



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA

DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA SUPERIOR
CUAUTITLÁN

"CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE UN
ACERO LIBRE DE ELEMENTOS INTERSTICIALES
EN LA CONDICIÓN DE COLADA, AUSTENITIZADO
Y TRATADO TERMOMECHANICAMENTE"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO MECANICO ELECTRICISTA

P R E S E N T A :

LUIS RICARDO HERRERA ARANDA

ASESOR: DR. JULIO ALBERTO JUAREZ ISLAS

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

CUAUTITLÁN IZCALLI, EDO. DE MÉXICO

1997

1997



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN, N. A. M.
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN
P R E S E N T E .

DEPARTAMENTO DE
EXAMENES PROFESIONALES

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, permitimos comunicar a usted que revisamos el trabajo

"Caracterización Microestructural de un acero libre de elementos

Intersticiales en la condición de colada, Austenitizado y Tratado

Termomecánicamente"

que presenta el pasante: Luis Ricardo Herrera Aranda

con número de cuenta: 8729953-7 para obtener el TITULO de:
Ingeniero Mecánico Electricista

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuatitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 10 de Septiembre de 199.

PRESIDENTE Ing. Armando Aguilar Márquez

VOCAL Ing. Ma. Soledad Alvarado Martínez

SECRETARIO Dr. Julio Alberto Juárez Islas

1er. SUPLENTE Ing. Enrique Cortés González

2do. SUPLENTE Ing. Jesús García Lira

[Handwritten signatures and initials over the list of names]

Dulce M. Aranda Alcocer:

Mamá, quisiera tener palabras para expresar todo lo que siento, pero no existen, es por eso que mis actos hablan por mí. Aún así, gracias por tus enseñanzas, por tu amor y tu apoyo en esta etapa de mi vida, tan difícil e importante. Espero que estés tan orgullosa de mi, como lo estoy yo de ti, ya que este éxito es de los dos.

A mis abuelos :

Adorálida Alcocer Polanco (Q.E.P.D.),

Ricardo Aranda Camejo.

Les agradezco todo el cariño y los cuidados que me brindaron durante mi infancia. Ahora, con gran orgullo, comparto con ustedes la felicidad que siento con este primer gran triunfo.

Ramiro H. Herrera Montiel:

Papá, por tu atención, paciencia, y compañía en los momentos difíciles. Me has mostrado claramente la diferencia entre el bien y el mal, lo correcto y lo incorrecto. Por todo esto, mil gracias.

Claudia R. Herrera Aranda:

Hermana, las consecuencias de los errores cometidos no son más que pequeñas lecciones que nos da la vida. Es de gran mérito correr sin caerse, pero este mérito es mayor si te levantas después de haber caído. Abre tu mundo a los demás, y date otra oportunidad. Disfruta la vida, que tan solo es un suspiro.

Ramiro Herrera Aranda:

Hermano, la vida no es fácil, y el empeño que se pone en cada una de las actividades realizadas es la diferencia entre el éxito y el fracaso. Mira siempre hacia adelante, lucha por lo que quieres y jamás bajas el rostro.

A la U.N.A.M. por la oportunidad que me brindó para realizar mis estudios profesionales, permitiendome alcanzar una de mis más importantes metas.

A los ingenieros Armando Aguilar Márquez, Soledad Alvarado Martínez, Jesús García Lira, y Enrique Cortés González, por el tiempo y la atención que dedicaron a la revisión de este trabajo.

Gracias al Dr. Julio Alberto Juárez Islas, que me aceptó como integrante de su grupo de investigación, proporcionándome el apoyo, la confianza, el conocimiento y la información necesaria para la realización del presente trabajo.

...y a todas aquellas personas, parientes y amigos que, a pesar de no convivir con ellas con la continuidad que yo desearía, me han otorgado su amistad y su confianza incondicionalmente.

Adriana Sánchez G.

Amparo Correa Aranda y Fam.

Cintha Arrazola Paniagua.

Dulce A.A. Reyes Herrera

Enriqueta Reyes Valdes

Ernestina Aranda Alcocer

M. Mec. Felipe Díaz del Castillo

Juan Carlos Alvarado Montejano

Lizbeth Sánchez

Miriam Yadira López

Oliver Ortiz Rodríguez

Ricardo Barrera

Verónica Patiño Cuevas

Alma Delia Vasquez G.

Araceli de la Rosa

Aurea Dalia Díaz Navarro

Eliana Vélez M.

Evelia Merino Villa

Familia Herrera Quiroz

Felipe López Juárez

José Luis Reyes Barragán

Mirna Elizabeth Maciel C.

Nancy Paredes Barajas

Raymundo Sánchez G.

