
3. MATERIAL Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

3.1. MATERIAL

Se han empleado dos aceros microaleados al V, y un acero C-Mn típico de forja, cuyas composiciones químicas vienen dadas en la Tabla 3-I. Los aceros con denominación PTR y 2N fueron suministrados por la empresa TUBOS REUNIDOS S.A. y el XC por la empresa G.S.B.

El acero PTR fue suministrado en forma de plancha forjada de 27x125 mm, el 2N en forma de tubo de 115x86 mm ($\varnothing_{EXT.} \times \varnothing_{INT.}$) y el XC en forma de redondo de $\varnothing = 56$ mm.

Para paliar los efectos de los distintos procesos de fabricación de los aceros, y así partir de similares condiciones, se procedió a normalizar las distintas coladas a una temperatura de 900°C durante 1h en atmósfera inerte de argón.

Tabla 3-1. Composición química de los aceros estudiados (en % en peso).

	PTR	2N	XC
C	0.24	0.33	0.47
Mn	1.56	1.49	0.78
Si	0.28	0.25	0.24
P	0.022	0.015	0.007
S	0.003	0.002	0.032
Cr	0.1	0.08	0.17
Ni	0.09	0.11	0.08
Mo	0.04	0.04	0.02
Cu	0.24	0.27	0.1
Al	0.019	0.027	0.025
Ti	0.001	0.002	0.003
V	0.18	0.24	0.002
N	0.0099	0.0100	0.009

En la tabla se puede comprobar que las principales diferencias residen en los contenidos de carbono, vanadio y manganeso presentes en los aceros. En los dos primeros aceros se tendió a reducir el contenido en C, aprovechando al máximo la adición de Mn e introduciendo importantes cantidades de V como elemento microaleante. En cambio, en el acero XC los contenidos de C, Mn y del resto de los elementos se encuentran dentro de los rangos habituales de la calidad comercial considerada. El porcentaje de Ti no pasó de ser meramente residual. La presencia de azufre en el acero XC responde a la necesidad de conferirle una mayor maquinabilidad.

3.2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El proceso seguido con los distintos materiales durante el trabajo desarrollado en la Tesis, queda esquematizado en el organigrama de la Figura 3-1. El trabajo realizado se puede agrupar en tres grandes bloques. El primero está relacionado con la ejecución de ensayos de compresión plana, simulativos en condiciones de laboratorio del proceso de forja en tibio. El segundo grupo corresponde a la caracterización microestructural de los diferentes aceros, tanto antes del conformado como tras el mismo. Para finalizar, el tercer grupo de técnicas experimentales corresponde a la realización de ensayos mecánicos para lograr una adecuada caracterización de la microestructura lograda mediante los ensayos de compresión plana.

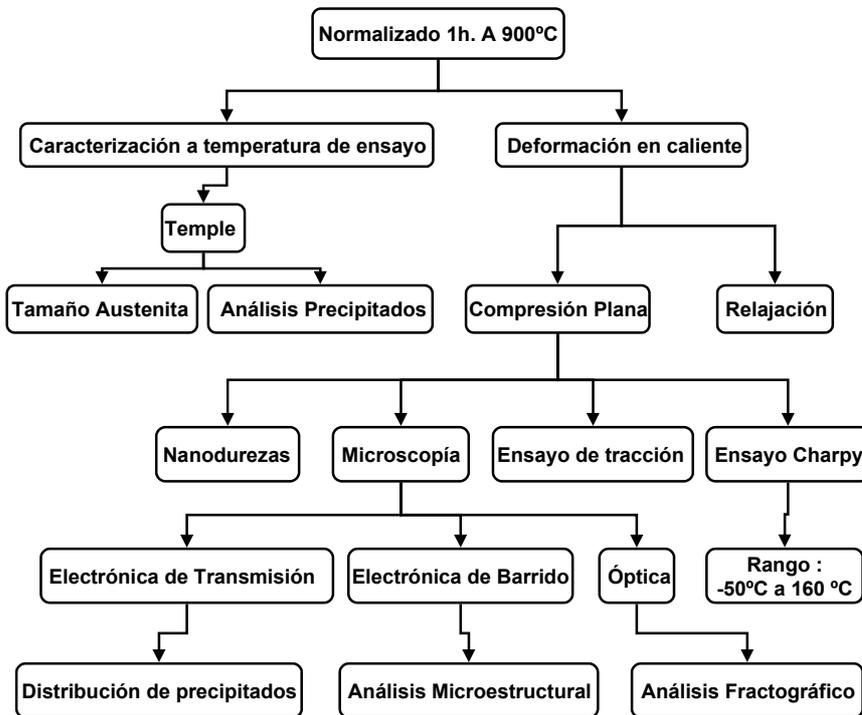


Figura 3-1. Esquema de trabajo seguido con los distintos aceros.

