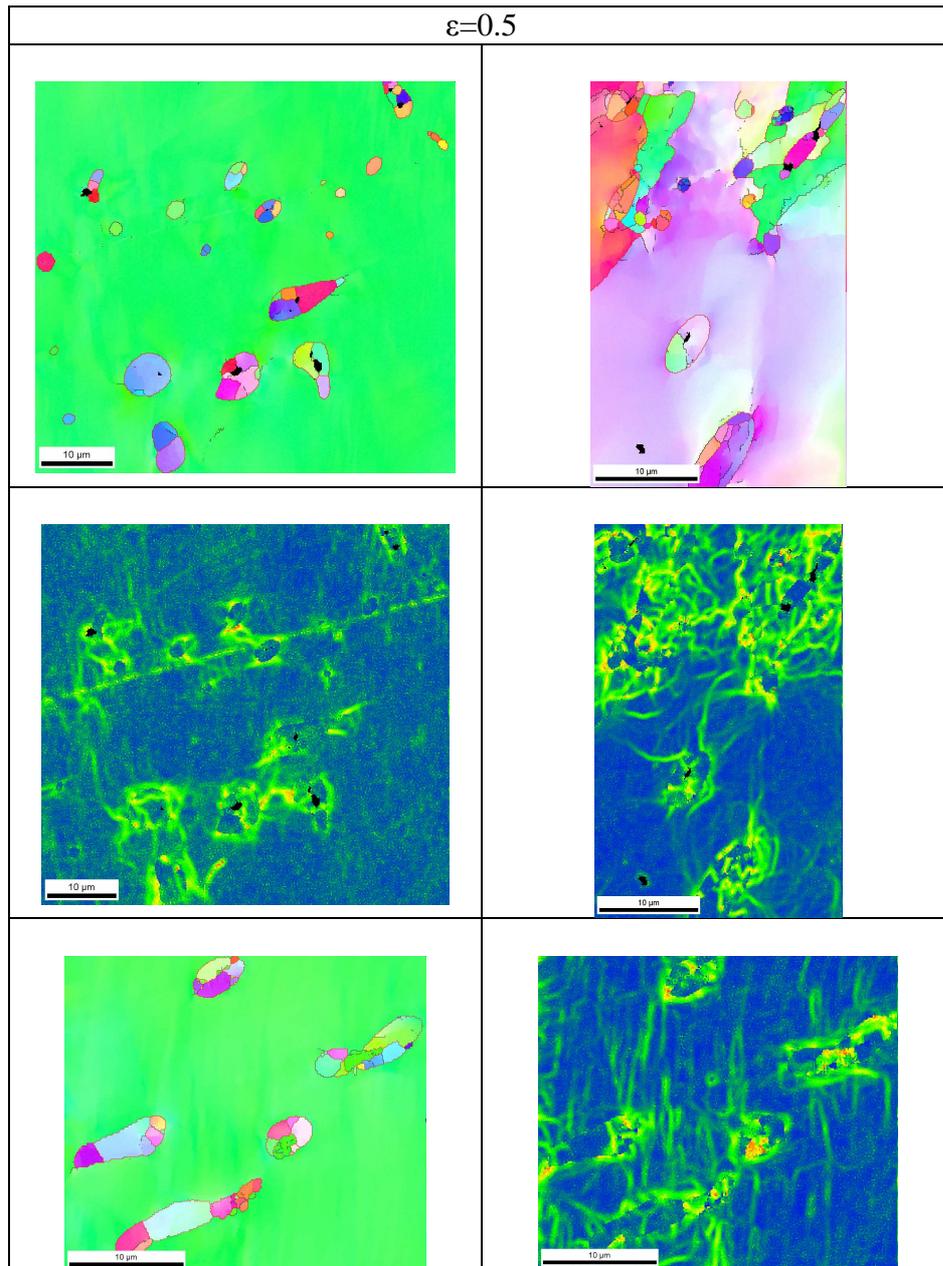


Figura 6 - 73. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1100°C y 5s⁻¹ ($\epsilon=0.5$)

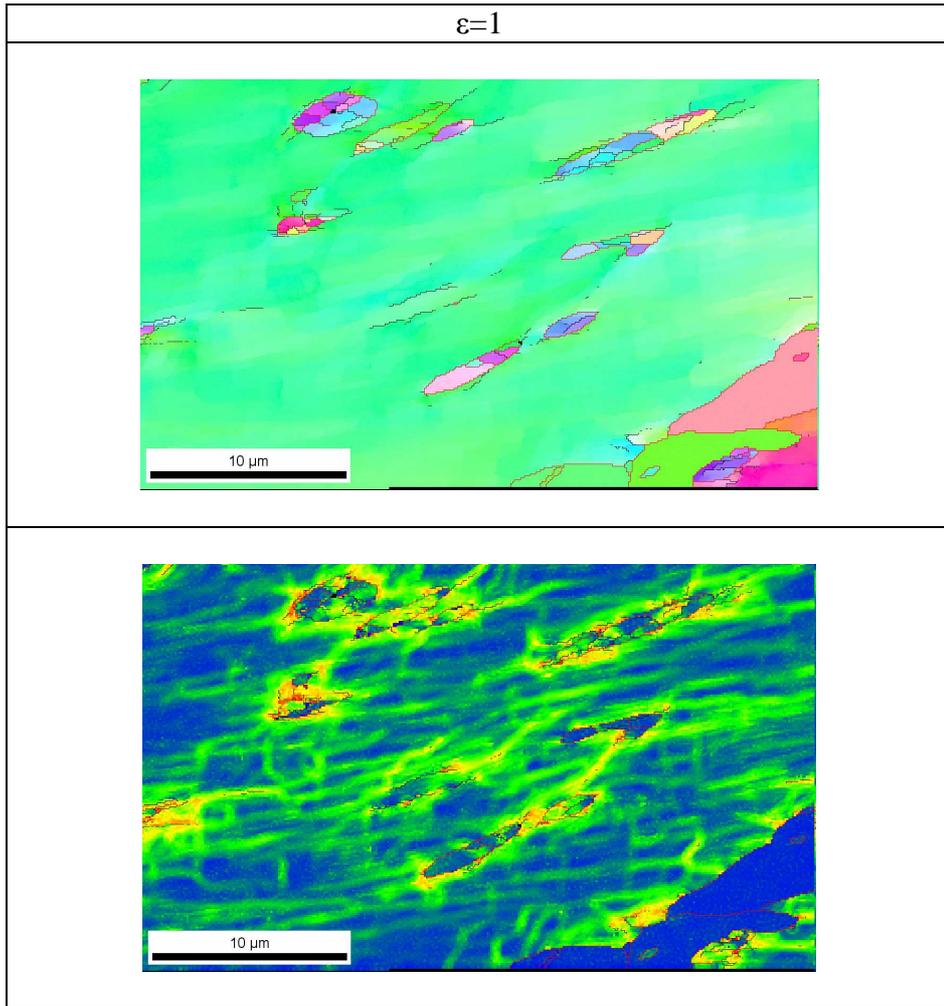


Figura 6 - 74. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1100°C y 5s⁻¹ ($\epsilon=1$)

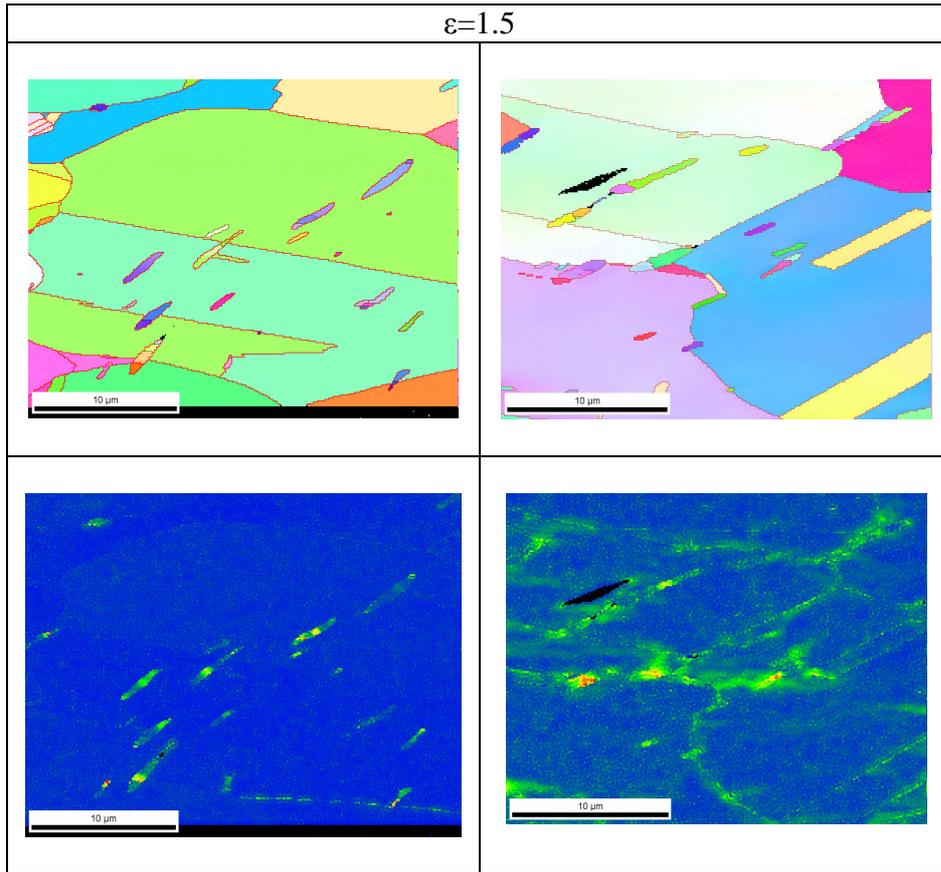


Figura 6 - 75. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1100°C y 5s⁻¹ ($\epsilon=1.5$)