Rocío Meza

CONTENIDO

Capítulo I. INTRODUCCION	1
Capítulo II. REVISION BIBLIOGRAFICA	3
2.1 Antecedentes	3
2.2 Aceros formables con alta resistencia	4
2.3 Qué es un acero IF?	10
2.3.1 Clasificación	12
2.3.2 Composición	13
2.4 Proceso de fabricación de un acero I.F.	20
2.4.1 Fundición	23
2.4.2 Desgasado al vacío	25
2.4.2.1 Remoción de carbono	30
2.4.2.2 Control de óxidos de hierro	33
2.4.2.3 Contenido de nitrógeno	34
2.4.3 Colada continua	35
2.5 Reacciones de precipitación que se presentan en un acero IF ...	40
2.5.1 Consideraciones generales	40
2.5.2 Diagrama de fase Hierro- Carbono (Fe-C)	40
2.5.3 Precipitación en la ferrita	43
2.5.4 Precipitación en la austenita	44
2.6 Procesamiento Termomecánico de un acero I.F.	48
2.6.1 Antecedentes	50
2.6.2 Descripción de los mecanismos que operan en un Proceso Termomecánico Controlado	52

2.6.3	Laminación controlada y enfriamiento acelerado	55
2.6.4	Efecto de los elementos de aleación en relación con la laminación controlada	60
Capítulo III.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	62
3.1	Fabricación del acero ultralimpio experimental	62
3.1.1	Fundición	63
3.1.2	Desoxidación	64
3.1.3	Desgasado al vacío	65
3.1.4	Ajuste de olla	66
3.1.5	Colada continua	68
3.2	Análisis metalográfico	70
3.2.1	Obtención de muestras experimentales	73
3.2.2	Preparación metalográfica	73
3.3	Cálculo de la temperatura de transformación $\alpha + \gamma$ a γ	76
3.4	Tratamientos térmicos de austenitización	80
3.5	Laminación en caliente	80
Capítulo IV.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	83
4.1	Características microestructurales del acero I.F.	83
4.1.1	En la condición de colada	83
4.1.2	Austenitizado a 1050°, 1150° y 1200° C	93
4.1.3	Laminado en caliente	108
Capítulo V.	CONCLUSIONES	126

GLOSARIO	122
REFERENCIAS	135
BIBLIOGRAFIA	137

CAPITULO I

INTRODUCCION

Los aceros son aleaciones de hierro y de otros elementos químicos (como por ejemplo carbono y nitrógeno), los cuales se dividen así mismos en varias fases cristalinas formando diferentes tipos de estructuras. Estas últimas son caracterizadas por los arreglos de las diversas fases que se forman, su fracción en volumen, su morfología, y su perfección. Como la mayoría de las partículas y estructuras formadas no pueden ser observadas por el ojo humano a simple vista, ya que son menores de 0.1 mm., se les ha dado el nombre de *microestructuras*.

El carbono y el nitrógeno son elementos que debido al tamaño tan pequeño de su radio atómico ($r_N = 0.75 \text{ \AA}$; y $r_C = 0.91 \text{ \AA}$), pueden situarse en los *intersticios* o espacios interatómicos del hierro, por lo que son llamados *elementos intersticiales*.

En los aceros, el hierro es el componente que se encuentra en mayor cantidad, siendo también el carbono un elemento cuyo contenido es relativamente alto en la mayoría de ellos (hasta 2.0 % en peso). Sin embargo, algunas aleaciones contienen una cantidad muy pequeña o casi nula de este elemento, entre ellas encontramos al *Acero Libre de Elementos Intersticiales (I.F. Steel)*.

El acero IF es uno de las más recientes aleaciones que han sido desarrolladas en el extranjero bajo un proceso especial, en las que se obtiene una combinación de dos propiedades: una alta formabilidad junto con una elevada resistencia (calidades que se obtienen por la precipitación, o segregación, de cierto tipo de partículas microscópicas,

llamadas precipitados, en toda su estructura, así como de la presencia de un tamaño de grano fino). Estas características son muy importantes dentro de la industria automotriz, ya que en ésta se consumen grandes cantidades de acero de este tipo.

En años recientes se han tenido dos desarrollos importantes para mejorar la calidad de los aceros actualmente empleados (aceros H.S.L.A.). Uno de estos avances es la implantación de un proceso que combina la desgasificación al vacío con una agitación del acero líquido para acelerar la descarburización, hasta llegar a un contenido de 30 ppm. El segundo es el empleo de un recocido continuo a la salida del proceso de laminación para reacomodar la estructura y obtener las propiedades ya mencionadas. Estos dos procesos son básicos e indispensables para la obtención de un acero IF.

