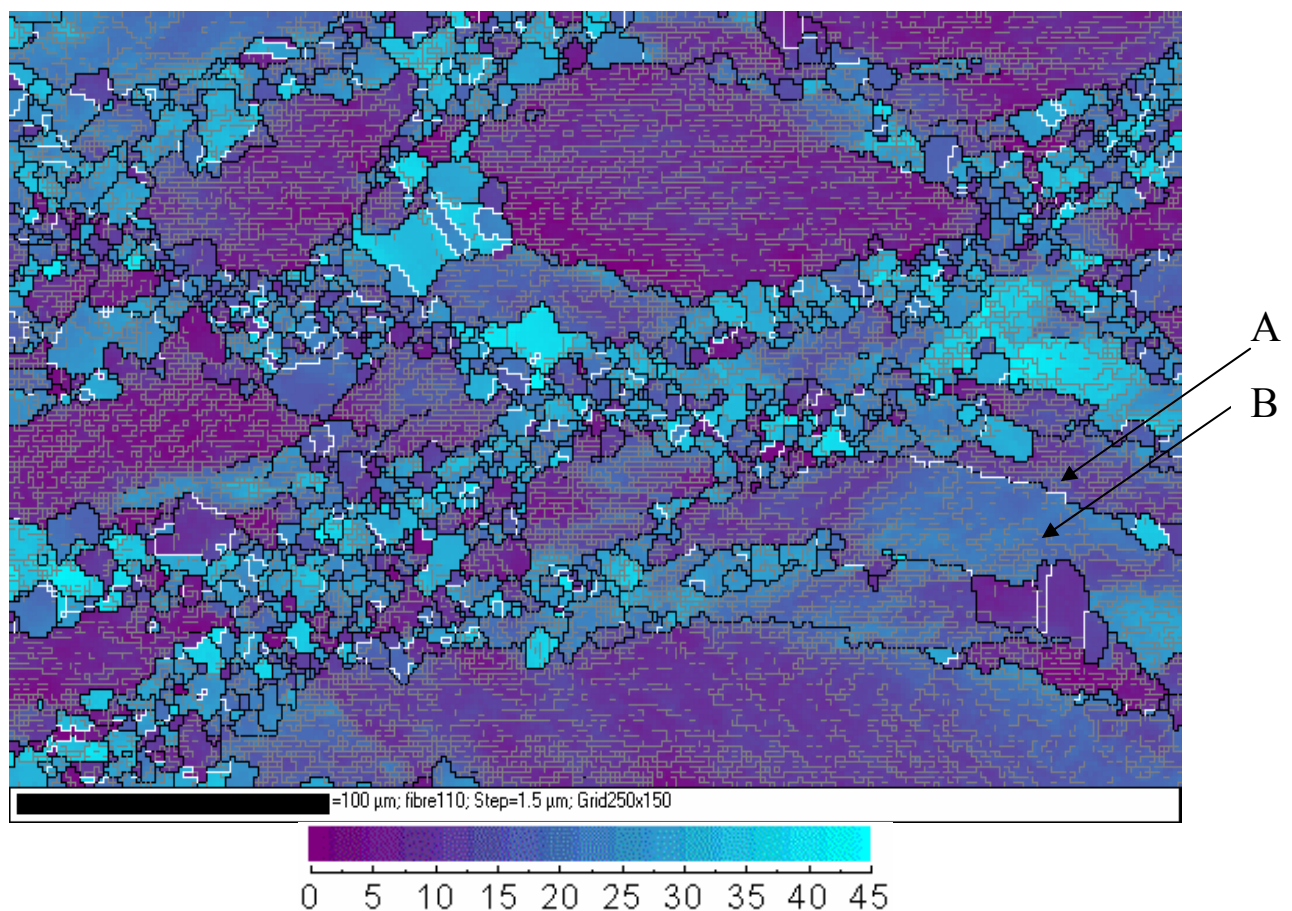


## 6.4 Los mecanismos de nucleación

### 6.4.1 La influencia de la temperatura

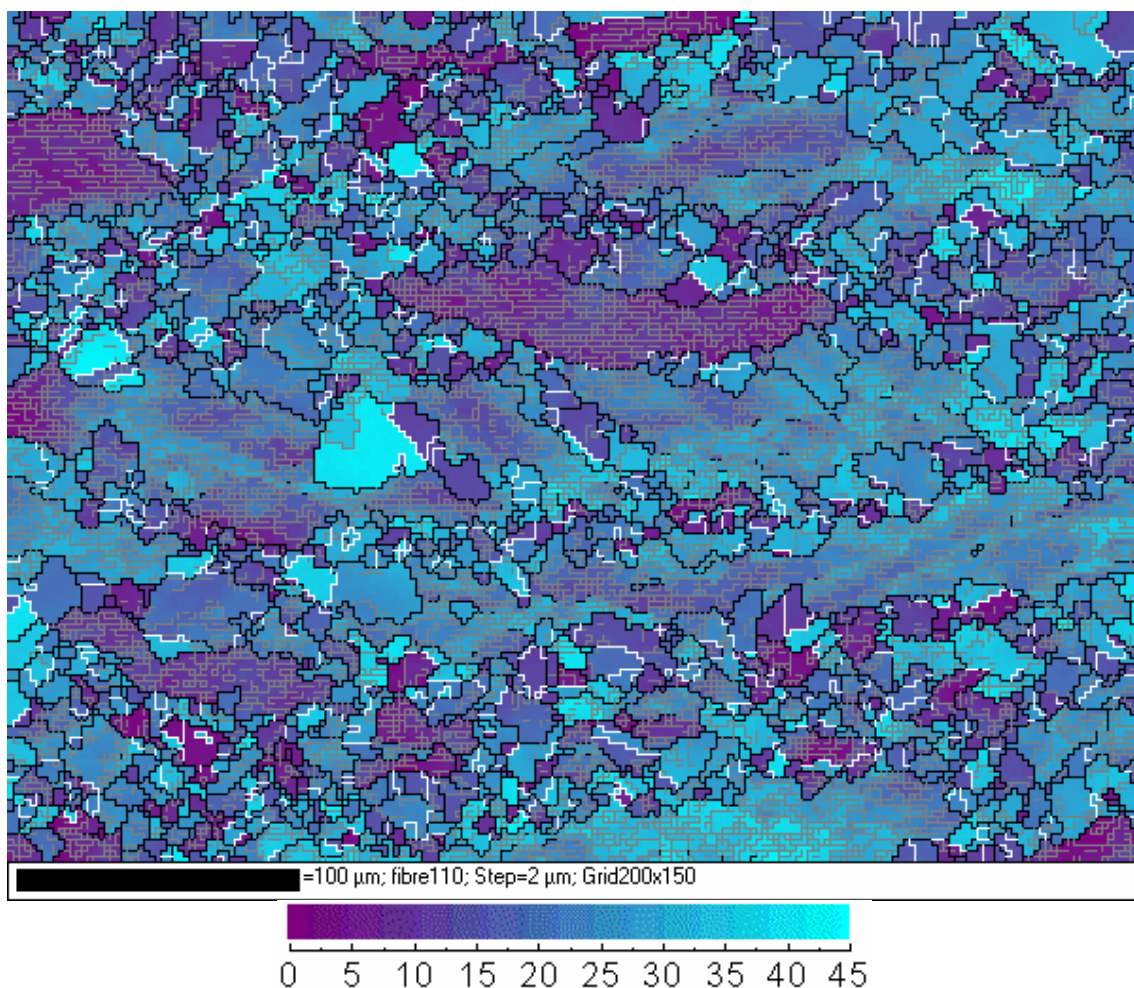
Como se ha comentado en el primer párrafo de este capítulo, el material puro ofrece la posibilidad de conseguir un tamaño de grano de partida muy grande de tal forma que al someterlo a un proceso de conformación se obtiene microestructuras donde el mecanismo de nucleación se detecta en etapas muy tempranas. Una probeta del acero *HP* de un tamaño de grano de partida igual a  $92\ \mu\text{m}$ , fue deformada en compresión uniaxial a una temperatura de  $850^\circ\text{C}$  con una velocidad de deformación constante de  $0.001\ \text{s}^{-1}$  hasta una deformación verdadera de 1. La figura (6.60) muestra la formación de nuevos granos en los bordes de los granos iniciales en forma de collar. Los granos iniciales se caracterizan por una red cristalina fuertemente distorsionada y al mismo tiempo están alargados en dirección perpendicular a la dirección de compresión y se orientan hacia la dirección de fibra  $\langle 110 \rangle$  (textura de deformación). La distribución de las paredes de dislocaciones o los subgranos es bastante uniforme dentro del grano deformado y la presencia de heterogeneidad local en las proximidades de los bordes de granos iniciales es la responsable de la nucleación de nuevos granos mediante el mecanismo de