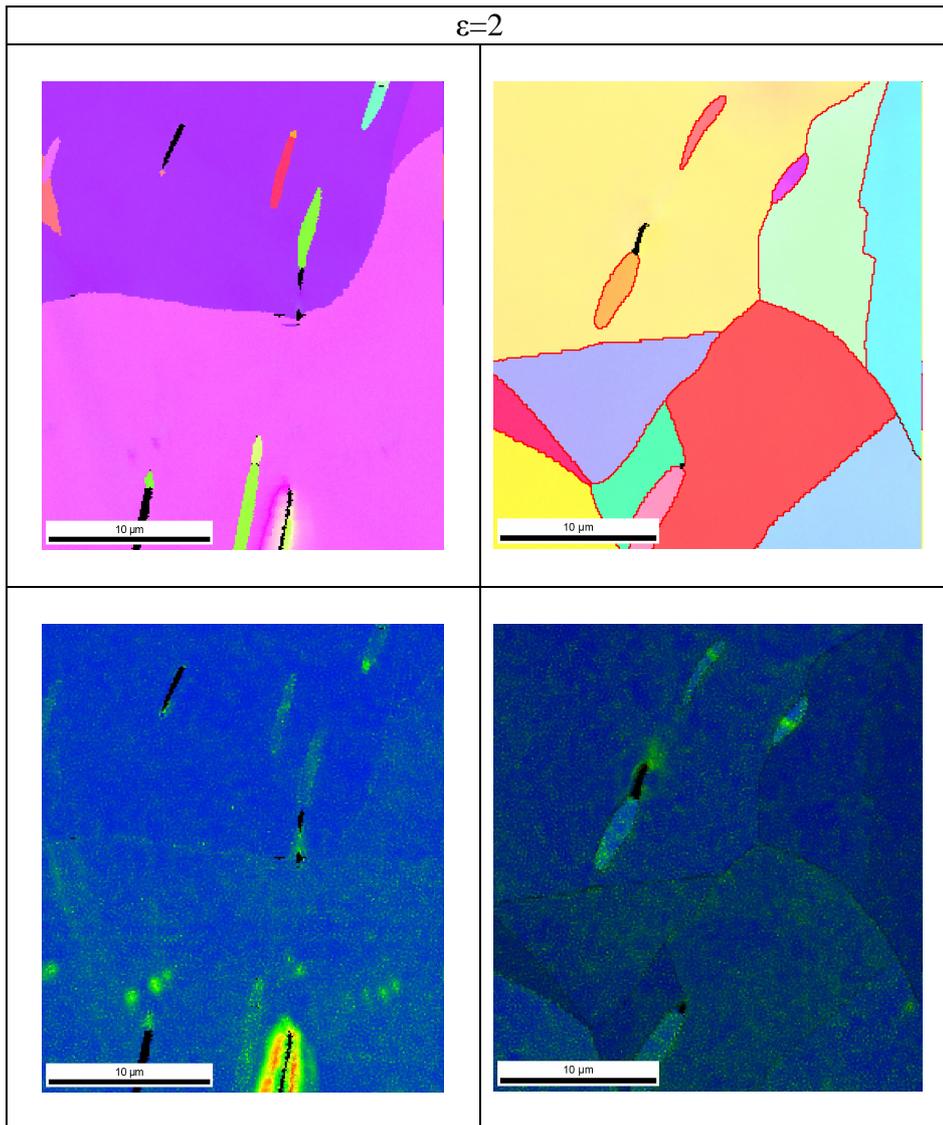


Figura 6 - 76. Mapas IPFs y Kernel del acero AISI 303 a 1200°C y 5 s⁻¹ ($\varepsilon=2$)