3.2.1. DEFORMACIÓN EN TIBIO

Con objeto de simular el proceso de forja industrial, y de estudiar la cinética de recristalización, se realizaron ensayos de compresión plana y de relajación con los tres aceros. Los ensayos se realizaron a temperaturas comprendidas entre 720 y 870 °C, por calentamiento directo, manteniéndose las muestras durante 10 minutos a la temperatura de ensayo.

3.2.1.1. PREPARACIÓN DE LOS ENSAYOS DE COMPRESIÓN PLANA

Antes de realizar ensayos con el material objeto de estudio, se han llevado a cabo numerosas pruebas con un acero de prueba para así determinar las condiciones óptimas.

El dispositivo original para realizar los ensayos a las temperaturas anteriormente consideradas, consistía en herramientas cilíndricas de frente plano que debido a su tamaño debían permanecer fuera del horno. La geometría inicial de las probetas era de 98x50x20 mm, pero en muchos de los ensayos no se daban las condiciones de deformación plana, si no que tenía lugar una importante deformación a cortadura.

Por tanto el primer paso fue reducir el tamaño de las probetas a 60x25x10 mm y aplicar una capa de lubricante de nitruro de boro para disminuir la fricción entre las herramientas y la probeta. El coeficiente de rozamiento estimado a las temperaturas de ensayo fue de 0.03.

Posteriormente se analizó el efecto del enfriamiento de la probeta como consecuencia del contacto con las herramientas frías. Para ello se procedió a controlar la temperatura de las probetas con tres termopares cromo-alumén de

1.5 mm de diámetro, de forma tal que se disponía de un registro continuo de la temperatura en la zona central y en las proximidades a la superficie de la probeta.

En la Figura 3-2 se representa un registro de temperatura obtenido con el dispositivo anteriormente descrito, en la se puede apreciar: la caída de temperatura al extraer la probeta del horno y llevarla hasta las herramientas, $\cong 5^{\circ}\text{C}$; subida de temperatura consecuencia de la deformación aplicada en torno a $10\text{-}20^{\circ}\text{C}$; caída por diferencia de temperaturas entre herramientas y probeta y por último recuperación. Solo se prestó especial atención a la caída de temperatura por contacto debido a que éste es el único factor que podría causar heterogeneidades en la microestructura, ya que se llegaron a registrar caídas de temperatura de hasta 40°C .

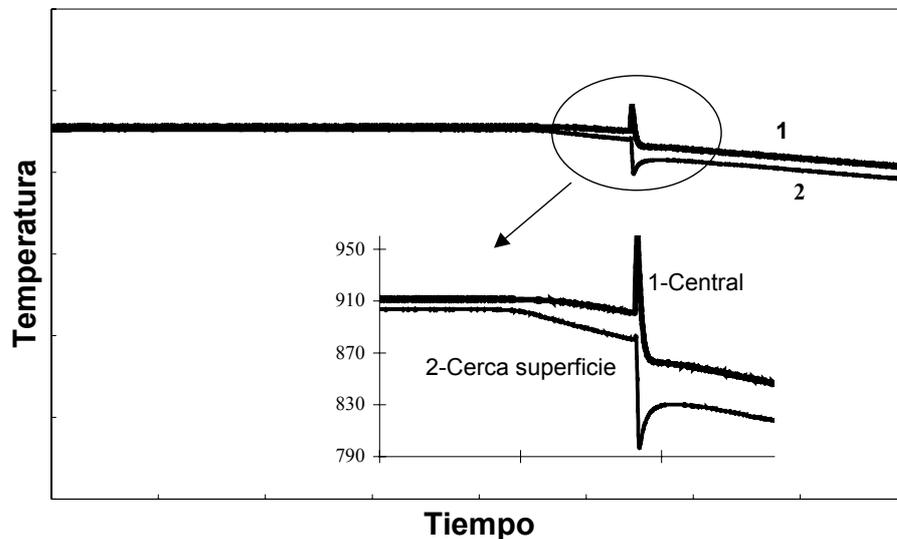


Figura 3-2. Registro de temperatura-tiempo en el momento de la deformación.

Aunque en algunos de los ensayos las herramientas se precalentaron con mantas térmicas a una temperatura de 150°C , la caída de temperatura consecuencia del contacto siguió siendo importante. Finalmente se optó por

utilizar el dispositivo de herramientas en caliente, encontrándose éstas dentro del horno a la temperatura del ensayo. Con esta disposición las curvas de enfriamiento no mostraron caída de temperatura en el momento del contacto.

Por tanto, el uso de herramientas en caliente junto con la aplicación de un lubricante, para minimizar la fricción entre probeta y herramienta, fueron las medidas más importantes adoptadas para conseguir unas buenas condiciones de deformación plana y homogeneidad microestructural.