migración del límite de grano inducido por deformación lo cual se verá con más detalle más adelante. En la microestructura presentada en la figura (6.60) se ven muy pocas maclas que aparecen sobretodo en los nuevos granos formados.



**Figura 6.60:** Microestructura de una probeta del acero *HP* deformada a  $850^\circ\text{C}$  con una velocidad de deformación  $0,001\ \text{s}^{-1}$  a una deformación verdadera 1.

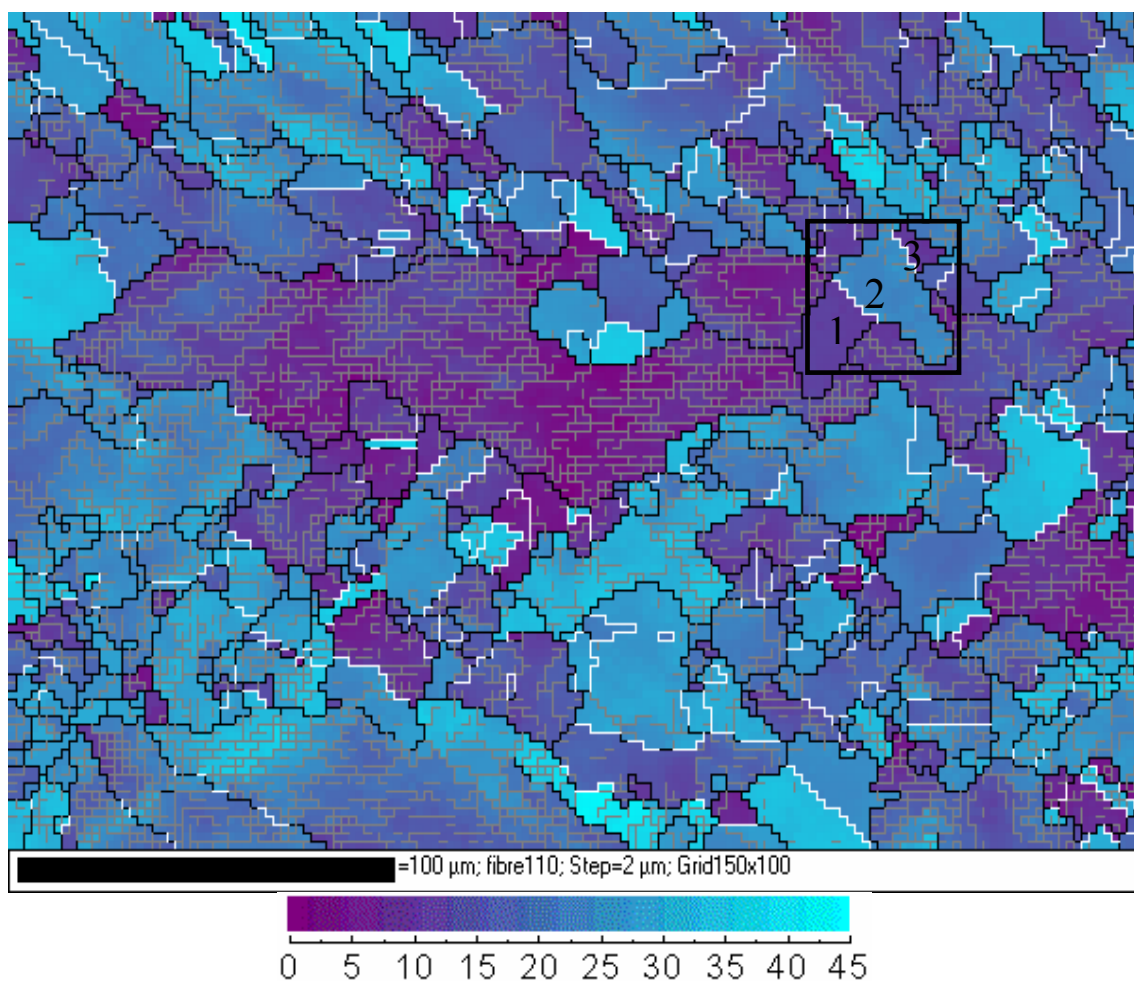
En la parte superior de la imagen del EBSD de la figura (6.60), se indican dos granos A y B separados por una macla que en partes, y a escala local, cambia a borde de grano convencional (segmentos negros dentro de la raya blanca) debido a la diferencia en la velocidad de endurecimiento entre dichos granos. El grano B está más endurecido y más cercano al de orientación ideal  $\langle 110 \rangle$  mientras el grano A está poco endurecido y su estado después de la deformación es cercano al de partida. Como consecuencia, parte del borde de macla pierde su coherencia localmente debido al deslizamiento de los planos atómicos y cambia de forma progresiva su naturaleza hacia un borde de grano ordinario. Por este motivo aparecen muy pocas maclas en los materiales deformados a bajas temperaturas. Dentro del grano, en la figura (6.60), se puede ver zonas con diferencia relativa de desorientación que es difícil de encontrar para tamaños de grano pequeño.