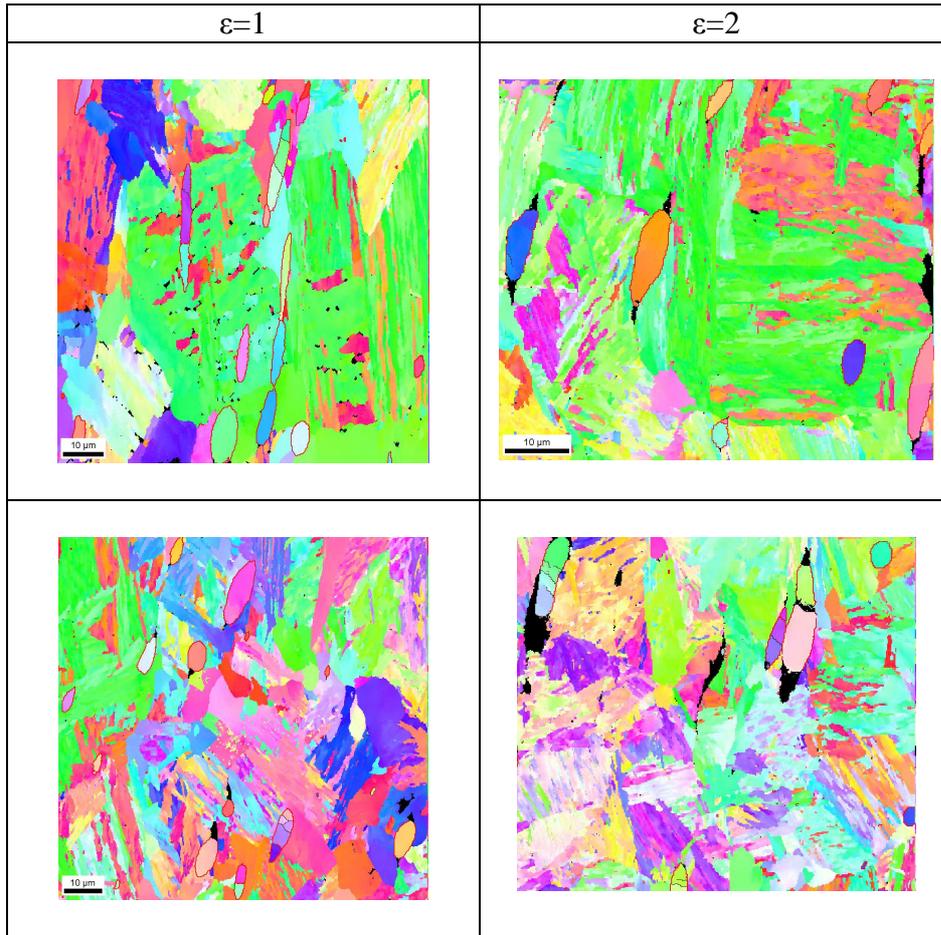


Figura 6 - 77. Mapas IPFs del acero SPb-1 ext a 1150°C y 1s⁻¹

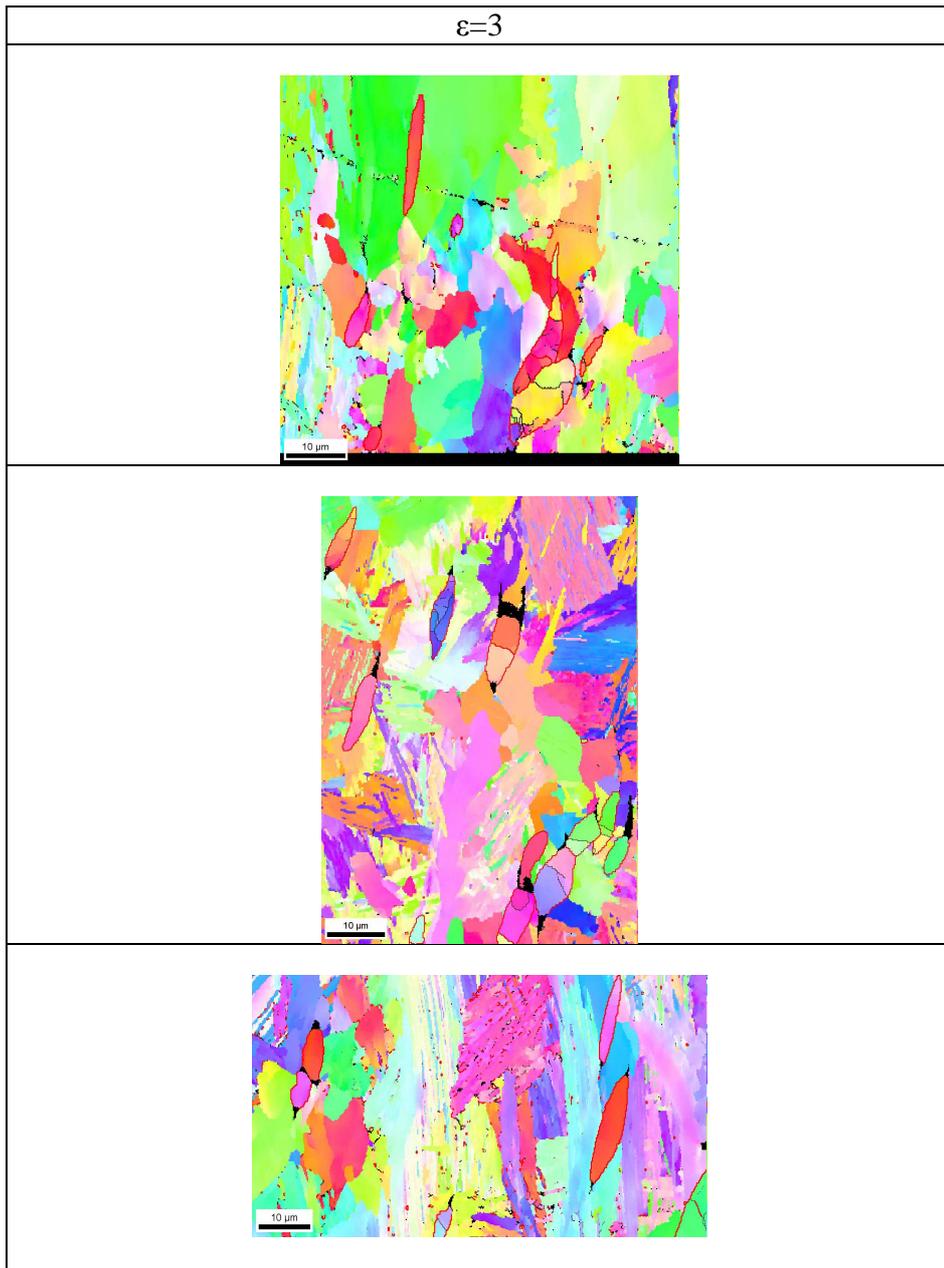


Figura 6 - 78. Mapas IPFs del acero SPb-1 ext a 1150°C y 1s^{-1}

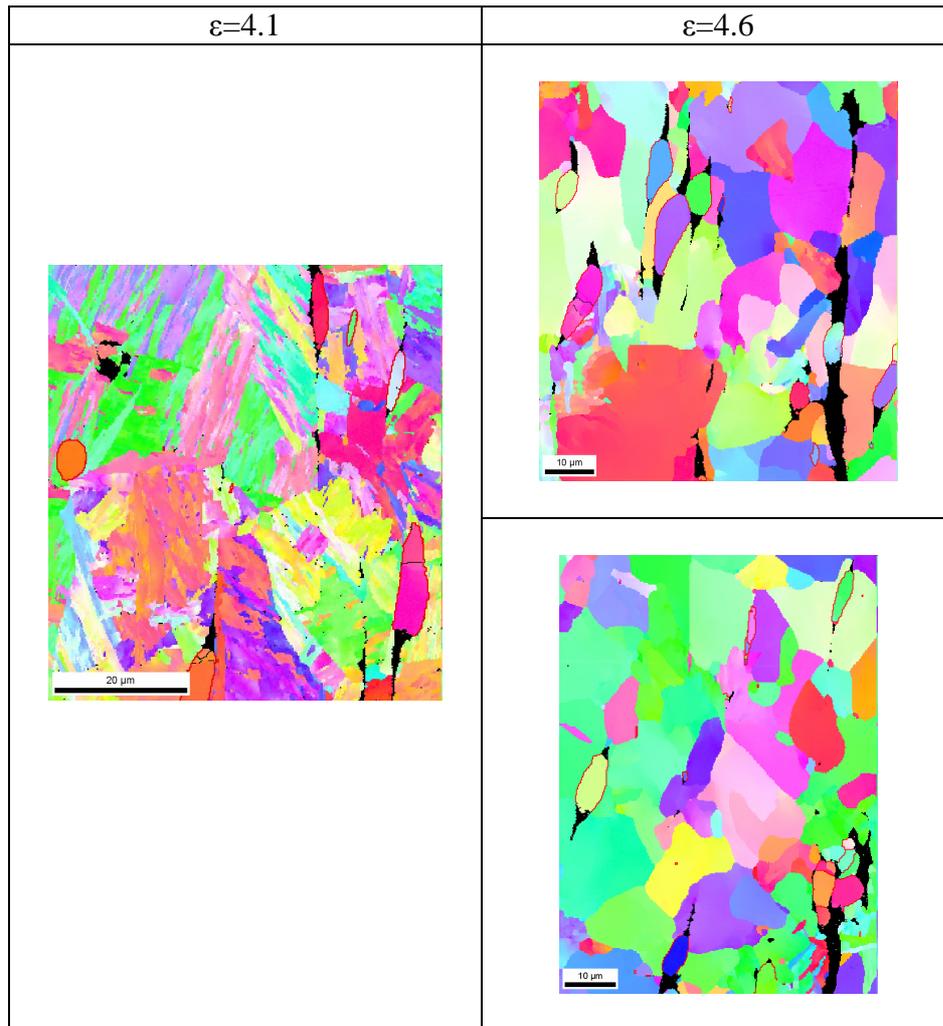


Figura 6 - 79. Mapas IPFs del acero SPb-1 ext a 1150°C y 1s⁻¹

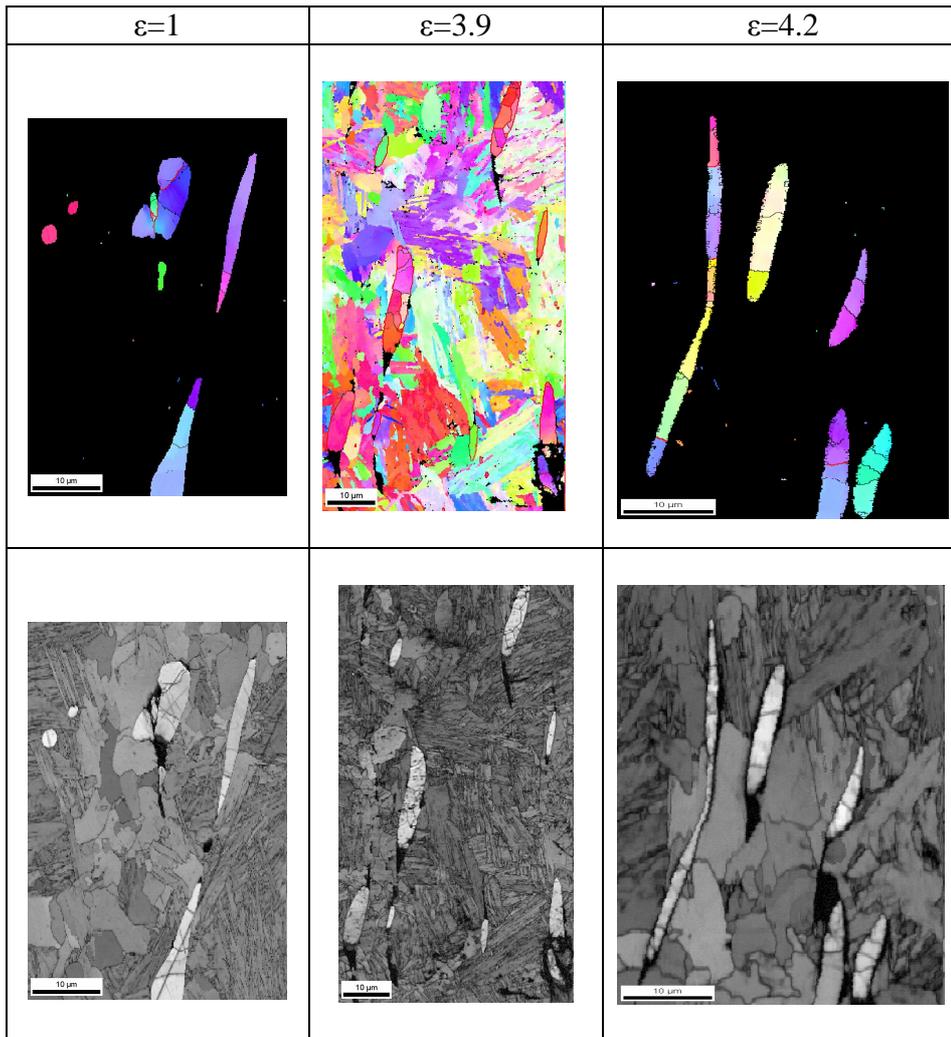


Figura 6 - 80. Mapas IPFs e IQ del acero S-1 ext a 1150°C y 1s⁻¹

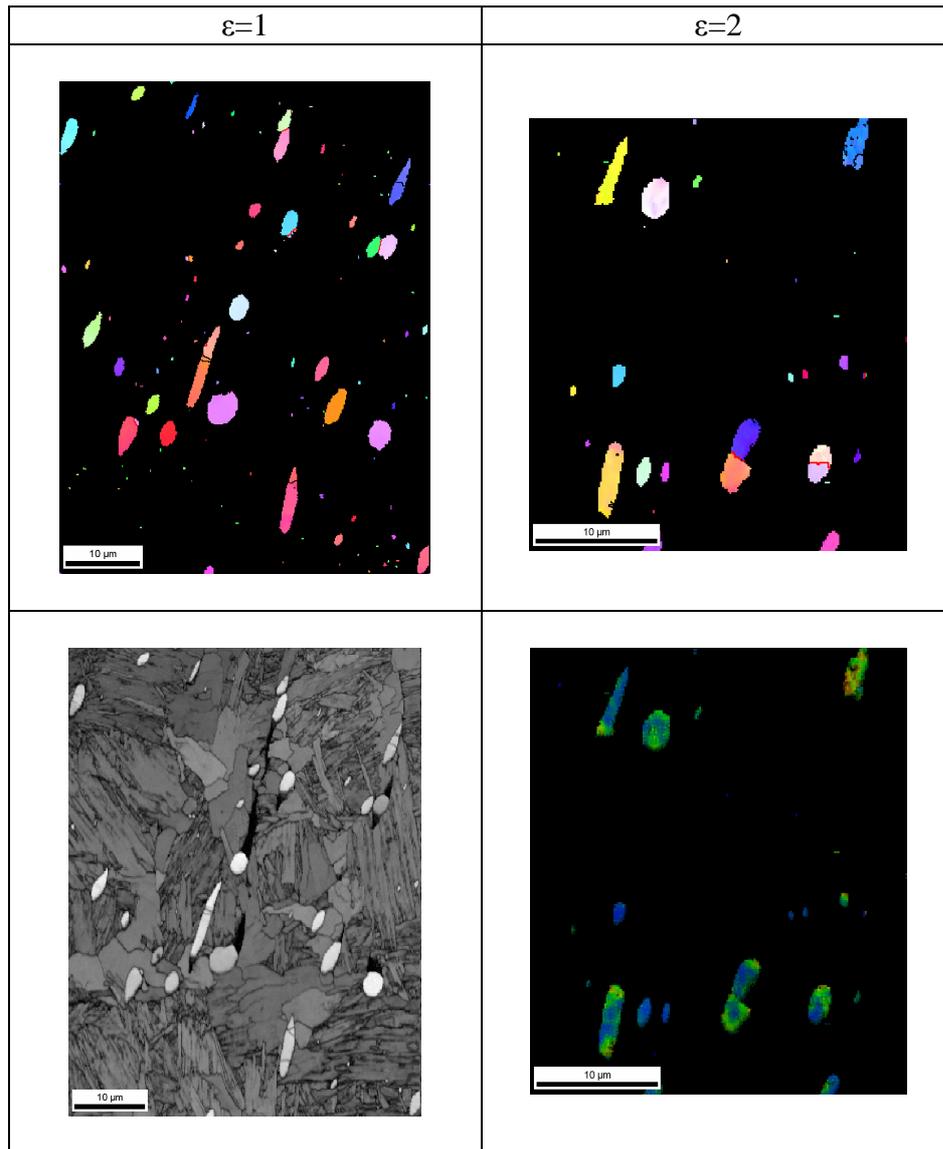


Figura 6 - 81. Mapas IPFs, IQ y Kenrel del acero CSM9 ext a 1150°C y 1s⁻¹

6.8. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] M. Tesis El Wahabi, Caracterización Termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI 304, E.T.S. Industrial de Barcelona. (2002).
- [2] L.P. Kubin, A. Mortensen, Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues, *Scr. Mater.* 48 (2003) 119-125.
- [3] C. Han, H. Gao, Y. Huang, W.D. Nix, Mechanism-based strain gradient crystal plasticity—I. Theory, *J. Mech. Phys. Solids.* 53 (2005) 1188-1203.
- [4] C. Han, H. Gao, Y. Huang, W.D. Nix, Mechanism-based strain gradient crystal plasticity—II. Analysis, *J. Mech. Phys. Solids.* 53 (2005) 1204-1222.
- [5] J.J. Jonas, C.M. Sellars, M. Tegart, *Met.rev.* 130 (1969) 1.
- [6] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe, Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD, *Materials Science and Engineering: A.* 527 (2010) 2738-2746.
- [7] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe, Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD, *Materials Science and Engineering: A.* 527 (2010) 2738-2746.
- [8] J. Kadkhodapour, S. Schmauder, D. Raabe, S. Ziaei-Rad, U. Weber, M. Calcagnotto, Experimental and numerical study on geometrically necessary dislocations and non-homogeneous mechanical properties of the ferrite phase in dual phase steels, *Acta Materialia.* 59 (2011) 4387-4394.

- [9] E. Demir, D. Raabe, N. Zaafarani, S. Zaefferer, *Acta Materialia*. 57 (2009) 559-569.
- [10] P.W. Davies, R.W. Evans, The contribution of voids to the tertiary creep of gold, *13. 3* (1965) 353.
- [11] M.D. Coward, G.J. Richardson, C.M. Sellars, *Met.Technology*. (1976) 550.
- [12] L.E. Cepeda, J.M. Rodriguez-Ibabe, M. Urcola, M. Fuentes, Influence of dynamic recrystallization on hot ductility of aluminium killed mild steels. *Material Science and Technology*. 5 (1989) 1191-1199.
- [13] B. Mintz, R. Abushosha, Influence of vanadium on hot ductility of steel, *Ironmaking & Steelmaking*. 20 (1993) 445-452.
- [14] M.C. Tesis Revilla Gómez, Influencia de los Parámetros Microestructurales en la Evolución del Daño durante el Conformado en Caliente de Aceros Resulfurados, Universidad de Navarra. San Sebastian (2008).
- [15] M. El Wahabi, L. Gavard, J.M. Cabrera, J.M. Prado, F. Montheillet, EBSD study of purity effects during hot working in austenitic stainless steels, *Materials Science and Engineering: A*. 393 (2005) 83-90.
- [16] H. Mirzadeh, J.M. Cabrera, A. Najafizadeh, P.R. Calvillo, EBSD study of a hot deformed austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*. 538 (2012) 236-245.
- [17] D. Jorge-Badiola, A. Iza-Mendia, I. Gutiérrez, Study by EBSD of the development of the substructure in a hot deformed 304 stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*. 394 (2005) 445-454.

- [18] M. El Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J.M. Cabrera, J.M. Prado, Effect of initial grain size on dynamic recrystallization in high purity austenitic stainless steels, *Acta Materialia*. 53 (2005) 4605-4612.
- [19] A. Dehghan-Manshadi, M.R. Barnett, P.D. Hodgson, Recrystallization in AISI 304 austenitic stainless steel during and after hot deformation, *Materials Science and Engineering: A*. 485 (2008) 664-672.
- [20] C. Herrera, D. Ponge, D. Raabe, Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability, *Acta Materialia*. 59 (2011) 4653-4664.
- [21] T. Sakai, J.J. Jonas, Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations, *Acta Metallurgica*. 32 (1984) 189.