3.2.1.2. COMPRESIÓN PLANA

3.2.1.2.1. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

Se han llevado a cabo ensayos de compresión plana con los tres aceros, siguiendo el esquema de la Figura 3-3.

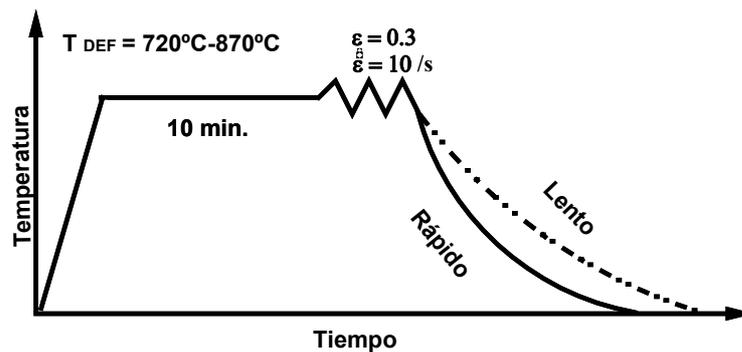
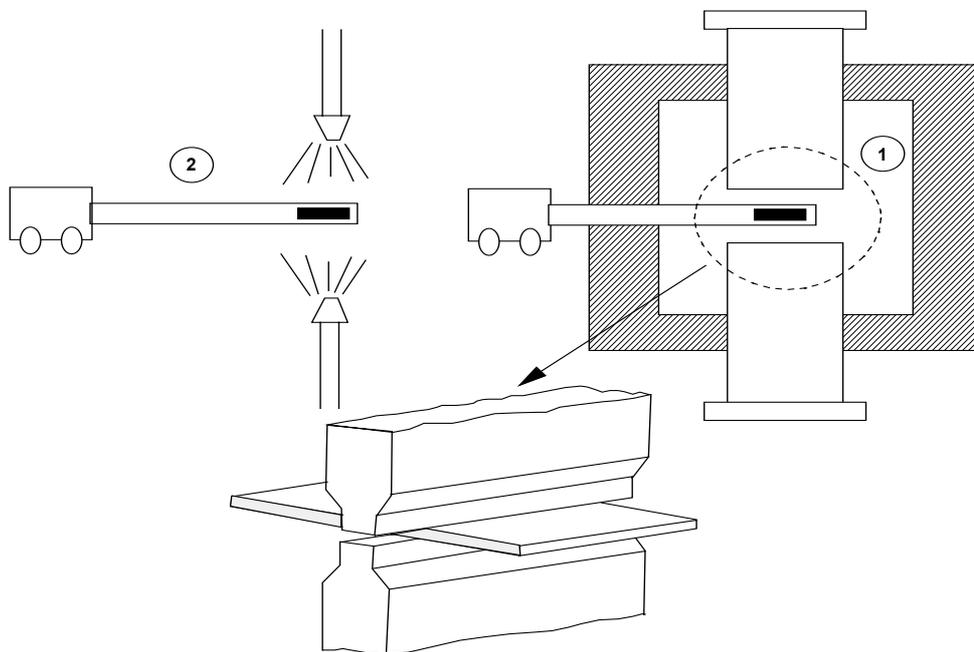


Figura 3-3. Esquema de los ensayos de compresión plana.

Los ensayos se realizaron en una prensa servohidráulica, Instron 1344, con capacidad máxima de 500 kN, mediante control de posición del actuador. Las herramientas empleadas para la realización de ensayos en condiciones de

compresión plana son de frente plano. Se contó con un horno de 4 calefactores y temperatura máxima de 1200°C para la realización del ensayo en caliente. En la Figura 3-4 se muestra un esquema del dispositivo de compresión plana con los elementos auxiliares para la realización de los ensayos.



*Figura 3-4. Dispositivo de compresión plana. 1) Deformación en tibio.
2) Enfriamiento acelerado.*

La deformación y la velocidad de deformación se mantuvieron constantes, siendo en todos los ensayos de 0.3 y 10s^{-1} respectivamente, aplicando una deformación inferior a la necesaria para la recristalización dinámica. Las probetas utilizadas, presentaban una geometría de paralelepípedo de $60 \times 25 \times 10$ mm, Figura 3-5, las cuales se mantenían horizontales dentro del horno sujetándolas sobre unos brazos de acero inoxidable mediante un par de pasadores.