Así pues, el presente trabajo tiene como finalidad presentar la información obtenida hasta este momento, en la investigación de las principales características del primer Acero Libre de Elementos Intersticiales fabricado por una empresa mexicana, en su condición de colada, austenitizado a tres diferentes temperaturas, y laminado en caliente.

Con el objeto de obtener una información lo más completa posible, se empleará el equipo más avanzado, bajo las técnicas de experimentación más modernas existentes en México. Entre ellas se encuentra la Microscopía de Barrido de Electrones (S.E.M.), que nos permitirá analizar características cuya resolución sea dimensionada en micrómetros. También se utilizará la técnica de Microscopía de Transmisión de Electrones (T.E.M.), con la cual se podrán hacer observaciones de partículas mucho más pequeñas (nanométricas). Estas dos técnicas son las más adecuadas para llevar a cabo el objetivo establecido.

CAPITULO II

REVISION BIBLIOGRAFICA.

2.1 ANTECEDENTES.

La industria siderúrgica mundial ha mejorado paulatinamente la calidad del acero, disminuyendo de igual forma sus costos de producción, con el fin de competir en el mercado internacional , y asegurar su posición. Así pues, la mayoría de las industrias en este ramo están introduciendo nuevos productos, o mejorando los que tienen en producción con el propósito de cumplir con las normas oficiales establecidas, y así mismo, con las de los consumidores. Este desarrollo y/o mejoramiento y comercialización de los aceros se ha debido principalmente a la aplicación de métodos modernos de producción. Lo anterior trae como consecuencia que la industria siderúrgica nacional sea objeto de transformaciones (nuevas alternativas tecnológicas) motivadas, por un lado, por el alto nivel de competencia tecnológica que se ha impuesto en el mercado mundial del acero, y por el otro, debido a que los aceros al carbono comunes que ahora predominan en la oferta nacional están sumamente castigados por una estructura mundial de precios bajos, y a la baja. Su demanda en el mercado internacional es escasa y podría ser que en un futuro no muy lejano los consumidores nacionales optaran por los aceros de mayor contenido tecnológico disponibles en el extranjero. Un ejemplo de avance tecnológico lo presenta el desarrollo de aceros microaleados para forja (bajo y medio carbono), con estructura ferrítica/perlítica. Estos aceros han despertado gran interés en la industria automotriz, debido a que serán empleados para fabricar muchos de los componentes que en ella se utilizan. Estos productos tendrán altos valores de resistencia

a la tensión y de tenacidad (con una estructura compuesta por bainita inferior y carburos autorevenidos), por lo que ya no será necesaria la aplicación de tratamientos térmicos (recalentamiento, templado y revenido), eliminando el costo tan elevado que ellos implican. Tradicionalmente, estos aceros se han fabricado en plantas de aceros especiales, debido al considerable contenido de elementos de aleación que requieren (cromo, molibdeno y níquel, principalmente). También se han desarrollado nuevas técnicas de fabricación (y caracterización microestructural), de aceros formables con alta resistencia. Estos aceros han llamado poderosamente la atención de las industrias acereras debido a que combinan propiedades mecánicas importantes, como lo son: la alta resistencia a la tensión, una elevada ductilidad y tenacidad, y además, una muy buena soldabilidad.

2.2 ACEROS FORMABLES CON ALTA RESISTENCIA.

El acero formable está representado por los productos de láminas, formados a presión (forja, estampado, repujado, etc.). Las láminas de acero con bajo contenido de carbono son comúnmente empleadas para el formado de diversos productos industriales y de consumo, en parte, debido a su resistencia y fácil manipulación, a un costo moderado. Estos aceros contienen menos del 0.15% de C y menos de 1% total de aleantes (es posible añadirles cantidades controladas de Ti, Si, Nb o AL, ya sea para la desoxidación o para el desarrollo de ciertas propiedades). Los elementos residuales como el azufre, cromo, níquel, molibdeno, nitrógeno y fósforo son limitados tanto como es posible. Sin embargo, no son los factores anteriores sino la capacidad de la lámina de acero para ser doblada, o estampada dentro de contornos intrincados, la que es

responsable del aumento en su uso. Una operación de doblado o formado exitosa depende de la formabilidad de la placa, diseño de la parte y maquinado, condición superficial de la lámina, y de la velocidad del formado a presión. Si alguna pieza es fabricada con lámina de acero, los requerimientos de formado de ésta, deberán ser considerados como la *capacidad de formado del acero*. Las láminas deberán deformarse permanentemente para obtener la forma deseada. Este proceso comprende el doblado local o general, estampado, o varias combinaciones de éstos métodos.