- [22] I. Weiss, T. Sakai, J.J. Jonas, Effect of test method on transition from multiple to single peak dynamic recrystallization, *Metal Science*. 18 (1984) 77-84.
- [23] Tesis Ochoa Sáez de Lafuente, Jaime, Estudio de la influencia de la composición química en la conformabilidad en caliente en aceros de fácil mecanizado, Universidad de Navarra. San Sebastian (2002).
- [24] A.I. Fernández, P. Uranga, B. López, J.M. Rodríguez-Ibabe, Dynamic recrystallization behavior covering a wide austenite grain size range in Nb and Nb-Ti microalloyed steels, *Materials Science and Engineering: A*. 361 (2003) 367-376.
- [25] P. Uranga, A.I. Fernández, B. López, J.M. Rodríguez-Ibabe, Transition between static and metadynamic recrystallization kinetics in coarse Nb microalloyed austenite, *Materials Science and Engineering: A*. 345 (2003) 319-327.

[26] H.C. Chao, L.H. Van Vlack, Deformation of Oriented MnS inclusions in Low-Carbon Steels, Transactions of The Metallurgical Society of AIME. 233 (1965) 1277.

[27] T.M. Banks, T. Gladman, Sulphide shape control, Metals Technology. March (1979) 81-94.

[28] P. Rocabois, J.N. Pontoire, J. Lehmann, H. Gaye, Crystallization kinetics of Al₂O₃-CaO-SiO₂ based oxide inclusions, Journal of Non-Crystalline Solids. 282 (2001) 98-109.

[29] C. Zhao, S.M. Jung, Y. Kashiwaya, H. Gaye, H.G. Lee, Simulation test for crystallization of inclusions in semi-killed steels during Heat treatment prior to hot rolling, ISIJ Int. 48 (2008) 747-754.

[30] D.C.J. Farrugia, Prediction and avoidance of high temperature damage in long product hot rolling, J. Mater. Process. Technol. 177 (2006) 486-492.

7

INTERACCIÓN ENTRE EL PROCESO DE COLADA CONTINUA Y LA MICROESTRUCTURA

Tal y como se introdujo a lo largo de los primeros capítulos del presente trabajo, el proceso de colada continua con laminación directa en caliente se presenta como el método más eficaz desde el punto de vista de eficiencia energética. En este sentido, el control de los parámetros asociados al proceso de colada continua así como al proceso de solidificación que tiene lugar en él es esencial hoy en día para el desarrollo de nuevas tecnologías que permitan la producción de aceros de muy alta calidad superficial. A lo largo del Capítulo 4 se han estudiado la gran cantidad de defectos que pueden ser identificados a lo largo de la superficie as-cast del acero y que son inherentes del proceso de colada continua.

El control de los parámetros de la colada continua [1,2] implica directamente un control de la microestructura, además de la calidad superficial del propio acero. Comenzando por los procesos que se dan en el molde durante la colada, el movimiento de oscilación del mismo es necesario no sólo para facilitar el despegue de la palanquilla, sino para mejorar las condiciones de formación de una corteza sólida suficiente. Parámetros como pueden ser la frecuencia de oscilación del molde interactúan de manera directa en la presencia de defectos superficiales. Así por ejemplo se conoce como un aumento de la frecuencia de oscilación supone una reducción de las marcas de

oscilación formadas [3,4]. La longitud del molde debe calcularse de manera que a su salida, el espesor de la corteza solidificada sea suficiente para vencer la presión ferrostática del corazón líquido para evitar posibles perforaciones en ella [5]. Pero hay que tener en cuenta que en el molde, a efectos de transmisión de calor, deben considerarse dos zonas: una de contacto metal-molde en la que los intercambios térmicos son particularmente intensos y cuya longitud depende de la dimensión del producto y la velocidad de colada, y otra de despegue, en la que, a consecuencia de la contracción subsiguiente a la solidificación, la corteza se ha separado de la pared interna de la lingotera, existiendo un espacio hueco entre ambas, de modo que la transmisión calórica se ralentiza notablemente.