A temperaturas más altas  $950^\circ\text{C}$  (con la misma velocidad de deformación  $0.001\text{ s}^{-1}$ ), el mecanismo de nucleación por collar es más notable que en baja temperatura, figura (6.61). Los nuevos granos formados crecen más rápido que a  $850^\circ\text{C}$ , por lo que la fracción recristalizada es más alta. Sin embargo dichos nuevos granos crecen en diferentes orientaciones y una vez su orientación corresponde a la orientación de bordes de macla (línea blanca) dejan de crecer. Cuando existe una alta densidad de sitios disponibles para la nucleación el nuevo grano para rápidamente y el resultado final en el estado estable es un grano fino.



**Figura 6.61:** Microestructura de una probeta del acero HP deformado a  $950^\circ\text{C}$  con una velocidad de deformación  $0,001\text{ s}^{-1}$  a una deformación verdadera 1.

A 1050°C, figura (6.62), no se ve tan claramente la estructura de collar, debido al crecimiento rápido de los primeros granos formados. Sin embargo, la microestructura final es una mezcla de granos iniciales deformados alargados en la dirección perpendicular a la dirección de compresión y nuevos granos con menos distorsión de su red cristalina donde parecen maclas. Los cartografías realizadas mediante el EBSD muestra que algunos nuevos granos tienen la orientación ideal  $\langle 110 \rangle$  pero no todos. Los nuevos granos son susceptibles de aparecer con orientaciones muy diferentes porque aparecen simultáneamente a lo largo de bordes de granos iniciales. Estos últimos tienen orientaciones diferentes, y como hemos visto se endurecen de una forma no uniforme. Como consecuencia, solamente un pequeño número de estos granos tendrá la orientación ideal (orientación de fibra  $\langle 110 \rangle$ ) a la hora de su nucleación. Si consideramos que la orientación de los nuevos granos está cerca de la orientación de los granos iniciales de donde proceden, se queda lejos de la orientación ideal, teniendo en cuenta que el crecimiento de los nuevos granos está acompañado de maclaje.



**Figura 6.62:** Microestructura de una probeta del acero HP deformado a 1050°C con una velocidad de deformación  $0,001 \text{ s}^{-1}$  a una deformación verdadera 1.

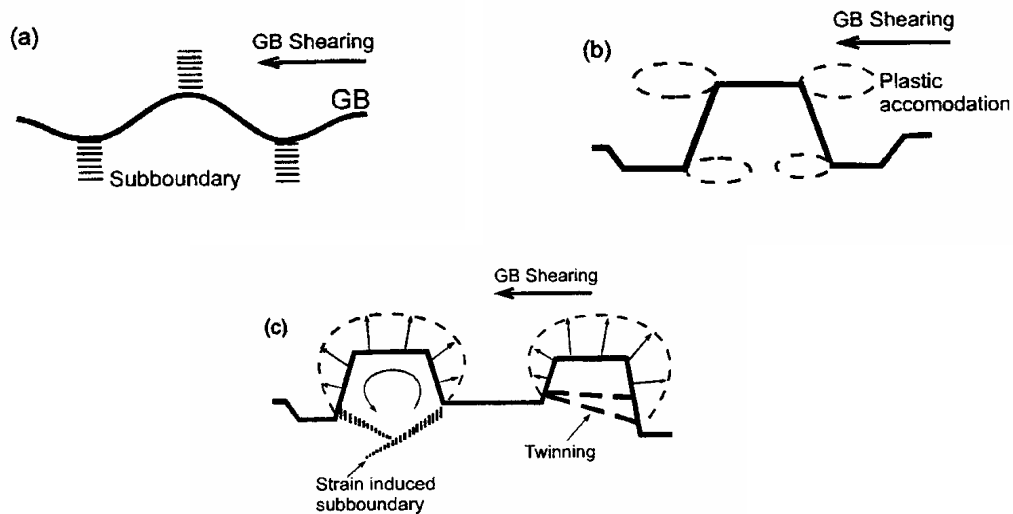
A modo de conclusión, la textura recrystalizada es aleatoria, que es el caso de la recrystalización dinámica discontinua, (Ponge y Gottstein [1998], Bocher y Jonas [1999]). Como los nuevos granos formados se afectan de la deformación aplicada, una parte de la textura de deformación está detectada en el material durante todo el proceso de

deformación en el cual la recristalización dinámica forma parte. Pero el crecimiento de los nuevos granos atenúa considerablemente la intensidad de la textura de deformación.

#### 6.4.2 Las subestructuras y la serración de los bordes de granos

La heterogeneidad de deformación en la vecindad de los bordes de granos genera fuerzas motrices locales que conducen a la aparición de serraciones de fuerte amplitud. Este mecanismo es conocido bajo el nombre de migración del límite de grano inducido por deformación. Dicho mecanismo es el responsable de la nucleación de nuevos granos.