Son varios los descriptores de calidad aplicados a los productos de lámina de acero. Calidad, es un término empleado para expresar la *mínima característica de formado de una lámina de acero, sin implicar la excelencia de material*¹. Las láminas de aceros formables roladas en frío se han clasificado formalmente, en función de su valor de Lankford (r_m)^{*} y de su elongación total, en cuatro categorías (fig. 1).

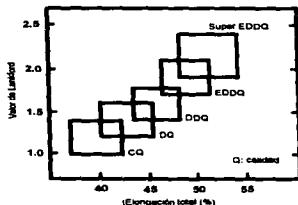


Figura 1. Clasificación de los aceros formables en función de su calidad.

CQ = c. comercial ; DDQ = c. de estampado profundo.
 DQ = c. de estampado ; EDDQ = c. de estampado extraprofundo.

^{*} El valor de Lankford (r_m), describe la resistencia de la lámina de acero a estrecharse durante la operación de formado y comúnmente representa la anisotropía plástica normal de la placa de acero. Es calculado mediante la siguiente ecuación: $r_m = (r_0 + 2r_{45} + r_{90})/4$, donde r_n es el valor de r a 0, 45 y 90° con respecto a la dirección de laminación.

Recientemente un acero con el grado de SEDDQ (calidad de super estampado extraprofundo), ha sido demandado por la industria automotriz, por exigencia de los consumidores; de tal manera que hoy en día se requieren láminas de acero con valores de $r = 2.0$ y una elongación superior al 50%. Debido a lo anterior se han desarrollado aceros con alta resistencia para aquellas aplicaciones en las que se requiere de un incremento en la resistencia, o una disminución en el peso, aunado a una buena formabilidad, dentro de los cuales encontramos los siguientes:

a) Aceros efervescentes (Rimmed Steel).

Llamados así debido al efecto de efervescencia causado por la salida del gas durante la solidificación en el molde. Tienen buena formabilidad. Su calidad comercial es estándar. La calidad de estampado es producida bajo niveles de tolerancia estrictos, y es adecuado para los procesos de doblado.

b) Acero calmado con aluminio (Al - Killed).

Este tipo de acero es desoxidado con aluminio, y posiblemente también con silicio. Al emplear aluminio como desoxidante se obtiene un acero muy limpio, con calidad especial de estampado.

c) Aceros de Baja Aleación y Alta Resistencia, (High Strength-Low Alloy, HSLA).

Son aceros de muy bajo contenido de carbono, endurecidos por las combinaciones de refinamiento de grano y de precipitación causada por una pequeña cantidad de elementos de aleación (microaleado). Su principal característica es su alta resistencia.

d) Aceros libres de elementos intersticiales.

Estos tipos de aceros son desgasados al vacío para reducir el nivel de elementos intersticiales (Carbono, Nitrógeno, y Oxígeno), que contienen. Es comúnmente procesado para obtener altos valores de r_m (cercaos a 2.0).

Antiguamente, se desarrollaron una gran variedad de aceros con alta resistencia (HSS). Estos aceros fueron del tipo SAFC-E, SAFC-R, SAFC-D y SANC, y presentaban valores de r_m entre 1 y 2; y una relación de Y.S/T.S de 0.4 a 0.8 (fig.2). Dentro de los aceros HSS laminados en frío están los aceros refosforados SAFC-R y los BH (endurecidos por cocimiento). Los aceros SAFC-RB, son aceros bainíticos y bifásicos y se les emplea en la fabricación de paneles. Los aceros SAFC-D se utilizan para fabricar refuerzos. Los aceros IF-HSS, SAFC-E, son aceros libres de elementos intersticiales endurecidos por la adición de P y Mn, cuyo proceso de fabricación es similar a los IFYULBC (aceros bainíticos de ultra bajo carbono).

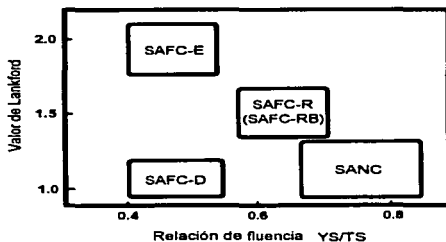


Figura 2. Clasificación de aceros con alta resistencia (HSS).

En las últimas tres décadas, los aceros HSLA se han establecido como materiales ideales para una gran variedad de aplicaciones, entre estas: como aceros estructurales o de concreto reforzado, en la fabricación de barcos, recipientes a presión, plataformas petroleras y tuberías de hidrocarburos, dónde se suelda a gran escala y las estructuras terminadas se someten a muchos ciclos de fatiga y a la corrosión. En los aceros al carbono las propiedades mecánicas ya mencionadas suelen estar en conflicto; esto se debe a que la alta resistencia sólo puede incrementarse a costa de las demás, en especial de la soldabilidad.