De acuerdo con las leyes de la solidificación, el espesor de la corteza sólida, e , en mm, es igual a:

$$e = k\sqrt{t} = k\sqrt{\frac{L}{V_c}} \quad \text{Ec. 7 - 1}$$

siendo k un coeficiente que depende de la conductividad térmica, peso y calor específico del metal sólido, calor latente de fusión y temperaturas y temperaturas de solidificación y de superficie del producto colado, t el tiempo de estancia del producto en el molde, en min., L la longitud de la misma en mm., y V_c la velocidad de la colada en $\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$. En el estudio de la estructura de solidificación del capítulo 4 se detectó para el acero CSM9 un espesor de 7.5cm en lo que se atribuye a la primera capa solidificada.

La velocidad de colada V_c empleada, inherente del proceso de colada continua tiene una implicación directa en las inclusiones y su naturaleza, así como en la estructura de solidificación del propio acero. Una velocidad de colada mayor supone que el material circule más rápido por el molde, disponiendo de menor tiempo para enfriarse. Una velocidad de enfriamiento más lenta implica variaciones en el tamaño de las inclusiones, conllevando un aumento de éste. Como se ha visto a

lo largo del Capítulo 5, el tamaño de las inclusiones interviene en la capacidad de deformación de las mismas.

La velocidad de enfriamiento también tendrá una influencia indirecta en la distribución de las inclusiones (ver sección 5.3.2.4 del Capítulo 5 donde se estudia las implicaciones existentes dependiendo de la distribución geométrica de los sulfuros de manganeso) puesto que éstas se forman en última instancia en el espaciado existente entre las dendritas de la estructura de solidificación. Así pues, resultados de otros autores [6], basándose en las mediciones realizadas por otros investigadores proponen una ecuación empírica que relaciona el espaciado dendrítico secundario con la velocidad de enfriamiento y el contenido en carbono:

$$\lambda_{SDAS} = (169.1 - 720.9 \cdot C_C) \cdot C_R^{-0.4935} \quad \text{Ec. 7 - 2}$$

para $0 < C_C \leq 0.15$

$$\lambda_{SDAS} = 143.9 \cdot C_R^{-0.3616} \cdot C_C^{(0.5501 - 1.996C_C)} \quad \text{Ec. 7 - 3}$$

para $0.15 < C_C$

donde λ_{SDAS} es el espaciado interdendrítico secundario (μm), C_R es la velocidad de enfriamiento ($^{\circ}\text{C/s}$) y C_C es el contenido en carbono (% peso de C). En este contexto, la Figura 7 - 1 muestra una comparativa realizada por diversos autores [6] entre los distintos espaciados dendríticos medidos en función de estos parámetros.

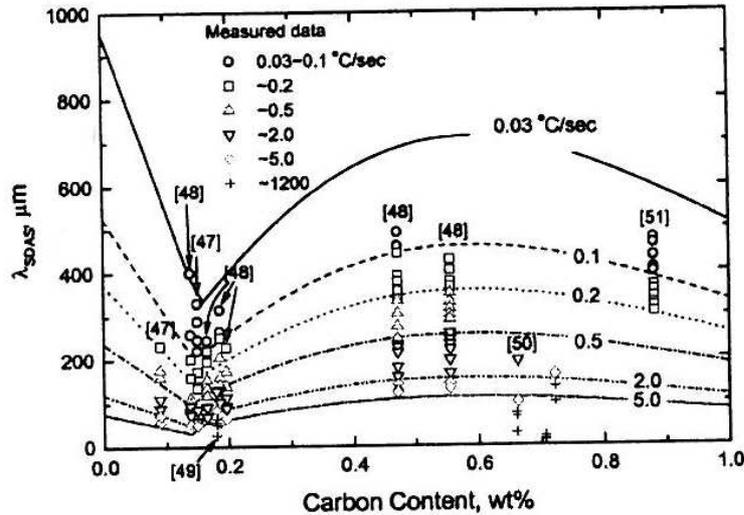


Figura 7 - 1. Comparación del espaciado interdendrítico secundario medido y predicho en función del contenido de carbono a varias velocidades de enfriamiento [6]

Por otro lado y recordando las tres zonas diferenciadas que suelen darse durante la solidificación de los productos de colada continua (zona *chill*, zona columnar y región equiáxica interna – ver apartado 4.2.1 para más información), las condiciones que se den durante la solidificación pueden hacer que no exista la zona *chill* formada por granos equiáxicos, por lo que la superficie puede estar formada directamente por granos columnares, que debido a su gran tamaño y a que solidifican de forma dendrítica promueven la formación de alineaciones de inclusiones. De forma esquemática la Figura 7 - 2 muestra la situación con zona *chill*, sin alineaciones en la zona superficial y la misma cuando no existe tal zona y las inclusiones están localizadas directamente en la superficie. La existencia de estas alineaciones de inclusiones en la zona superficial del acero promovería la propagación de grietas superficiales que han podido aparecer en las etapas de la producción del acero o incluso durante el proceso de laminación posterior.

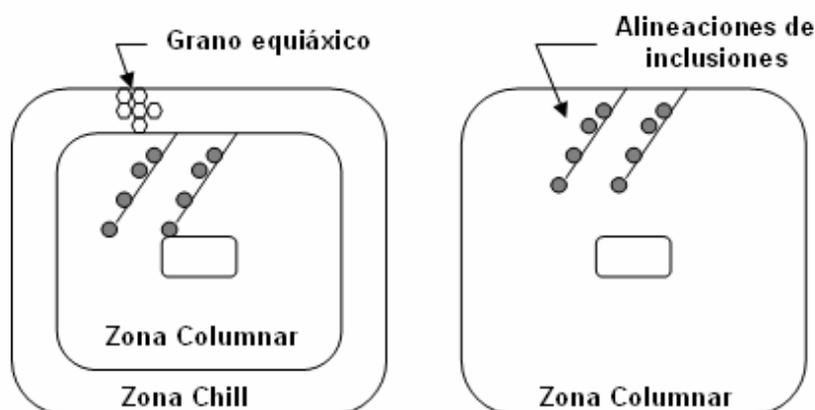


Figura 7 - 2. Esquema de la interacción de la estructura de solidificación y las alineaciones. La ausencia de la zona chill provoca que las alineaciones de inclusiones estén situadas en la superficie

En consecuencia, las condiciones de la colada continua, incluyendo también las dimensiones del producto colado, van a afectar al tamaño y distribución de las inclusiones. Estos aspectos, que no se van a poder detectar a través de una simple comparación de composiciones químicas (es decir, considerando constantes los contenidos de Mn y S), van a poseer una incidencia fundamental en los posibles riesgos de nucleación de defectos superficiales en las primeras pasadas de laminación.

La propia composición química del acero producido mediante colada continua también tiene implicaciones directas en el inicio de la aparición de las inclusiones de MnS y por tanto en su tamaño. Aumentos del contenido de C o de S en el acero suponen que las inclusiones se formen a una mayor temperatura, y cuanto mayor sea ésta, mayor velocidad de engrosamiento tendrán las inclusiones, por lo que serán de mayor tamaño. En este sentido, la composición química del material también está intrínsecamente relacionada con la composición química de las propias inclusiones. En este contexto se ha estudiado a lo largo del Capítulo 5 cómo algunos aleantes, tales como el Fe, Cr o Cu pueden encontrarse en solución sólida en el interior de

las inclusiones de MnS o coexistir con ellas de modo que pueden modificar sus propiedades mecánicas, de modo que su deformabilidad sea distinta durante los procesos de conformado en caliente.

En un contexto posterior a la colada continua, el tratamiento de recalentamiento realizado industrialmente en el horno, previamente al proceso de laminación, requiere de un control de determinados factores que pueden implicar un saneado de la superficie, pudiendo verse mejorados ciertos aspectos de ductilidad, lo que supondrá variaciones en algunos parámetros relacionados con la distribución de las inclusiones, como es la fracción de área local. Hay que recordar que un aumento de este factor conlleva una disminución de la ductilidad (medida la misma como una disminución de la deformación de rotura). Así parámetros [7] como la temperatura empleada, el tiempo en el que material está sometido al tratamiento, así como el tipo de atmósfera empleada en el mismo determinarán las características de la capa de óxido, tal y como se ha visto a lo largo del Capítulo 4. La utilización de temperaturas mayores en el horno de recalentamiento supondrá mayores capas de oxidación, lo que conlleva a la eliminación de grietas de mayor longitud (saneado de la superficie). Sin embargo, esto implicará la necesidad de una mayor eficiencia energética en el horno de recalentamiento, con un mayor consumo de energía del mismo. Por otro lado el empleo de vapor de agua en la atmósfera del horno de recalentamiento va a suponer cambios en la propia microestructura de la capa de oxidación dado que hay una tendencia a que el vapor de agua, aparte de acelerar el proceso de oxidación [8,9] (como se puede ver en la Figura 7 - 3 para los resultados obtenidos por otros investigadores), crea una capa generalmente más porosa y más adherida a la superficie del metal. En este sentido a lo largo del capítulo 4 se ha estudiado la microestructura que puede darse en presencia de este tipo de atmósfera húmeda [7,8,10,11].