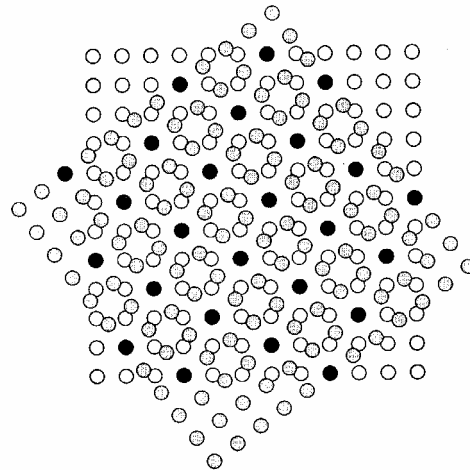
El crecimiento de un nuevo grano conduce a la formación al menos de un borde de macla dando lugar a la formación de una nueva parte del grano con una orientación diferente. No obstante no queda claro como los bordes de maclas intervienen en el proceso de nucleación en su mismo. Sakai [2000] propone una interpretación del mecanismo de serración (ver figura (6.63)), que en parte, está de acuerdo con nuestras observaciones experimentales.



**Figura 6.63:** Representación esquemática del mecanismo de nucleación durante la recristalización dinámica (a) serración del borde de grano (b) deslizamiento parcial al nivel de bordes de grano que conduce a una heterogeneidad local (c) abombamiento que ocurre simultáneamente con la aparición de subordes o maclas dando lugar a un nuevo grano [Sakai, 2000].

### 6.4.3 Los bordes de maclas

La presencia de bordes de maclas es un elemento característico de los materiales de baja energía de falla de apilamiento. Dichos bordes de maclas son un tipo de bordes de granos con una orientación específica, que también son llamados bordes coherentes. Si se considera dos redes cristalinas superpuestas, cuando un giro de una respecto a otra mantiene un átomo sin cambiar de sitio se le llama un sitio de red que coincide (CSL) y se nota  $\Sigma$ . Dependiendo de los átomos que cambian de posición hasta que coincide el primero se le dan el número 1, 3, 5... La figura (6.64) muestra un ejemplo simplificado de CSL tipo  $\Sigma 5$ .



**Figura 6.64:** Sitios de red coincidente (CSL) tipo  $\Sigma 5$  formados por dos redes cúbicas simples con una rotación de  $36.9^\circ$  respecto al eje  $\langle 001 \rangle$  [Humphreys y Hatherly, 1995].

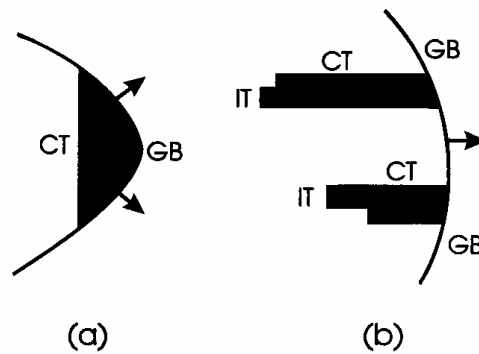
La tabla (6.II) ilustra los ejes de rotaciones y los ángulos para diversos sitios de red coincidentes. Las maclas son las  $\Sigma 3$ .

$\Sigma$	$\theta$	ejes
1	0	Ninguno
3	60	$\langle 111 \rangle$
5	36.87	$\langle 100 \rangle$
7	38.21	$\langle 111 \rangle$
9	38.94	$\langle 110 \rangle$
11	50.48	$\langle 110 \rangle$

**Tabla 6.II:** Ejes de rotaciones y los ángulos para sitios de red coincidentes [Mykura, 1980].

Como muestra la bibliografía los mecanismos de formación de maclas, no están del todo claros. No obstante el crecimiento de las maclas se pone en manifiesto, como lo muestra la figura (6.65) de dos formas: de una forma perpendicular al frente de la recristalización, maclas coherentes o de forma paralela y se habla en este caso de maclas incoherentes.





**Figura 6.65:** Posibles orientaciones de maclas durante la recristalización (a) maclas coherentes (b) maclas incoherentes [Goodhew, 1979].

Gleiter [1969] propone un mecanismo basado en el movimiento de los frentes de bordes de maclas coherentes que crecen mediante la suma de los paquetes de planos con un cierto orden (ABCABC). El comienzo o el final de una lámina de maclas requiere, solamente, la nucleación y la propagación de los frentes de baja energía que permite cambiar el orden de dichos paquetes de planos ABCABC | BACBACBA | BCABC. El inconveniente de esta teoría es no poder explicar el caso de las maclas incoherentes. Otro mecanismo que intenta explicar la formación de bordes de maclas es mediante la disociación de otros bordes especiales como muestra Goodhew [1979] en el oro:

$$\begin{aligned}\Sigma 9 &\rightarrow \Sigma 3 + \Sigma 3 \\ \Sigma 11 &\rightarrow \Sigma 3 + \Sigma 33 \\ \Sigma 33 &\rightarrow \Sigma 3 + \Sigma 11 \\ \Sigma 99 &\rightarrow \Sigma 3 + \Sigma 33\end{aligned}$$

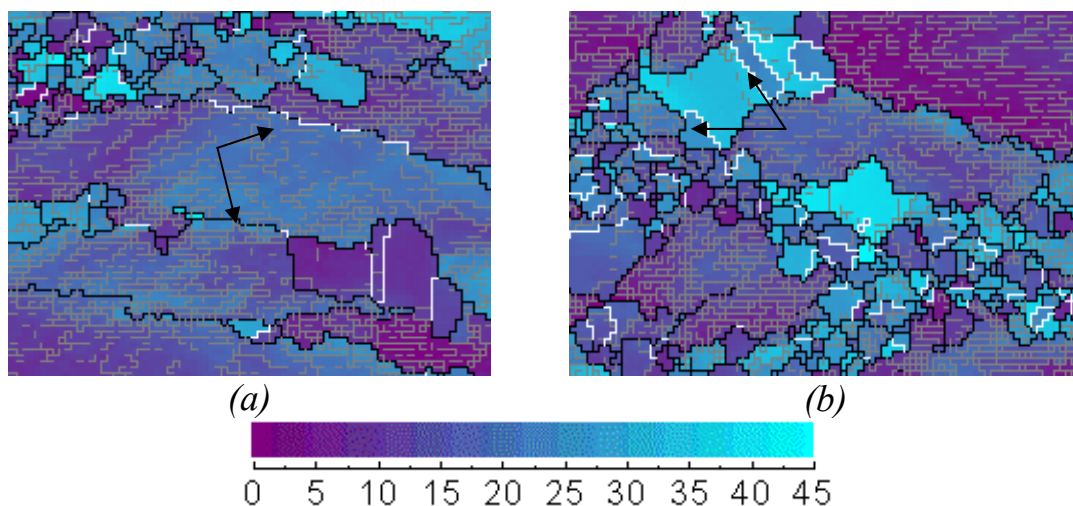
Este tipo de disociación ocurre mediante la emisión de dislocaciones de parte de los bordes de granos ordinarios. Una vez las maclas formadas, dependerá de los cambios que ocurren en la red cristalina durante los procesos de deformación y se ven afectadas de los diferentes parámetros relacionados con un proceso de conformación.