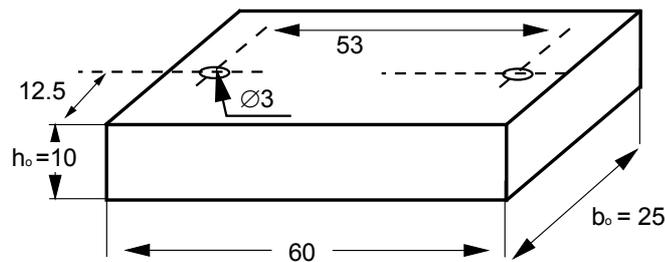


Figura 3-5. Probeta de compresión plana.

Tras la deformación algunas de las muestras se dejaron enfriar al aire y otras fueron enfriadas por convección forzada ($\approx 4^\circ\text{C/s}$) mediante mangueras de aire comprimido.

3.2.1.2.2. TRATAMIENTO DE DATOS

Tras la realización del ensayo de compresión plana el programa de control de máquina proporciona un fichero con datos de carga (kN) y desplazamiento (mm) del actuador. Haciendo uso del programa “Launa” desarrollado en el departamento se convierten dichos datos en tensión-deformación, tal y como se explica a continuación ^{1,2}.

En primer lugar, debe tenerse en cuenta que tanto la altura como el ancho de la probeta varían a lo largo del ensayo. El valor de la altura instantánea (h_i) de la probeta se determina a partir de la expresión:

$$h_i = h(t) + h_0 + 5 \quad \text{Ec. 3.1}$$

donde $h(t)$ representa la posición del actuador, h_0 la altura inicial de la probeta y el último valor representa un recorrido libre que se le da al actuador para superar inercias mecánicas y adquirir la velocidad requerida.

Con relación a la anchura instantánea de la probeta, b_i , la expresión utilizada fue ¹:

$$b_i = b_0 \left(1 + c_e - \left(c_e \sqrt{\frac{h_0}{h_i}} \right) \right) \quad \text{Ec. 3.2}$$

c_e representa el coeficiente de expansión cuyo valor se obtiene despejando de la anterior ecuación en las condiciones finales, es decir $b_i = b_{\text{final}}$ y $h_i = h_{\text{final}}$. Este valor corrige el efecto de la expansión que tiene lugar durante los ensayos de compresión.

Las cargas y desplazamientos del ensayo se transformaron en tensión σ y deformación ε equivalentes a través de las siguientes expresiones :

$$\varepsilon = f_i \cdot \ln \frac{h_0}{h_i} \quad \text{Ec. 3.3}$$

f_i es un valor que depende de la anchura instantánea de la probeta en la forma:

$$f_i = \frac{1.155(b_i - w_0) + w_0}{b_i} \quad \text{Ec. 3.4}$$

donde w_0 representa la anchura de las herramientas, es decir 15 mm.

Debido a las condiciones de ensayo la tensión adquiere la forma ¹ :

$$\sigma = \frac{F_i}{\frac{f_i h_i b_i}{\mu} \left[\exp \left\{ \frac{w_0 \mu}{h_i} \right\} - 1 \right]} \quad \text{Ec. 3.5}$$

siendo F_i la carga del actuador en cada instante y μ el coeficiente de rozamiento (0.03 en los ensayos realizados).

Haciendo uso de las anteriores expresiones, el programa proporciona finalmente la curva de flujo plástico del ensayo de compresión plana.

3.2.1.2.3. EXTRACCIÓN DE PROBETAS

En el esquema que a continuación se muestra, Figura 3-6, aparece el modo de extracción de las probetas de tracción, de ensayo Charpy y de las muestras para metalografía cuantitativa, a partir de las probetas ensayadas en compresión plana.

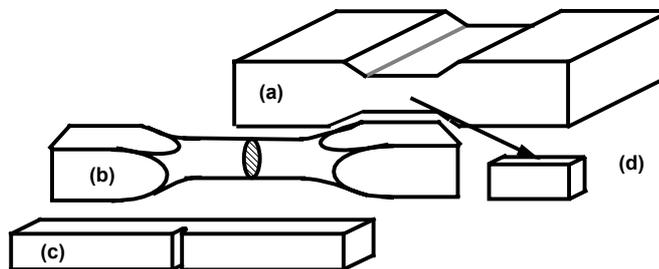


Figura 3-6. Esquema de extracción de las probetas. a) Probeta compresión plana. b) Probeta de tracción. c) Probeta Charpy. d) Muestras para caracterización microestructural.

Se ha puesto especial cuidado en mecanizar las probetas de la parte homogénea de la zona deformada. Así en el caso de las probetas Charpy se desplazó la entalla 2 mm respecto al centro de la probeta, de acuerdo con resultados de elementos finitos realizados mediante el código Abaqus, para analizar las distribuciones de deformaciones dentro de la probeta de compresión plana ³.