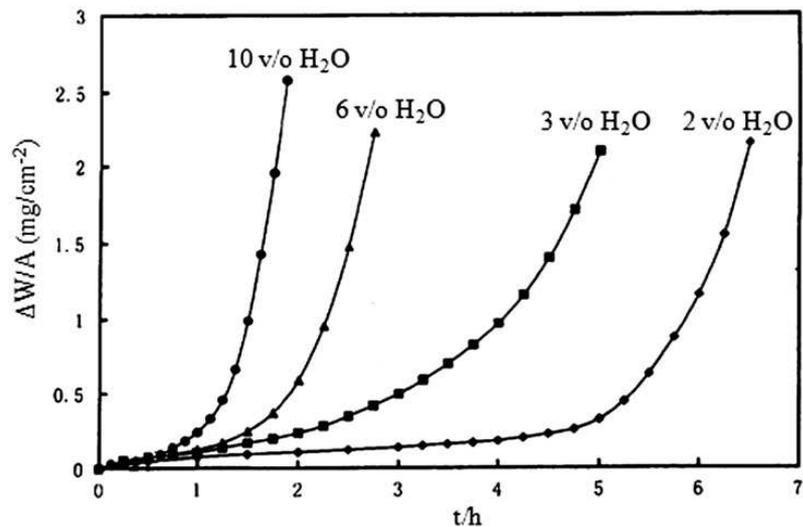


Figura 7 - 3. Cinética de oxidación para un acero Fe-15Cr en mezclas O₂/H₂O a 900°C [8]

A pesar de todo el saneado de la superficie que puede tener lugar debido a la oxidación en el horno de recalentamiento, bien por aumento de la temperatura o bien por la presencia de vapor de agua, hay que tener en cuenta que el tratamiento térmico que tiene lugar puede promover segregaciones de algunos elementos, como pueden ser el Cu y el Ni o provocar efectos perjudiciales en el acero, tales como el “quemado del acero”.

El control de microestructura obtenida en los procesos de colada continua y en el horno de recalentamiento posterior será fundamental en las etapas de conformado posterior, ya que como se ha visto a lo largo del capítulo 6, tanto los procesos de ablandamiento que sufre el material como la distribución de deformaciones en granos cristalográficamente diferentes, dependen de la microestructura de partida.

De todo esto se deduce que un criterio extendido en las plantas, consistente en incrementar la temperatura o el tiempo de estancia en el horno como medida para reducir los defectos (práctica habitual cuando se detectan problemas en el tren de laminación), no tiene por qué

producir efectos beneficiosos siempre. Dependerá de la situación real de la palanquilla a la salida de la colada continua (es decir, de las características de los defectos) y de cómo se encuentra la microestructura de la primera capa solidificada.

7.1 REFERENCIAS

[1] G. Alvarez de Toledo, J. Lainez, J.C. Ciri3n, Model optimization of continuous casting steel secondary cooling, *Materials Science and Engineering: A*. 173 (1993) 287-291.

[2] G. Alvarez de Toledo, A. Arteaga, J.J. Laraudogoitia, Continuous Casting of Microalloyed Steels. Influence of Composition and Operational Parameters in Billet Surface Cracking, *Materials Science Forum*. 500-501 (2005) 163-170.

[3] N.A. McPherson, R.E. Mercer, Continuous casting of slabs at BSC Ravenscraig Works, *Ironmaking and Steelmaking*. 4 (1980) 167-179.

[4] E. Takeuchi, J.K. Brimacombe, The Formation of Oscillation Marks in Continuous Casting of Steel Slabs, *Metallurgical Transactions B*. 15B (1984) 493-509.

[5] M. Aguilar Clavijo, Consideraciones sobre la colada continua del acero, *BOL. SOC. ESP. CERÁM. VIDR*. 13 (1974) 283-300.

[6] Y. Mok Won, Thomas B.G., Simple Model of Microsegregation during Solidification of Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 32A (2001) 1755-1767.

[7] R.C. Ormerod, H.A. Becker, E.W. Grandmaison, Pollard, Effect of Process Variables on scale formation in steel reheating, *The Canadian journal of chemical engineering*. 75 (1997) 402-413.

[8] J. Young, Chapter 10 Effects of Water Vapour on Oxidation, Corrosion Series, Elsevier Science, pp. 455-495.

[9] H.F. Marston, R. Ratcliffe, M.A. Steer, M. Bugdol, J.R. González, J.M. Llanos, J. Niska, B. Sjögren, M. Kuhlmann, F. Widmann, R. Klima, F. Widmann, G. Leprince, M. Picard, Tailoring scale characteristics during steel processing, Technical steel research. Hot and cold rolling processing. EUR 21427 (2003).

[10] S.R.J. Saunders, M. Monteiro, F. Rizzo, The oxidation behaviour of metals and alloys at high temperatures in atmospheres containing water vapour: A review, Progress in Materials Science. 53 (2008) 775-837.

[11] J.S. Sheasby, W.E. Boggs, E.T. Turkdogan, Scale growth on steels at 1200°C: rationale of rate and morphology, Metal Science. 18 (1984) 127-136.

8

CONCLUSIONES GENERALES

En los capítulos anteriores se han detallado las conclusiones más relevantes que correspondían al tema específico analizado en cada capítulo. A continuación, las conclusiones que se van a detallar poseen un carácter más general, incluyendo en la mayoría de los casos aspectos que abarcan resultados de diferente capítulos.

En el caso de los aceros resultados analizados en esta tesis:

- Es necesario controlar la microestructura superficial procedente de la colada continua que permita la obtención de aceros con una adecuada calidad superficial. La práctica habitual de lograr productos de colada sin defectos (grietas y poros) y con un buen aspecto superficial (es decir, controlando las marcas de oscilación y evitando roturas y soldaduras posteriores de la capa externa) no son suficientes para asegurar la integridad del componente durante la laminación en caliente.
- Las condiciones de la colada continua, incluyendo las dimensiones del producto colado y la velocidad de solidificación, afectan al tamaño y distribución de las inclusiones. Estos aspectos, no detectables con una comparación de composiciones químicas, incidirán en los posibles riesgos de nucleación de defectos superficiales en las primeras pasadas de laminación.

8. CONCLUSIONES GENERALES

- Las condiciones de la colada continua actúan sobre el tamaño, distribución (más o menos homogénea o siguiendo los espaciados interdendríticos) y naturaleza (sólo MnS o con otros elementos tales como el Fe, Cu, etc) de las inclusiones en los aceros resulfurados. Se ha observado que, desde el punto de vista de evitar problemas de ductilidad de caliente, el control sobre los mismos resulta fundamental.
- La ausencia de la *zona chill* en la estructura de solidificación debido a las ciertas condiciones de la colada, puede dejar al descubierto zonas de alineaciones de inclusiones directamente en la superficie, favoreciendo la posible propagación de grietas superficiales.
- Es necesario controlar los parámetros en el horno de recalentamiento, tales como la temperatura y la atmósfera empleada ya que pueden suponer un saneado de la superficie. Sin embargo también pueden promover segregaciones de algunos elementos tales como el Ni y el Cu.
- El aumento de temperatura en el horno de recalentamiento no tiene por qué producir siempre efectos beneficiosos, dependerá de la situación real de la palanquilla a la salida de la colada continua y de cómo se encuentra la microestructura de la primera capa solidificada. La exposición a la superficie de zonas dendríticas (tras la pérdida de la piel por excesiva oxidación) puede resultar perjudicial por dejar expuestas a condiciones con posibles triaxialidades (mayores normalmente en la superficie) regiones con alineamientos de inclusiones.
- Se ha establecido una interrelación entre los parámetros cristalográficos asociados a las inclusiones de sulfuro de manganeso y aquellos relacionados con los parámetros de deformación. En este sentido, los resultados han determinado que el porcentaje de inclusiones policristalinas aumentan en proporción cuando lo hace el nivel de deformación. Ésta se distribuye heterogéneamente en el interior de las inclusiones

- Se ha confirmado mediante estudios de EBSD que las inclusiones de sulfuro de manganeso actúan como puntos de acumulación de deformación, siendo preferentes las aglomeraciones de inclusiones. Ello confirma la relevancia de intentar controlar la distribución de inclusiones en la zona cortical para poder minimizar la formación de daño superficial.

Si bien en trabajos previos se constató que la activación de la recristalización (dinámica) no es un procedimiento adecuado para lograr aislar posibles daños (cavidades) nucleados en inclusiones (fundamentalmente por las dificultades para evitar que una elevada población de inclusiones se sitúe fuera de los bordes de los granos), el estudio realizado con el acero inox ha puesto de manifiesto una dependencia entre el grado de ablandamiento de la matriz (recristalización) y la deformabilidad de las inclusiones.

LÍNEAS DE TRABAJO FUTURO

- Evolución y generación de grietas en caliente y modo en el que estas actúan con la microestructura
- Evolución de grietas generadas en caliente (colada continua) durante los procesos de oxidación (horno de recalentamiento) bajo condiciones de niveles bajos de tensiones y deformaciones (tensiones térmicas en el horno)
- Caracterización microestructural de inclusiones secundarias. Interacción entre dos poblaciones (pequeñas y grandes) de inclusiones en los procesos de evolución de daño.
- Evolución de la intercara inclusión-matriz durante los procesos de deformación en caliente y su influencia en la aparición de cavidades. Variación de la naturaleza de dicha intercara entre situaciones “as-cast” y después de una o varias pasadas de laminación.
- Estudio de posibles interacciones entre inclusiones interdendríticas en la zona periférica del producto as-cast con microsegregaciones de elementos residuales en la propagación de defectos.