A lo largo de este último capítulo se ha pretendido estudiar la evolución del porcentaje de bordes de maclas y su dependencia de las condiciones de deformación y del grado de deformación solicitado al material. En este párrafo se intenta explicar la disminución del porcentaje de bordes de maclas en las primeras etapas de deformación como lo muestra los ensayos interrumpidos realizados por los aceros comerciales *AISI 304H* y *AISI 304L* y el aumento de dicho porcentaje cuando aumenta la temperatura o/y baja la velocidad de deformación.

En las primeras etapas de deformación la distorsión de la red cristalina es importante y conduce a un cambio de orientación local que hace perder a los bordes de maclas su coherencia y convertirse en un borde de grano ordinario (ver figura (6.66 (a))). Una vez las maclas se convierten en bordes de granos ordinarios aumentan los sitios disponibles para la nucleación, y se puede considerar como sitio secundario de nucleación.

El nuevo grano formado crece sin tener una orientación preferencial, y una vez su orientación coincide con la de una macla se forma un borde de macla, un borde caracterizado por una baja energía y que es poco móvil. De hecho la formación del borde

de macla no para el crecimiento de grano y lo hace solamente cambiar de orientación. El grano sigue creciendo, después de la formación del borde de macla, hasta que es frenado por otros granos. En general, no se trata de la formación de un solo borde de macla sino de varios que fragmentan la orientación de un grano en tres, cuatro o más orientaciones (figura (6.66 (b))). Durante la recrystalización dinámica de pico múltiple cuando ocurre el crecimiento de grano se observa un alto porcentaje de maclas.



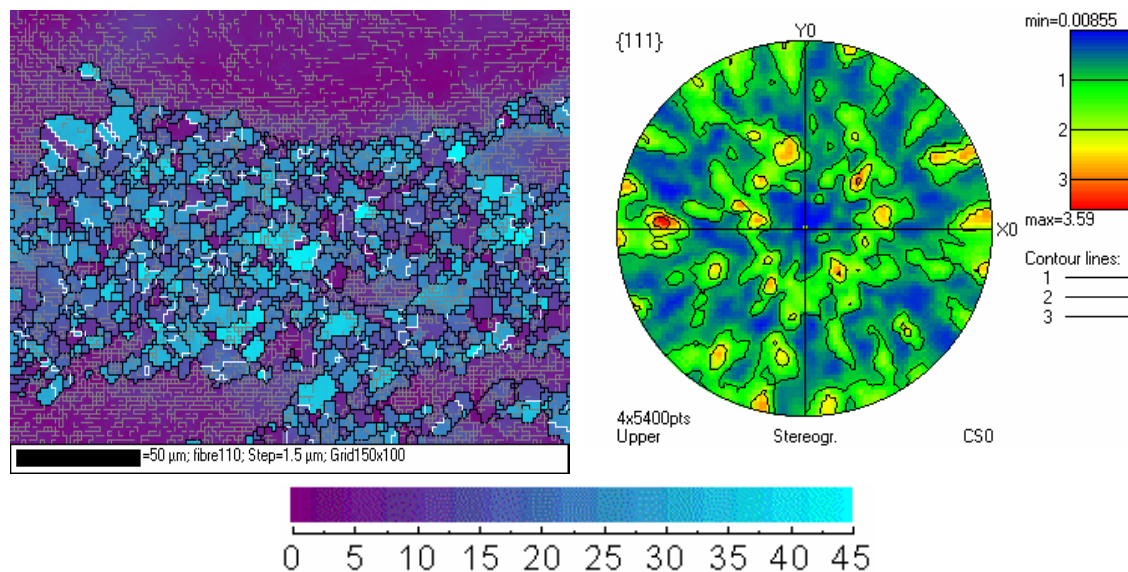
**Figura 6.66:** (a) borde de macla que se convierte a un borde de grano ordinario (b) borde de macla que aparece dentro de un nuevo grano libre de dislocaciones.

Para Ponge y Gottstein [1998], la aparición de bordes de maclas dentro de los nuevos granos formados aumenta la posibilidad a estos últimos de variar la orientación hasta adoptar la más adecuada. La velocidad de crecimiento de los nuevos granos es función de la diferencia de densidad de dislocaciones entre los dos lados del borde y su misma movilidad, que no es más que su ángulo de desorientación. Bocher y Jonas [1999] consideran que el maclaje sucesivo aumenta la movilidad general del frente de recrystalización y al mismo tiempo consume junto con los nuevos granos una parte considerable del material deformado. Esto explica por otra parte la textura aleatoria resultante de la recrystalización dinámica.

En conclusión, el mecanismo de nucleación por abombamiento necesita la presencia de una fuerte heterogeneidad local de deformación y al mismo tiempo un borde móvil de fuerte desorientación (los bordes de maclas no intervienen en este caso). Estas dos condiciones se ponen en manifiesto al lado de los bordes de granos iniciales (y/o los bordes de maclas que se han convertido a bordes ordinarios bajo el efecto de la deformación) conduciendo a la nucleación por collar. El grano fino es consecuencia de la alta densidad de los sitios de nucleación (bordes de granos rodeado por una fuerte subestructura) y como se ha mostrado en el capítulo anterior los valores del exponente de Avrami  $k$  son aproximadamente igual a uno. Durante la recrystalización dinámica de pico múltiple la baja densidad de sitios de nucleación (baja presencia de subestructura) conduce a un crecimiento de grano lo que corresponde a valores de  $k$  iguales a dos. El crecimiento de los nuevos granos, fuertemente desorientados con los granos iniciales (en ambos casos), junto con el fenómeno de maclaje, explica la textura aleatoria en el volumen recrystalizado, el cual es responsable de la atenuación de la textura global del material.