3.2.1.3. ENSAYOS DE RELAJACIÓN

Con los ensayos de relajación se pretende obtener información sobre la cinética de recristalización estática tras haber aplicado la deformación en tibio. Para ello se ha hecho uso del mismo dispositivo que en compresión plana, anteriormente descrito.

3.2.1.3.1. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

El ensayo consta de dos partes claramente diferenciadas:

1- El ensayo de compresión plana, donde se deforma el material a la temperatura deseada según las condiciones ya descritas.

2- Una vez aplicada la deformación, se dejan las herramientas en contacto con la probeta manteniendo constante la posición del actuador de la máquina. Se registra entonces la caída de carga que tiene lugar como consecuencia de los distintos procesos de ablandamiento que sufre el material. Durante este periodo (\approx 1h) se realiza un registro continuo de carga-tiempo, y a partir del mismo se obtendrá posteriormente la curva tensión-tiempo.

En la Figura 3-7 se muestran curvas típicas tensión-tiempo de relajación. Se aprecia la existencia de tres zonas claramente definidas ⁴, una primera parte en la que el principal proceso de ablandamiento es el de restauración (1), a continuación una zona casi recta (2) en la que está teniendo lugar la recristalización estática del material, y por último la tercera parte en la que el material está totalmente recristalizado (3), la austenita ablandada relaja tensiones.

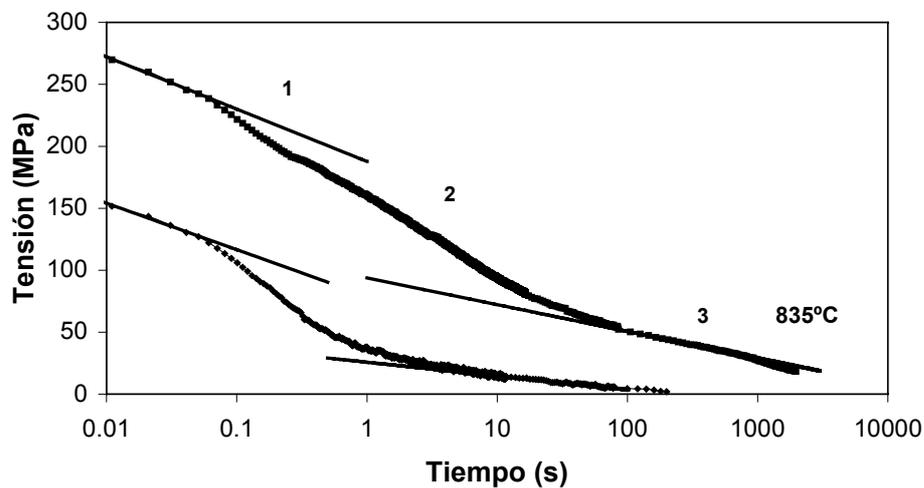


Figura 3-7. Curvas de relajación a 835 y 1025°C.

Teniendo en cuenta que la restauración del material tiene lugar en periodos de tiempo muy cortos, mientras que la recristalización del mismo implica intervalos mayores, para la obtención de una distribución de puntos homogénea es imprescindible la utilización de una frecuencia de adquisición de datos variable. Así para las zonas designadas como (1), (2) y (3) se utilizaron, respectivamente, frecuencias de 100, 1 y 0.05 datos por segundo.

Por otro lado, durante el ensayo cabía la posibilidad de estar registrando las variaciones de tensión tanto del material como de las herramientas. Para corregir este posible efecto se llevaron a cabo ensayos de relajación de las herramientas. Estas se pusieron en contacto, a las temperaturas de ensayo, con

niveles de carga similares a los alcanzados en la deformación y, tras mantenerlas en estas condiciones durante 30 min, no se observó caída alguna de la tensión aplicada. De esta forma se concluyó que el registro del ensayo de relajación se debe única y exclusivamente al material de la probeta.

3.2.2. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

La caracterización microestructural se llevó a cabo para determinar el tamaño de grano de γ antes de la deformación y para caracterizar la microestructura resultante a temperatura ambiente.

Para determinar el tamaño de grano austenita previo a la deformación se templaron muestras desde las distintas temperaturas de ensayo. Dichas muestras fueron preparadas siguiendo el procedimiento habitual de pulido en sucesivas lijas de carburo de silicio y de tamaño de grano decreciente, para finalizar sobre paños impregnados de pasta de diamante de 6 y 1 μm . Las superficies así pulidas fueron atacadas en un medio acuoso saturado con ácido pícrico, añadiéndole unas gotas de ácido clorhídrico al 37% y jabón líquido. Tras diversas pruebas, los mejores resultados se lograron tras someter las muestras a un revenido a 450°C durante periodos no inferiores a las 22h.