PUBLICACIONES

- Gonzalez-Cia, N., Revilla-Gómez M.C.,Rodríguez-Ibabe J.M. “*Parámetros de ductilidad,daño y cristalografía durante el conformado en caliente de aceros resulfurados*” XII Congreso Nacional de Materiales, pag. 8, Alicante, Mayo, 2012.
- Gonzalez-Cia, N., Revilla-Gómez M.C.,Rodríguez-Ibabe J.M. “*Influencia cristalográfica en la generación de daño durante el conformado en caliente de aceros resulfurados*”, Congreso Tecnun, Universidad de Navarra, San Sebastián, Mayo, 2012.

Pendiente de publicación:

- Rodríguez-Ibabe J.M, Revilla-Gómez M.C, Gonzalez-Cia, N, Farrugia, D.C.J., Llanos M., Santiesteban V., Bianchi J.H., Macci F., Matera S., Bouchard P.O., Bernacki M., Roux E. “*The prediction and avoidance of cracking in long product hot rolling II*” Final Report, Research Find for Coal an Steel, European Comission, Bruselas.

PARAMETROS DE DUCTILIDAD, DAÑO Y CRISTALOGRAFIA DURANTE EL CONFORMADO EN CALIENTE DE ACEROS RESULTURADOS

N. González Gá, C. Revilla Gómez, J. M. Rodríguez Ibabe

CEIT y Tecnun (Universidad de Navarra), Manuel Lardizabal 15, 20018, San Sebastián, Gipuzkoa
ngonzalez@ceit.es

Resumen: La mejora de la maquinabilidad en los aceros se consigue mediante la adición de elementos de aleación tales como el azufre que forman inclusiones (MnS) y favorecen el arranque de viruta. Sin embargo, estos aceros resulturados se caracterizan por una baja ductilidad en caliente. Ello es debido al diferente grado de deformación que experimentan las inclusiones con relación a la matriz. Estas diferencias se ven afectadas también por la presencia o no de otros elementos de aleación, tales como el Pb, Bi, Te. De este modo, las inclusiones de los aceros que contienen estos elementos, tienen un alargamiento inferior durante la deformación en caliente. De los resultados del trabajo se deduce que la composición química interna de las propias inclusiones no parece ser único motivo por el que éstas tengan un alargamiento distinto. Se ha observado que la cristalografía de las mismas, con la generación de uniones policristalinas que aumenta a medida que lo hace el nivel de deformación es también otro aspecto relevante.

Palabras clave: Aceros resulturados, deformación de inclusiones de MnS, EBSD

1. INTRODUCCION

Hoy en día la forma más efectiva de mejorar la maquinabilidad de los aceros es mediante la adición de ciertos elementos de aleación que favorezcan las operaciones de corte. En relación a ello, el azufre es uno de los elementos más utilizados para conseguir esta mejora. Este efecto beneficioso se obtiene a través de la formación de inclusiones de sulfuro de manganeso (MnS). Se forman así los aceros denominados "aceros resulturados" cuyo contenido en azufre varía entre 0.15 y 0.25% en peso, aunque éste puede llegar a alcanzar niveles próximos al 0.40%. Sin embargo, esta mejora reduce otras propiedades siendo uno de los mayores problemas la baja ductilidad en caliente [1] de estos aceros, atribuible a la formación de sulfuros ricos en hierro o manganeso y a la alta fracción en volumen de las inclusiones.

Uno de los aspectos más relevantes es la diferencia de comportamiento mecánico entre la matriz y la inclusión, ya que la resistencia relativa entre ambas determina la posibilidad de aparición de cavidades [2] en la intercara, debido a la descohesión de la misma entre la matriz y la inclusión. Estas pueden actuar como puntos de nucleación de defectos superficiales durante el calentamiento y laminación industrial, constituyendo un problema todavía sin resolver.

En este ámbito, existen múltiples aspectos que influyen en la deformación de las inclusiones de MnS, como pueden ser la plasticidad de las mismas, la influencia de la resistencia de la matriz, el modo de deformación, la dureza de las inclusiones, así como su distribución espacial en la matriz, composición química o cristalografía de las mismas. Como se verá en el

apartado de resultados y discusión, el presente trabajo se centra en estos dos últimos aspectos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se han estudiado varios aceros resulturados y un acero inoxidable austenítico resulturado, cuyas composiciones químicas se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química de los aceros (%peso)

	C	Mn	S	Pb
AISI 303	0.07	1.60	0.28	0.00
S1	0.07	0.97	0.29	-
S2	0.09	1.10	0.42	-
SPb 1	0.07	1.09	0.29	0.31
SPb 2	0.08	1.42	0.30	0.23
SPbBiTe*	0.06	1.30	0.36	0.25
*%Bi 0.068, %Te 0.015				

2.1. Ductilidad en caliente

Se han realizado ensayos mecánicos de torsión que permiten simular las etapas de desbaste durante las primeras pasadas de laminación a alta temperatura. Estos ensayos han permitido una evaluación de la ductilidad en caliente del material.

Las probetas se han extraído de material directo de colada y se han mecanizado en la dirección paralela a esta última. Las probetas tienen unas dimensiones de 17mm de longitud y 7.5mm de diámetro y se han ensayado a las temperaturas de 1100, 1150 y 1200 °C y a una velocidad de deformación de 1 s⁻¹. Con el objeto de lograr una temperatura homogénea, previa a la

aplicación de la deformación, la temperatura de ensayo se mantuvo durante 20 minutos en atmósfera de Ar.

Los datos de salida por torsor-ángulo girado son transformados en tensión-deformación por el método de Fields Backofen y el criterio de Von Mises [3]. La ductilidad en caliente se ha evaluado utilizando la deformación a rotura, ϵ_r y la evolución del daño se ha analizado a través de ensayos interrumpidos a diferentes niveles de deformación.

2.2. Nomenclatura de la deformación de inclusiones

Cuando las inclusiones se ven sometidas a una determinada deformación, como puede ser la deformación a contadura debido a la torsión, éstas pasan de tener una forma globular antes de la deformación a tener una forma alargada tras la misma. La caracterización de estas inclusiones deformadas se realiza entre otros [4] [5], a través de los parámetros que se observan en la Figura 1, donde b y a son la longitud y anchura de la inclusión deformada. La relación entre ambos parámetros, b/a , se conoce como relación de aspecto de la inclusión (AR). El análisis del AR se ha realizado con la obtención de un valor medio de entre 1500 y 2000 inclusiones en cada condición analizada y se ha normalizado con el valor AR de partida, es decir, a deformación nula (AR Normalizado)



Figura 1. Esquema y nomenclatura de deformación de inclusiones en los ensayos de torsión

2.3 Caracterización microestructural

El análisis metalográfico de los materiales y sus inclusiones se ha realizado utilizando imágenes de SEM y analizando las mismas con el software de análisis de imagen Leica QWin. Con ello ha sido posible la medida de los diferentes parámetros asociados a los MnS, como son a , b y AR tras la deformación. El análisis de la composición química de las inclusiones se ha realizado con la técnica EDS. El análisis microestructural se ha realizado en una sección próxima a la sub-superficie de la probeta de torsión.

Se ha empleado la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) [6] para realizar los análisis cristalográficos tanto de la matriz como de las inclusiones. Los bamidos de EBSD realizados se han analizado a través del software OIM, empleando la técnica de las figuras de polos inversas (IPF), que permiten visualizar las orientaciones cristalográficas del material. Con la utilización de esta técnica se han detectado también posibles cambios en el patrón de difracción en el interior de las inclusiones de MnS. La juntas de alto ángulo, se refieren a aquellas con un ángulo mayor a 15°.

La preparación de las muestras se ha efectuado mediante la ruta clásica de lijado y pulido y en el caso de las muestras para EBSD se ha añadido un pulido con sílice coloidal.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Ensayos mecánicos y deformación de inclusiones

En la Figura 2 se muestran las curvas tensión-deformación de los materiales brutos de colada obtenidas de los ensayos de torsión realizados. Se observa como la resistencia del material AISI 303 es superior al resto. Estas diferencias de resistencia se presentan como un hecho que puede influenciar la posible aparición de cavidades. De unas condiciones a otras se observan notables diferencias en el valor de la deformación a rotura ϵ_r .

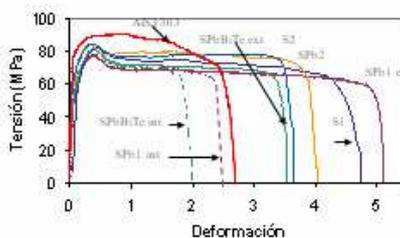


Figura 2. Curvas Tensión-Deformación de los ensayos de torsión a rotura.

En la Figura 3 se comparan los niveles de daño alrededor de las inclusiones en los aceros S1 y AISI 303 para el nivel de deformación de rotura, ϵ_r . Se observa cómo en el caso del acero AISI 303 la cantidad de cavidades (zonas más oscuras en la micrografía), es sustancialmente menor que en el caso del acero S1. Ello sugiere que una resistencia mayor de la matriz puede afectar, entre otros factores, a una menor presencia de cavidades.

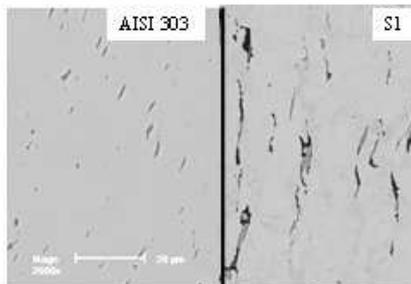


Figura 3. Micrografías de inclusiones de MnS de los aceros S1 y AISI 303, a la deformación de rotura ϵ_r .