#### 6.4.4 Los nuevos granos recristalizados

Una probeta del acero *HP* con un tamaño de grano de partida de  $92\ \mu\text{m}$  fue deformada a  $850^\circ\text{C}$  con una velocidad de deformación de  $0,001\ \text{s}^{-1}$ . Cuando ocurre la recristalización dinámica, formación de nuevos grano libres de dislocaciones con los mecanismos mencionados anteriormente, y a causa del gran tamaño de grano de partida se forman bandas de nuevos granos rodeando el grano inicial (el clásico mecanismo de nucleación por collar). Mediante un análisis de *EBSD* se ha podido obtener una figura de polo solamente para los nuevos granos formados, figura (6.67). La figura de polo muestra una textura de deformación relativamente intensa porque los nuevos granos no han crecido bastante y el proceso de maclaje todavía está en su etapa inicial. El aspecto general de la figura de polo muestra un microtextura de deformación ligeramente atenuada.



**Figura 6.67:** Figura de polo  $\langle 111 \rangle$  para una banda de nuevos granos recristalizados para el acero *HP* con el tamaño de grano de partida de  $92\ \mu\text{m}$  deformado a  $850^\circ\text{C}$  y  $\dot{\epsilon} = 0,001\ \text{s}^{-1}$ .

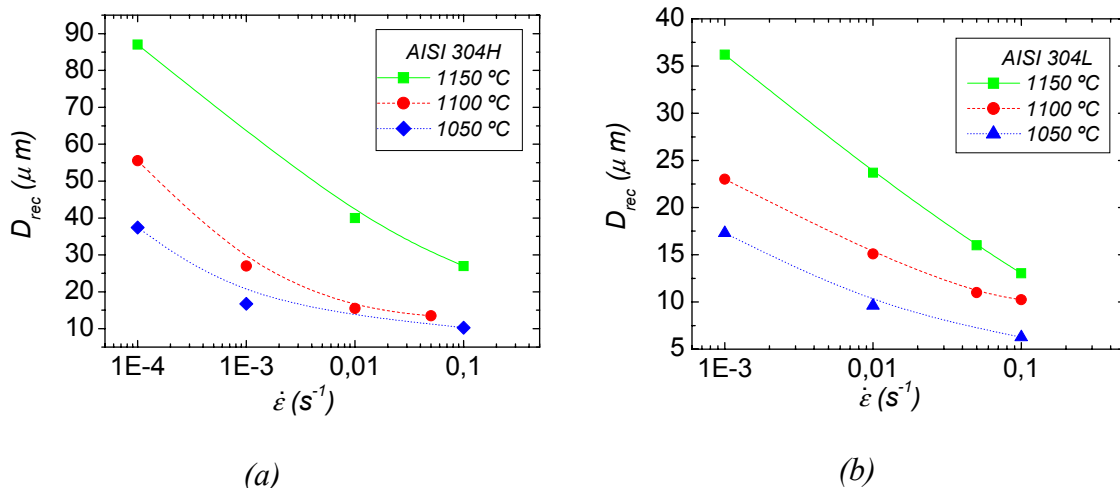
#### 6.5 Estudio del tamaño de grano recristalizado

El tamaño de grano recristalizado es un parámetro que tiene un gran interés desde un punto de vista industrial porque su cambio, sobre todo su afinamiento, mejora las propiedades mecánicas del material durante un proceso de conformado en caliente. Los métodos convencionales para calcular el tamaño de grano dependen fuertemente del ataque químico y si refleja o no todos los bordes de granos y maclas de una forma clara. Sin embargo, mediante la técnica de *EBSD* se puede calcular el tamaño de grano verdadero porque los componentes microestructurales son detectados basándose en las desorientaciones medidas para cada pixel de la superficie barrida de la probeta. Esto permite la obtención de medidas más fiables que los métodos convencionales. Además se puede cuantificar las poblaciones de granos presentes mediante los diagramas de distribución del tamaño de grano. En este último apartado se pretende estudiar el tamaño de grano recristalizado calculado de una forma convencional y mediante *EBSD*. Con esta técnica se puede calcular el tamaño de grano incluyendo los bordes de maclas, o excluyéndolos. Además se obtiene como se ha visto antes el porcentaje de bordes de maclas. El estudio del tamaño de granos recristalizado será en función de las condiciones de deformación y del grado de pureza.



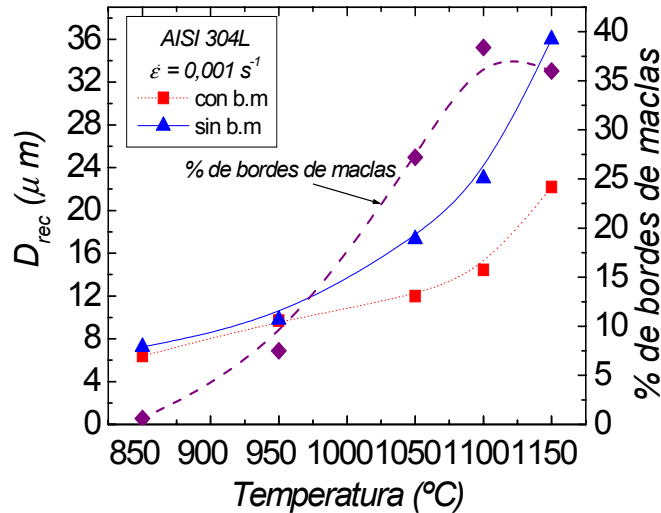
## 6.5.1 El tamaño de grano recristalizado y las condiciones de deformación

Para los aceros comerciales, figura (6.68), se observa un comportamiento de afinamiento de grano a temperaturas superiores a 1100°C y velocidades de deformación inferiores de  $0,01\text{s}^{-1}$  sin diferencias considerables entre el acero *AISI 304H* y *AISI 304L*. Para cada temperatura disminuye el tamaño de grano recristalizado cuando aumenta la velocidad de deformación. Y se obtiene el mismo comportamiento a velocidades de deformación fija al ir disminuyendo la temperatura.