Una vez reveladas las juntas de grano austenítico se recurrió a un sistema de medición automático en el que la imagen es captada mediante una cámara y posteriormente digitalizada y modificada, obteniéndose finalmente el diámetro medio equivalente de los granos austeníticos. Este proceso se realizó en un equipo Quantimet Q-570 de Cambridge Instruments.

La caracterización microestructural a temperatura ambiente se llevó a cabo sobre probetas atacadas con nital al 2% tras ser pulidas como se ha indicado anteriormente.

3.2.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Debido a la finura de la microestructura resultante de los distintos ensayos de compresión plana, la caracterización de la misma se realizó haciendo uso de los microscopios electrónicos de barrido disponibles en el CEIT, PHILIPS. XL-30 y XL-30-CP. Las muestras se pulieron en lijas sucesivas, finalizando con un pulido en pasta de diamante de 1 μm . Posteriormente se atacaron en nital al 2 ó 5% según las necesidades. A continuación los parámetros microestructurales, tamaño de grano, fracción volumétrica y espaciado interlaminar perlítico fueron determinados mediante la técnica de intersección lineal media, con un intervalo de confianza del 95%. En el caso del espaciado interlaminar perlítico, λ , este valor se consideró como la mitad de la longitud interceptada media medida por el procedimiento de los círculos⁵.

3.2.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

Para obtener información sobre el tipo y tamaño de los precipitados se procedió a la extracción de réplicas de carbono de la zona central de las probetas de compresión plana, tal y como se muestra en la Figura 3-6. Previamente a la deposición del carbono, las probetas son pulidas y atacadas de forma similar a la utilizada para observación microestructural. El ataque, nital al 2%, afecta

principalmente a la ferrita, por lo que las partículas de otras fases destacan en la superficie de la muestra. Al depositar una fina capa de carbono (en vacío) sobre la superficie atacada las partículas quedan adheridas a ésta. A continuación se realiza una serie de cortes en forma de pequeños cuadrados que se despegarán de la probeta al sumergir probeta+depósito, primero en una solución de nital al 10% y finalmente en agua destilada. Estos pequeños cuadrados de carbono son recuperados mediante rejillas de cobre y una vez secos pueden ser observados en el microscopio.

El análisis de los precipitados se llevó a cabo en un microscopio electrónico de transmisión Philips CM12, con un potencial acelerador de 100 kV, dotado de un analizador de energía dispersa de rayos X, EDAX 9190. El tamaño y distribución de los precipitados se realizó a partir de fotografías obtenidas de las distintas réplicas, donde se contaron un mínimo de 500 partículas y un máximo de 1100.

El estudio de los precipitados se realizó en las siguientes condiciones: antes del ensayo de compresión plana, después del calentamiento y antes de aplicar la deformación, y tras la transformación a temperatura ambiente.

3.2.5. ENSAYOS DE TRACCIÓN

Los ensayos de tracción permitieron evaluar las propiedades mecánicas de los aceros estudiados y así obtener la resistencia mecánica a la tracción, el límite elástico y la reducción de área de los mismos.

Los ensayos se realizaron siguiendo las indicaciones de la norma ASTM E8M-92 en una máquina de tracción universal con capacidad máxima de 100 kN, a temperatura ambiente y con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 1mm/min. La deformación se midió con un extensómetro de longitud de referencia de 10mm y una deformación máxima del 10%. Se utilizaron probetas

cilíndricas de extremos planos, realizándose un mínimo de dos ensayos por condición. En la Figura 3-8 se muestra el plano de la probeta utilizada.

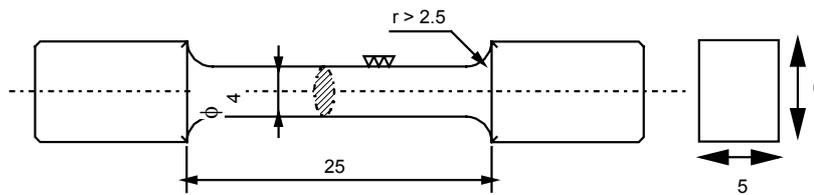


Figura 3-8. Plano de la probeta de tracción.

En algunos casos, los ensayos de tracción produjeron curvas con límites elásticos definidos por lugares del tipo “Yield Point”, como la curva de la Figura 3-9. En estos casos el límite elástico se calculó como la tensión en la meseta que se forma entre la zona lineal elástica y la zona de endurecimiento por deformación plástica.