Desde el punto de vista de procesado y aplicación, el contenido de impurezas no es ignorado. Así, por ejemplo, la reducción en el nivel de carbono se realiza con el fin de mejorar ciertas propiedades; las cuales van desde la soldabilidad hasta la formabilidad de las laminas. La reducción del contenido de fósforo ha disminuido la frecuencia de fractura en la zona afectada por el calor, en placas que han sido soldadas. La disminución en la cantidad de azufre ha sido benéfica en todos los aceros HSLA, excepto para los productos especializados donde este elemento mejora la maquinabilidad. Probablemente el ejemplo más sorprendente en la reducción de impurezas (en el campo de los aceros microaleados), son los modernos aceros libres de elementos intersticiales; los cuales se están aplicando en la industria automotriz, donde un excelente estampado profundo es necesario.

Sin contar el carbono y manganeso, el uso de microaleantes para mejorar la resistencia a la tensión y la tenacidad, no fue un accidente, sino el resultado de una investigación sistemática. Se ha reportado que añadiendo de 200 a 400 ppm de niobio se

logró suplir en gran parte el papel del carbono como endurecedor, y que agregando de 150 a 200 ppm de titanio se pudo eliminar el efecto del nitrógeno (esto debido a la gran afinidad de estos elementos a alta temperatura). Los elementos microaleantes (B, Nb, V, Ti), influyen las propiedades de los aceros laminados en caliente, principalmente a través de un refinamiento de grano. Las propiedades de los aceros microaleados HSLA pueden manipularse ampliamente, mediante cambios en los parámetros del proceso de laminado en caliente (temperatura de recalentamiento, deformación acumulada a temperaturas menores de ~ 900 °C y temperatura final de laminación). La importancia de tales factores se debe a que, durante la laminación, la capacidad de recristalización de los granos de austenita, después de cada incremento en la deformación, está limitada por la presencia de los elementos microaleantes en solución sólida, o como dispersoides. En la laminación controlada, el uso de niobio (~ 200 ppm) para prevenir la recristalización de la austenita, es un prerequisite. Al añadir pequeñas cantidades de titanio ($\sim 0.015\%$) se asegura un grano relativamente fino, durante el recalentamiento de las placas.

Con los aceros microaleados de diseño especial se ha logrado sustituir a los aceros aleados, que tienen mayores costos de fabricación a causa del elevado consumo de ferroaleaciones. Los procesos de temple y revenido también han sido eliminados, ya que estos aceros únicamente requieren de un adecuado control termomecánico durante el proceso de forja y de enfriamiento.

2.3 QUE ES UN ACERO IF.?

El acero microaleado libre de elementos intersticiales (denotado como IF), es un tipo de acero que posee una concentración muy baja de elementos intersticiales (carbono + nitrógeno $<< 30$ ppm). Algunos elementos que contiene, tales como el azufre y el fósforo, también se mantienen con niveles bajos (0.005%, aprox.). Esta aleación es lo más reciente en el desarrollo de aceros que poseen una excelente formabilidad y buen estampado profundo². Se ha aceptado completamente que, disminuyendo el nivel de carbono y nitrógeno presente en solución sólida con la ferrita, se contribuye a mejorar marcadamente la formabilidad de las placas recocidas y laminadas en frío³.

El primer acero ferrítico sin elementos intersticiales disueltos (carbono, C, y nitrógeno, N), fue formulado y fabricado en 1970. A este material se le dió el nombre de **acero IF** (Interstitial Free), y se distinguió por tener excelentes propiedades mecánicas, adecuadas para ser laminado en frío. Al ser comparado con los aceros convencionales, se observó que este acero ofrecía una óptima deformabilidad en frío, un excelente endurecimiento por deformación y una alta resistencia al envejecido. Lo anterior se obtuvo al agregar niveles estequiométricos de niobio y titanio, los cuales estabilizaron al C y al N como carburos y nitruros, respectivamente. Sin embargo, debido a que el proceso de fabricación, involucró facilidades de vacío y el uso de elementos de aleación caros, y como el contenido total de elementos intersticiales en los aceros comerciales era alto (300 ppm), el costo del proceso fue muy elevado. La adopción del proceso de desgaso al vacío facilitó la producción de aceros con menos de 30 ppm de C + N, marcando con ello la introducción de la tecnología de los aceros microaleados IF^{4, 5}.

2.3.1 Clasificación.

Los aceros ultralimpios (IF) se dividen en tres grupos generales, dependiendo del (los) elemento(s) estabilizador(es) empleado(s).