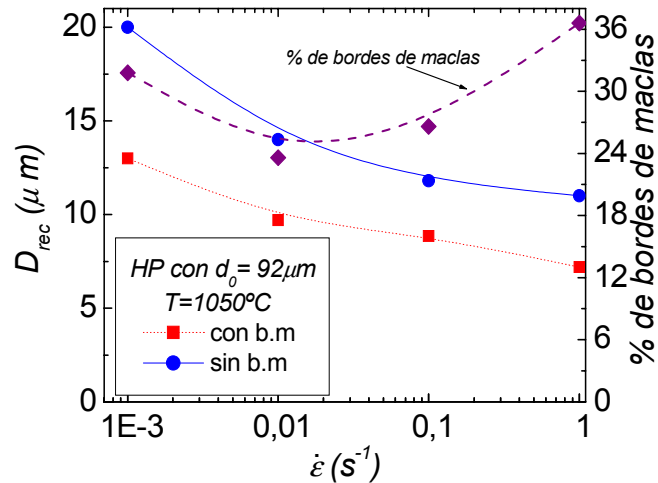


**Figura 6.68:** Evolución del tamaño de grano recristalizado calculado incluyendo los bordes de maclas para los aceros comerciales (a) *AISI 304H* ( $d_0=21 \mu\text{m}$ ) y (b) *AISI 304L* ( $d_0=18 \mu\text{m}$ ) en diferentes temperaturas y velocidades de deformación.

Independientemente de las teorías que intentan explicar la diferencia en los mecanismos de nucleación y crecimiento durante la recristalización dinámica, el comportamiento a nivel de tamaño de grano recristalizado es evidente: afinamiento de grano para la recristalización de pico simple, altas velocidades de deformación y bajas temperaturas y crecimiento de grano en altas temperaturas. La figura (6.68 (a)) muestra la evolución del tamaño de grano recristalizado del acero *AISI 304L* a diferentes temperaturas, calculado mediante el EBSD de dos formas, incluyendo los bordes de maclas y sin considerarlos. A bajas temperaturas y cuando ocurre el afinamiento de grano el porcentaje de bordes de maclas es pequeño y el tamaño de grano recristalizado es casi igual incluyendo o excluyendo los bordes de maclas. En el caso de crecimiento de granos y como el porcentaje de maclas es considerable cuando se incluye o se excluye los bordes de maclas el cálculo del tamaño de grano se afecta. No obstante el efecto de la velocidad de deformación es menos sensible al porcentaje de bordes de maclas y como muestra la figura (6.68 (b)) el tamaño de grano recristalizado disminuye cuando aumenta la velocidad de deformación, y su valor incluyendo los bordes de maclas está siempre por encima del tamaño de grano calculado excluyéndolos y los dos forman curvas paralelas.



(a)



(b)

**Figura 6.69:** (a) Evolución del tamaño de grano recristalizado en función de la temperatura a  $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$  para el acero AISI 304L (b) Evolución del tamaño de grano recristalizado para el acero HP en función de  $\dot{\epsilon}$  a  $T = 1050^\circ\text{C}$ .

### 6.5.2 Relación de Derby

El promedio del tamaño de grano del estado estable se puede relacionar con la tensión del estado estable de la forma siguiente:

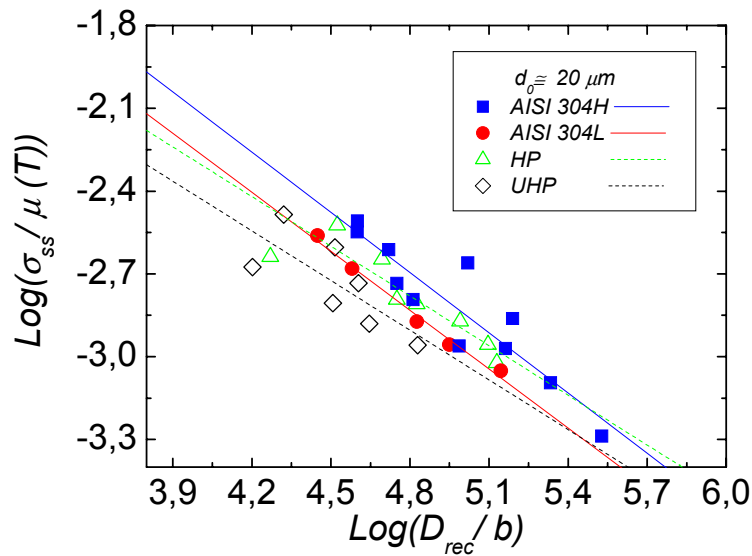
$$\sigma_s = k \cdot (D_s)^{-a} \quad (6.1)$$

Donde  $k$  y  $a$  son dos constantes. En el caso de la recristalización dinámica, Derby [1992] ha mostrado, basándose en un gran número de resultados experimentales, que el exponente  $n$  vale  $2/3$  para la mayoría de los materiales. En nuestro caso dicho exponente vale  $0.6$  para los aceros *HP* y *UHP*, mientras es un poco mayor en los aceros comerciales

(aproximadamente igual a 0.7), (tabla 6.II). La presentación más clásica es la propuesta por el mismo autor, corrigiendo la tensión del estado estable con el módulo de cizalladura y el tamaño de grano recrystalizado con el vector de Burger:

$$\frac{\sigma_{ss}}{\mu} \left( \frac{D_{rex}}{b} \right)^n = K \quad (6.2)$$

donde  $D_{rex}$  es el tamaño de grano recrystalizado,  $b$  el vector de Burger,  $\sigma_{ss}$  la tensión del estado estable y  $\mu$  el modulo de cizalladura. Según Derby el exponente  $n$  vale 2/3, y la constante  $K$  varía entre 1 y 10. La figura (6.70) muestra la buena correlación de los cuatro aceros con la ecuación de Derby y se observa que los aceros comerciales tienen el mismo comportamiento aunque ligeramente diferente de los aceros puros.



**Figura 6.70:** Determinación del exponente  $n$  y la constante  $K$  de la ecuación de Derby para los cuatro aceros (el tamaño de grano recrystalizado está calculado incluyendo los bordes de maclas).

(\*) Los valores de los aceros HP ( $\Delta$ ) y UHP ( $\diamond$ ) están basados en los datos obtenidos por Gavard [2000].