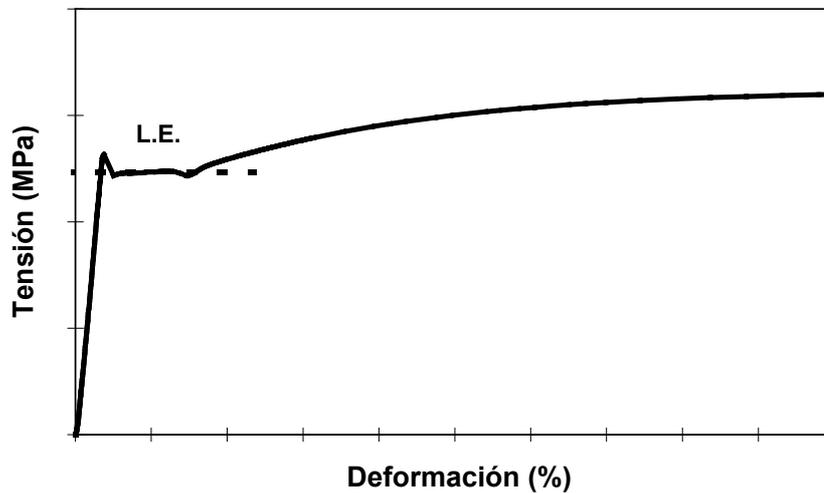


Figura 3-9. Curva tensión- deformación de un ensayo de tracción con “Yield Point”.

En general las curvas carecieron del llamado “Yield Point”, como en el ensayo de la Figura 3-10, por lo que el límite elástico fue calculado como la tensión en el punto de 0.2% de deformación plástica y por tanto $\sigma_{ys} \equiv \sigma_{0.2\%}$.

La resistencia a la tracción se calculó como el cociente entre la carga máxima y la sección inicial de la probeta. Por último, la reducción de área se calculó dividiendo la reducción de área entre el área inicial de referencia de la probeta.

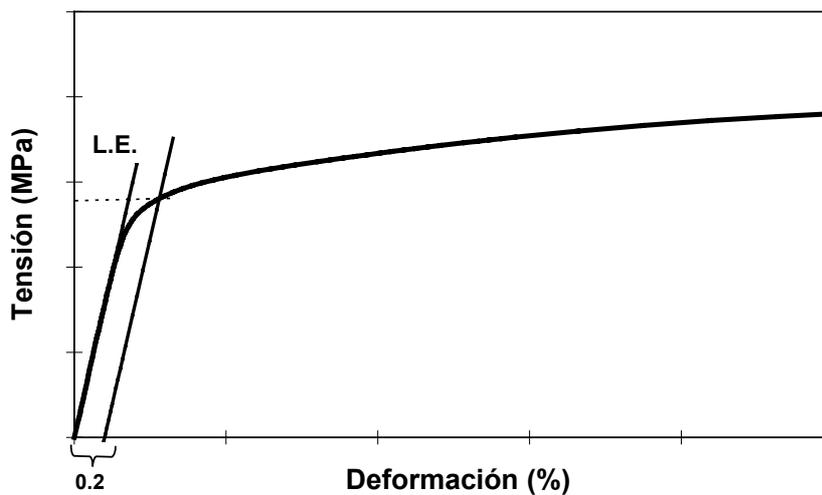


Figura 3-10. Curva tensión-deformación de un ensayo de tracción sin “Yield Point”.

3.2.6. ENSAYOS CHARPY

Mediante los ensayos Charpy se obtuvieron las curvas de resiliencia para las distintas composiciones y condiciones de compresión plana. En la realización de los ensayos Charpy se siguieron las indicaciones de la norma

ASTM E23-92, empleándose una máquina de la marca TINIUS OLSEN. Se mecanizaron probetas de sección 5x10 mm (*subsize*) con entalla en V según el plano de la Figura 3-11.

Para las probetas ensayadas a temperaturas mayores que la del ambiente se utilizó un baño de aceite calentado con una resistencia controlada por un termostato. Para aquellos en que la temperatura era menor que la del ambiente se utilizó un baño de etanol y/o acetona enfriado mediante la adición de distintas cantidades de N₂ líquido. El recipiente en el que se produjo el enfriamiento de las probetas se encontraba aislado térmicamente con el fin de estabilizar el baño a la temperatura deseada. En todos los casos se siguieron las indicaciones de la Norma ASTM en cuanto al tiempo de permanencia en el baño de las probetas.