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
Acero IF	+ Ti	+ (Nb-Ti)	+ Nb

En los aceros IF estabilizados únicamente con titanio, éste elemento (Ti) se combina con el nitrógeno y el azufre, antes que con el carbono. Cuando se añade titanio y niobio, el primero deberá estar en cantidad suficiente para que reaccione con el nitrógeno y el azufre, mientras que el carbono reaccionará con el niobio. Cuando únicamente se utiliza niobio, el carbono se combina con éste, mientras que el aluminio estabiliza al nitrógeno. En este caso, el azufre presente reacciona con el manganeso.

Recientemente, los aceros IF estabilizados con Ti, han sido desarrollados y utilizados ampliamente en la industria automotriz, debido a la buena deformabilidad en frío y alta resistencia a la tensión que poseen (bake-hardenable steel - BH). Generalmente un acero BH tiene una pequeña cantidad de carbono y nitrógeno (décimas de ppm), y es controlado para retener pocas ppm de C en estado soluble mediante una cantidad de Ti y por recocido a una temperatura conveniente.

2.3.2 Composición química.

La composición química de los aceros IF deberá ajustarse para satisfacer los diferentes requisitos que demandan las láminas de acero. Los parámetros más importantes, que tienen influencia sobre las propiedades mecánicas son:

- i) La transformación γ / α .
- ii) El estado de precipitación, recristalización y las características de difusión entre el sustrato y el recubrimiento.

Las propiedades que se buscan incluyen la calidad superficial, adherencia y abrasión (en el caso de superficies recubiertas), y resistencia al amoldamiento durante el esmaltado.

Las tecnologías utilizadas en la industria del procesamiento del acero y los requisitos de servicio del producto final, hicieron necesaria la adaptación de la composición química de la lámina para la cual iba a usarse. Este diseño de producto orientado fue una contribución muy importante, en el uso en gran volumen de los aceros IF en todo el mundo, aceptando ampliamente el empleo de los aceros IF con las siguientes composiciones: IF+[Ti+Nb], IF+Nb, IF+Ti a partir de 1989 a la fecha⁶. De acuerdo con la literatura especializada⁷, la composición química de algunos aceros libres de elementos intersticiales se han desarrollado, y que se continúan estudiando tanto en centros de investigación, como en la industria son expuestas en la tabla 2.

Tabla 2. Composición química de los aceros IF reportados en la literatura (wt%).

Aleac.	C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Nb	B	Ni
1	0.0040 0.0040	0.19 0 0.260		0.0040 0.0050	0.0030 0.0060	0.022 0.047	0.049 0.012	0.005 0.049	0.0030	0.0060
2	0.0070 0.0080	0.130 0.160		0.0060 0.0070	0.0080 0.0100		0.034 0.120	0.014 0.031		0.0060 0.0070
3	0.0021	0.140	0.020	0.0040	0.0026	0.04 sol.	0.090	0.010		0.0019
4	0.0040 0.0042	0.150 0.160	0.008 0.010	0.0070	0.0100 0.0130	0.043 sol.	0.068 0.078	0.003 0.004		0.0017 0.0022
5	0.0021 0.0035	0.140 0.240	0.002 0.026	0.0090 0.0980	0.0080	0.011 0.045	0.024 0.054	0.010 0.041		0.0031 0.0039
6	0.0020	0.160	0.068	0.0020	0.0020	0.005 sol.	0.054	0.025		0.0024
7	0.0030 0.0037	0.014 1.200	0.020 0.030	0.0130 0.0520	0.0050 0.0070	0.027 0.039 sol.	0.070 0.080	0.050 0.060	0.0007	0.0027 0.0028
8	0.0005 0.0010	0.050 0.060	0.001 1.520	0.0010	0.0010	0.019 0.045 sol.	0.071 0.780			0.0027 0.0061
9	0.0030 0.0060	0.008 0.017		0.0070 0.0760		0.028 0.041	0.033 0.089	0.021 0.028	0.0008	0.0020 0.0040
10	0.0019	0.130	0.010	0.1400		0.410	0.460	0.001	0.0010	0.0260
11	0.0016 0.0027	0.140 0.170	0.004 0.005	0.0100 0.0122	0.0060 0.0100	0.032 0.038	0.019 0.064	0.014		0.0032 0.0037
12	0.0040	0.016		0.0110	0.0100	0.049		0.034		0.0030
13	0.0018	0.016	0.001	0.0040	0.0046	0.020	0.041			0.0370
14	0.0024 0.0038	0.050 1.520		0.0050 0.0700	0.0070	0.021 0.044	0.038 0.046			0.0015 0.0030
15	0.0030 0.0037	0.140 1.200	0.020 0.030	0.0130 0.0520	0.0050 0.0070	0.027 0.039	0.070 0.080	0.050 0.060	0.0007	0.0027 0.0028
16	0.0014	0.013		0.0080	0.0030		0.050		0.0300	0.0015

A partir del análisis de las composiciones químicas de los aceros ultralimpios reportados en la literatura y resumidos en la tabla 1, se observa que las composiciones químicas de estos aceros pueden clasificarse, dependiendo de su(s) elemento(s) estabilizador(es), en los siguientes grupos.