En la Figura 4 se muestra la evolución de la deformación de las inclusiones de MnS en función de la deformación macroscópica aplicada. Para ello se ha utilizado la relación AR normalizada. En la figura se pueden distinguir dos grupos de inclusiones según su deformabilidad. Por un lado, se tienen aquellas inclusiones que provienen de aceros que contienen elementos de aleación, como son el Pb, Bi, Te. Estos elementos disminuyen la fricción en la interfaz entre la inclusión y la matriz ya que actúan como lubricantes, reduciendo por consiguiente la deformabilidad de las inclusiones [7]. Por esta razón, la AR de este grupo se encuentra en la parte inferior de la Figura 4. Por otro lado, se encuentran las inclusiones que provienen de los aceros que sólo han sido aleados con S. Estas inclusiones de MnS poseen una plasticidad relativa mayor que las anteriores por lo que su alargamiento es superior a las mismas. En todos los casos se puede ver como a medida que aumenta la deformación aplicada, la deformación de las inclusiones es mayor.

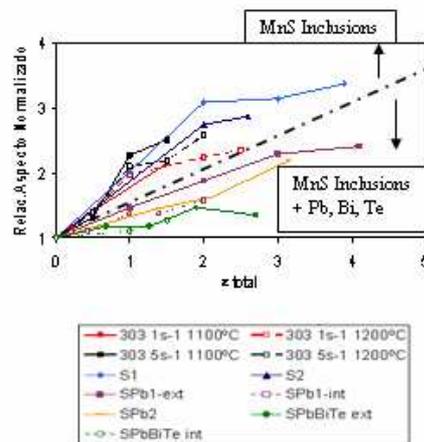


Figura 4 Comparación del parámetro relación de aspecto entre materiales frente a la deformación

Estas diferencias de deformación de las inclusiones de MnS se abordarán en los siguientes apartados desde un punto de vista de análisis químico y cristalográfico.

3.2. Análisis de composición química de inclusiones

La diferencia de alargamiento entre inclusiones no sólo se ha observado al realizar la comparación entre los distintos aceros, sino también se ha detectado al estudiar un material determinado a un cierto nivel de deformación. En la Figura 5 se muestra una micrografía del acero SPb1 a una deformación de 2, donde se observan 2 inclusiones, MnS 1 y MnS 2, que tienen una deformación diferente con AR de 738 y 135 respectivamente. La inclusión MnS1 muestra un alargamiento superior a la MnS2.

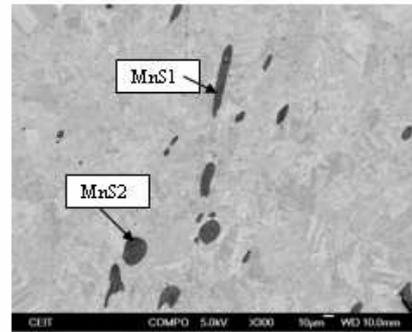


Figura 5. Micrografía de inclusiones de MnS deformadas a la deformación de $\epsilon=2$ (acero SPb1).

En la Tabla 2. se muestra la composición química de estas inclusiones [8] cuyo análisis se ha realizado a 2 potenciales distintos para evitar una posible interacción con la matriz. Como se ve en esta tabla, no se observan diferencias significativas en cuanto a composición química a pesar del diferente alargamiento de las mismas. Se concluye con ello, que a nivel de un mismo material a una determinada deformación, la composición química de las inclusiones no es el motivo principal por el que unas estén significativamente más alargadas que otras.

Tabla 2. Composición química de las M (%peso)

		C	S	Mn	Fe
5KV	MnS 1		33.39	66.61	
	MnS 2		33.11	66.89	
15KV	MnS 1	2.47	36.71	57.21	3.61
	MnS 2	2.71	36.02	58.21	3.06

3.3. Análisis cristalográfico de inclusiones

Hoy en día hay escasos estudios que traten desde un punto de vista de orientación cristalográfica entre la matriz y las inclusiones, el modo en que ésta controla la deformación en caliente de las inclusiones. En este sentido, la estructura cristalina interna de las inclusiones es un aspecto que puede resultar determinante a la hora de analizar la deformación de las inclusiones de MnS.

En la Figura 6 se representan las IPFs de los barridos de EBSD correspondientes al material AISI 303 sin deformar (Fig.6a) y con una deformación $\epsilon=0.5$ (Fig. 6b), respectivamente. Se puede observar cómo el material ha pasado de tener unas inclusiones con apariencia monocristalina (Fig.6a), a tenerlas con una apariencia policristalina (Fig.6b). Esta apariencia policristalina viene dada por la aparición de juntas, tanto de bajo como de alto ángulo, que aumentan en proporción a medida que lo hace el nivel de deformación aplicada. Se podría pensar en una acomodación interna de las inclusiones al nivel de

deformación establecido, con la existencia de esa generación de uniones policristalinas dentro de la inclusión.

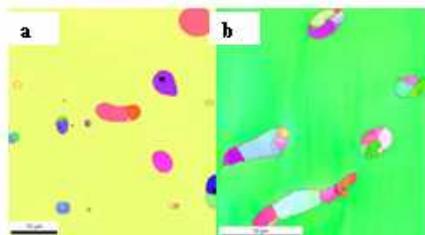


Figura 6. IPF del acero AISI 303 para a) $\epsilon=0$ (material de partida) y b) $\epsilon=0.5$.

Un estudio más en profundidad de este aspecto, para los distintos materiales, a diferentes niveles de deformación, se refleja en la Figura 7. En esta figura se muestra el porcentaje de inclusiones con apariencia policristalina (% MnS con juntas de alto ángulo) en función de la deformación macroscópica. De este modo, a través del análisis del patrón de difracción, se observa cómo existe una tendencia clara a que la fracción de inclusiones con apariencia policristalina crezca con la deformación aplicada, tal y como se había detectado en los barridos de EBSD realizados. Esta generación de uniones policristalinas junto con la relación de orientación cristalográfica, se presenta como un hecho clave a la hora de abordar las diferencias de deformación entre inclusiones. Además, por los análisis realizados, se ha detectado cómo estas inclusiones con apariencia policristalina presentan en general una tendencia hacia un mayor alargamiento.

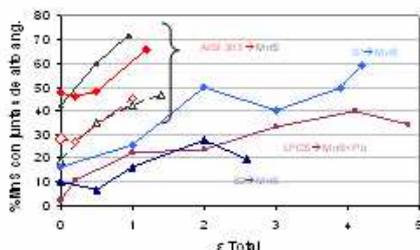


Figura 7. Porcentaje de inclusiones con juntas de alto ángulo en función de la deformación aplicada

En cuanto a la presencia de la matriz, la Figura 8 muestra su cristalografía para el acero AISI 303 a la deformación ϵ_c . Se puede observar cómo a este nivel de deformación la matriz ha alcanzado la recrystalización dinámica, con la presencia de granos nuevos con orientaciones cristalográficas determinadas. Por tanto, a este nivel de deformación, la orientación cristalográfica inicial de los granos de la matriz dejaría de influir en el comportamiento de las inclusiones durante la deformación en caliente.

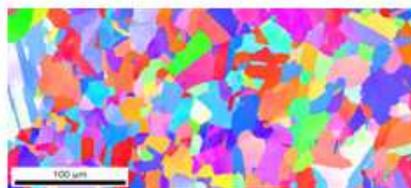


Figura 8. IPF del acero AISI 303 a la deformación ϵ_c .

De ello se puede concluir que la cristalografía de las propias inclusiones, pero no tanto la cristalografía de la matriz a niveles de deformación a rotura, se presenta como el factor que da respuesta al hecho de que a un nivel de deformación determinado, las inclusiones puedan tener un alargamiento distinto.

4. CONCLUSIONES

- La resistencia de la matriz puede influir en la aparición de cavidades por decohesión en la interacción entre matriz e inclusión.
- El parámetro de AR es adecuado para evaluar la deformación de las inclusiones en los distintos materiales. AR aumenta en todos los casos con el crecimiento de la deformación.
- Las inclusiones que provienen de materiales que contienen elementos de aleación, como son el Pb, Bi, Te, tienen un alargamiento inferior a las que no las tienen.
- La composición química interna de las inclusiones, para un mismo material y a una determinada deformación, no explica por sí sola la diferencia de alargamiento de las inclusiones.
- Existe una generación de uniones policristalinas dentro de las inclusiones, que aumenta en proporción, a medida que crece el nivel de deformación.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer a la Fundación para la Investigación del Carbón y Acero (Research Fund for Coal and Steel, RFCS-CT 2009-00007) la subvención otorgada para el proyecto.

6. REFERENCIAS

- [1] D.Smith, A.Nicholson y J.D.Murray, JISI, 1972, 210 (6), pp.412-421.
- [2] H.Tinet, H.Klöcker y J.Le Coze, Acta Mat, 2004, pp.3825-3842.
- [3] D.S.Fields, W.A.Backofen, Proc. Amer. Soc. Test. Met, 1957, 57, 1259-1272.
- [4] T.J. Baker y J.A. Chades, JISI, 1972, 210 (9), pp. 680-690.
- [5] S. Ramlingam, K.Basu and S. Malkin, Mat. Scienc. Eng, 1977, 29, 117-121.
- [6] F.J. Humphreys, Scrip Mat, 2004, 51, pp.771-776.
- [7] B.I.Klevbring, Scan Journ.Metall, 1974, 3, 102-104
- [8] R.Kessling y N.Lange. "Non-metallic inclusions in steel, part II", The Iron and Steel Inst. 1966, pp.128.