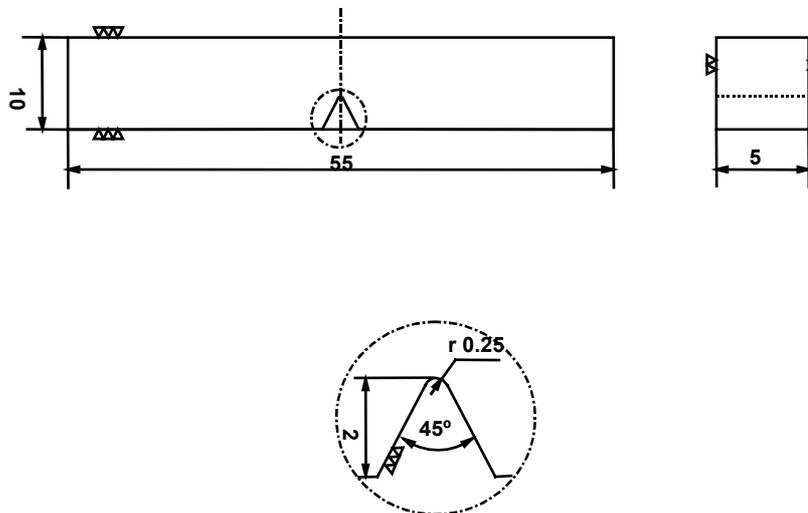


Figura 3-11. Plano de la probeta Charpy.

Con estos ensayos se obtuvieron las curvas de resiliencia y las temperaturas de transición dúctil-frágil, ITT, de las distintas condiciones. Para los materiales analizados en el presente trabajo se ha considerado la ITT como la temperatura a la cual la resiliencia alcanza el valor de 40 J. Un ejemplo de una curva de este tipo se representa en la Figura 3-12. En la misma puede verse el esquema de la curva Charpy, en la que aparece representada la estimación de la ITT. También se definen las tres zonas, frágil, de transición y dúctil, típicas del comportamiento de estos materiales.

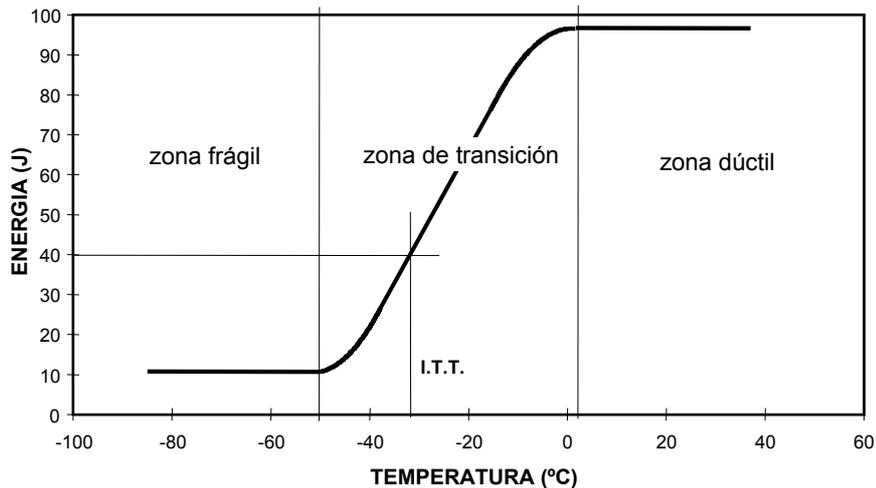


Figura 3-12. Curva de transición dúctil-frágil típica de un acero.

Posteriormente se utilizaron las probetas Charpy para el estudio fractográfico de los materiales. Estas circunstancias se explican en el capítulo dedicado a la Fractografía.

3.2.7. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

En los ensayos de fractura Charpy se generó un elevado número de superficies de fractura, siendo seleccionadas algunas de ellas para un examen

exhaustivo. Para ello se utilizaron los microscopios electrónicos de barrido (MEB).

El objeto de este análisis fue el de identificar los mecanismos de fractura y los orígenes de los mismos, con el fin de determinar los micromecanismos operantes.

Para establecer ciertas relaciones con medidas metalográficas previas fue necesario estudiar los perfiles de algunas de las superficies de fractura. Para ello se realizaron cortes transversales de las probetas. Para evitar el redondeo de la superficie de fractura en el pulido, éstas se protegieron con una capa de Ni. El niquelado se realizó mediante deposición electrolítica. La composición del electrolito utilizado fue la siguiente:

320 g de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

45 g de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

47.5 g de H_3BO_3

1 l de agua destilada

El proceso de niquelación se realizó a 60°C y con una intensidad de corriente eléctrica de 0.1 A en el comienzo y que se fue aumentando a medida que la niquelación avanzaba, para finalizar a 0.3 A.

3.3. REFERENCIAS

¹ C. M. SELLARS, J. P. SAH, J. BEYNON Y S. R. FOSTER. Plane strain compression testing at elevated temperatures. University of Sheffield, Department of Metallurgy. (1976)

² JOSÉ IGNACIO ASTIAZARAN, Informe Interno.

³ ALBERTO ECHEVERRIA, Tesis Doctoral en curso.

⁴ W.J LIU, J.J JONAS. Metal. Trans. A. 1988, 19, p.1403.

⁵ C.M.SELLARS. Quantitative Metallography (1986). Curso presentado para el Master en Metalurgia Física y Metalurgia Mecánica (ESII).