Tabla 3. Aceros IF + Ti (composición promedio).

Elemento	wt%, mín.	wt%, máx.	Elemento	wt%, mín.	wt%, máx.
C	0.0005	0.0027	S	0.0001	0.0070
Mn	0.0500	0.1800	Al	0.0190	0.0480
Si	0.0010	0.0060	Ti	0.0030	0.0100
P	0.0010	0.0040	N	0.0015	0.0061

Tabla 4. Aceros ultralimpios + Nb-Ti (composición promedio).

Elemento	wt%, mín.	wt%, máx.	Elemento	wt%, mín.	wt%, máx.
C	0.0040	0.0080	Al	0.0190	0.0600
Mn	0.1300	0.2600	Ti	0.0040	0.0120
Si	0.0080	0.0680	Nb	0.0140	0.0050
P	0.0010	0.0040	N	0.0017	0.0061
S	0.0001	0.0070	---	---	---

A estos dos grupos de aceros ultralimpios (Ti y Nb-Ti), algunas veces, se les hacen adiciones de boro, (de 3 a 7 ppm).

El titanio es añadido con la finalidad fijar los elementos intersticiales, tales como carbono y nitrógeno, lo cual mejora considerablemente el valor de Lankford (r_m)⁸. La cantidad crítica de titanio, necesario para obtener un excelente valor de r_m (2 a 3), puede expresarse de acuerdo con las siguientes ecuaciones, debido a que se asume que la mayoría del azufre, nitrógeno y carbono son estabilizados como compuestos de titanio⁹:

$$Ti^*(\%) = Ti(\%) - (48/32)S(\%) - (48/14)N\% \quad (1)$$

$$[Ti](\%) = Ti^*(\%) - (48/12)C(\%) \quad (2)$$

$$Ti^*/C \gg 1: TIC(\%) = [(48+12)/(12)C(\%)] \quad (3)$$

$$Ti^*/C \ll 1: TIC(\%) = [(12+48)/48]Ti^*(\%) \quad (4)$$

Ti = titanio en solución ; TIC = titanio en precipitados ; Ti* = cantidad de titanio efectivo.

H. Takechi¹⁰, ha reportado que los aceros IF presentan una elongación máxima de 53%, cuando la cantidad de titanio se aproxima al 0.01 wt%. Este valor de elongación se deteriora a medida que el contenido de titanio se incrementa. Sin embargo, la velocidad de deterioro de la elongación es menos acentuada en los aceros IF con Nb. En el caso de los aceros IF con [Nb+Ti] (i.e. 0.01% Nb + 0.005% Ti), estos presentan excelentes valores de ductilidad y del valor de r_m .

En los aceros al Nb-Ti, el carbono en forma de NbC aumenta, pero como TiC disminuye, a medida que se eleva el contenido de Nb. La adición mínima de Nb, empleada para fijar al carbono en los aceros laminados en caliente, hace que el tamaño de grano en el producto final llegue a un máximo, dando el mejor balance entre los valores de elongación y de r_m . Las temperaturas de recristalización de los aceros IF con Nb y Nb+Ti son de 30 a 40°C más altas que las de los aceros IF con Ti. En el caso de los aceros IF+[Nb+Ti], el nitrógeno se fija con el titanio, necesitando alrededor de 0.006% de Ti para fijar 150 ppm de N. El aluminio y el niobio son también útiles para fijar al nitrógeno. Sin embargo, el TiN tiende a precipitar a temperaturas más elevadas que las del AlN o el NbN, con una pequeña densidad de precipitados, lo que previene el deterioro de la elongación. De lo anterior, se ha concluido que las adiciones de titanio son preferibles para fijar el nitrógeno, desde el punto de vista de la conservación de la ductilidad del producto final.

Se sabe que el NbC, precipita en las láminas deformadas en caliente, lo cual es muy útil para controlar el tamaño de grano, y para cambiar las texturas obtenidas mediante la laminación en frío, formando texturas de recristalización favorables para los valores de r_m , de los productos finales. Sin embargo, cuando la cantidad de precipitados de NbC es muy grande, el tamaño de grano durante el recocido, tiende a ser más fino y el valor de la ductilidad se deteriora. La cantidad de Nb necesaria para controlar la textura es de 0.007%, aproximadamente, y de 10 ppm para fijar al carbono, como NbC. El carbono remanente (10 ppm, aprox.), será fijado por un 0.004% de Ti. De acuerdo con esto, de la cantidad mínima de Ti (0.010%), el 0.006% se consume para fijar al N, y el 0.004% restante es utilizado para fijar al C, en el caso de la adición simultánea de Nb-Ti.