Tipo de acero	exponente $n$	constante $K$
AISI 304H ( $d_0=21\mu\text{m}$ )	0,72	6,29
AISI 304L ( $d_0=18\mu\text{m}$ )	0.71	4,95
HP ( $d_0=24\mu\text{m}$ )	0,62	2.5
UHP ( $d_0=20\mu\text{m}$ )	0,6	1.05

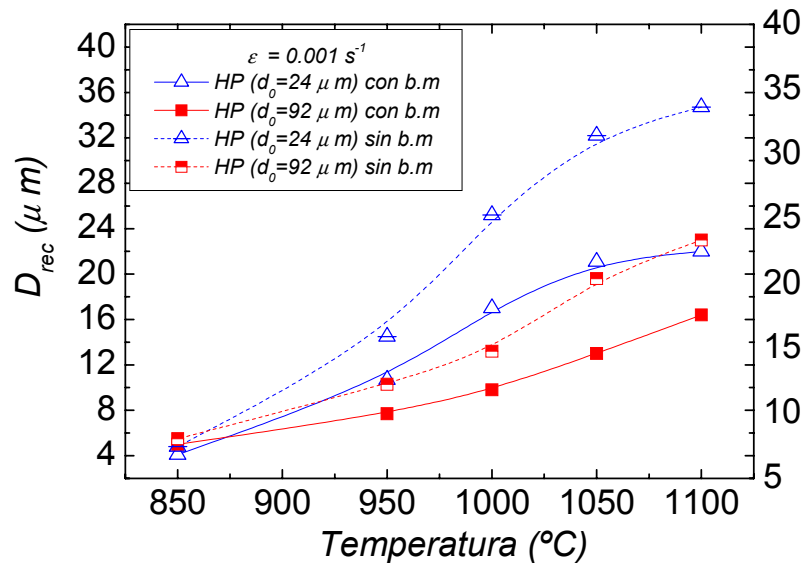
**Tabla 6.II:** Valores de las constantes de la ecuación de Derby para los cuatro aceros.

### 6.5.3 Efecto de la microestructura de partida sobre el tamaño de grano recristalizado

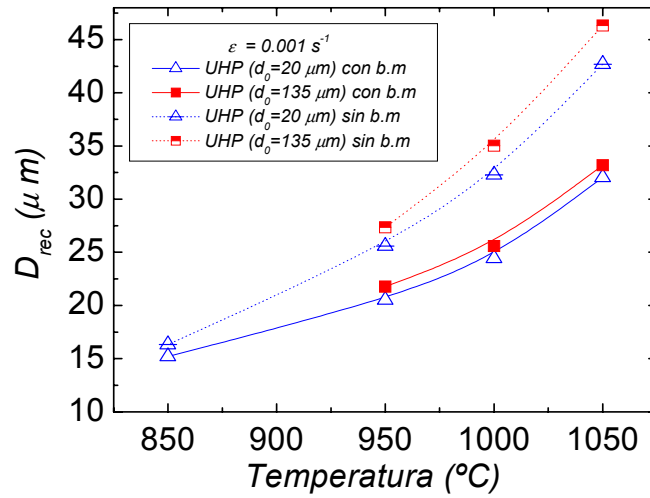
El tamaño de grano recristalizado refleja el estado de tensión de fluencia del estado estable. Por eso, un tamaño de grano recristalizado grande indica un bajo valor de tensión de estado estable. Aunque teóricamente el estado de partida no debe afectar al estado final, para los aceros *HP* y *UHP* el tamaño de grano recristalizado depende del tamaño de partida como muestra las figuras (6.71) y (6.72). Y como consecuencia, el tamaño de grano recristalizado del mismo material es grande cuando el tamaño de grano de partida es grande. Como se puede notar a tamaños de granos grandes *HP* ( $d_0 = 92 \mu\text{m}$ ) y *UHP* ( $d_0 = 135 \mu\text{m}$ ) el comportamiento clásico se rompe y en todas las condiciones de deformación se obtiene un tamaño de grano recristalizado inferior al de partida.

La comparación entre el tamaño de grano recristalizado entre los dos aceros *HP* y *UHP* muestra que el crecimiento de grano en el acero de bajo carbono es mayor. No obstante, en el caso del acero *HP* se ilustra una dependencia entre el tamaño de grano recristalizado y el tamaño de grano de partida (ver figura (6.71)).

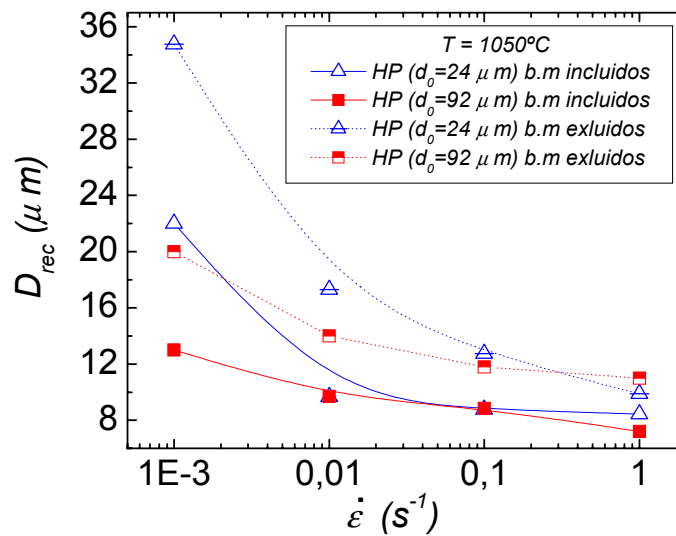
A bajas velocidades de deformación, el tamaño de grano de partida influye sobre el tamaño de grano recristalizado como muestra la figura (6.73), mientras a altas velocidades de deformación dicho efecto desaparece y se obtiene el tamaño de grano recristalizado independientemente del estado de partida.



**Figura 6.71:** Evolución del tamaño de grano recristalizado en función de la temperatura calculado incluyendo y excluyendo los bordes de maclas para diferentes tamaño de granos de partida del acero *HP*



**Figura 6.72:** Evolución del tamaño de grano recrystalizado en función de la temperatura calculado incluyendo y excluyendo los bordes de maclas para diferentes tamaño de granos de partida del acero UHP.



**Figura 6.73:** Evolución del tamaño de grano recrystalizado a temperatura constante y en función de la velocidad de deformación calculado incluyendo y excluyendo los bordes de maclas para el acero HP con diferentes tamaño de granos de partida.