Los aceros al Ti se han fabricado y utilizado ampliamente en forma de lámina de acero endurecido por hornéado (BH), debido a su buena formabilidad y alta resistencia. Por lo general, un acero BH contiene una pequeña cantidad de carbono y nitrógeno; la cual es controlada mediante la adición de un poco de Ti, y recociendo a una temperatura conveniente, con el propósito de retener unas cuantas ppm de C en solución. Sin embargo, el control de la precipitación no es fácil, debido al bajo nivel de elementos intersticiales, y a que los precipitados de estos últimos son enormemente afectados por los tratamientos térmicos.

En los aceros al Ti, algunos sulfuros, tales como el sulfuro de manganeso (MnS), el sulfuro de titanio (TiS) y el carbosulfuro de titanio ($Ti_4C_2S_2$), precipitan junto con el carburo de titanio (TiC) y el nitruro de titanio (TiN), especialmente el $Ti_4C_2S_2$; el cual precipita durante el recalentamiento de los planchones, jugando un papel importante en el control de los átomos de soluto de carbono. La estructura cristalina de este último elemento fue estudiada en primera instancia por Kudielka y col's.¹¹ y Lui¹², quienes identificaron en los aceros microaleados, un sulfuro precipitando con titanio como $Ti_4C_2S_2$ y no en forma de Ti_2S . En base a estos estudios, se sabe que en los aceros al Ti, existen varios tipos de precipitados (TiN, $Ti_4C_2S_2$, TiS y TiC), los cuales afectan significativamente las propiedades mecánicas¹³. Con respecto al comportamiento de la precipitación de estos compuestos, muchas investigaciones se han llevado a cabo¹⁴, identificando los productos de solubilidad, casi en su totalidad¹⁵. En contraste con esos precipitados, el número de estudios sobre el comportamiento de precipitación de los sulfuros y su influencia sobre las propiedades mecánicas de los aceros al Ti es limitado.

En los aceros IF donde el carbono residual así como el nitrógeno en solución han sido removidos en forma de precipitados mediante la adición de Ti y/o Nb, los contenidos atómicos de estos dos elementos deben ser mayores a los primeros, debido a que el carbonitruro es, por lo común, un compuesto estequiométrico con una relación de 1:1. Sin embargo, el comportamiento de la precipitación durante el proceso de producción (el laminado en caliente, el recocido, etc.), influyen enormemente las propiedades de las láminas de acero IF. Por ejemplo: se sabe que las condiciones de los precipitados y carbono en solución en bandas, así como el tamaño de grano y la textura ¹⁶, cambian durante el recalentamiento del planchon¹⁷, el laminado en caliente¹⁸, y las temperaturas de enrollado.

2.4 PROCESO DE FABRICACION DE UN ACERO IF.

La ruta para la fabricación de acero IF adoptada por muchas industrias siderúrgicas japonesas, a grandes rasgos involucra la obtención de arrabio en **Alto Horno**, una **Refinación Primaria** en un convertidor, seguida por un **Desgasado al Vacío** (descarburización, adición de aleantes), y al final la **Colada Continua** del acero¹⁹ (fig.3).

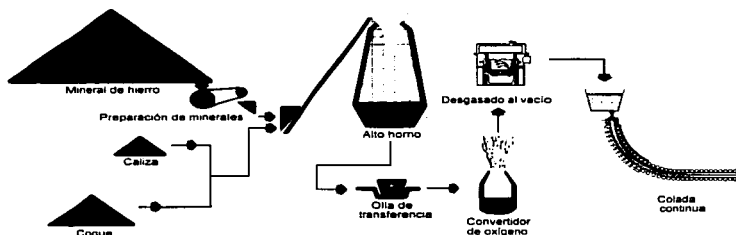


Figura 3. Esquema general del proceso de fabricación de acero IF, en el Japón.

Los primeros equipos utilizados para el refinamiento de los aceros IF son : el **BOF**, en el cual durante todo el proceso se inyecta oxígeno desde la parte superior, a través de una lanza enfriada por agua (fig.4a); el proceso **Q-BOP**, donde el oxígeno es alimentado por la parte inferior, a través de toberas (fig.4b); y el proceso intermedio (híbrido de los dos anteriores), llamado **K-BOP**²⁰, en el cual se realiza la alimentación del gas por la parte superior y la inferior (fig. 4c). Este proceso difiere de los otros dos en el tipo de gas inyectado por el fondo.

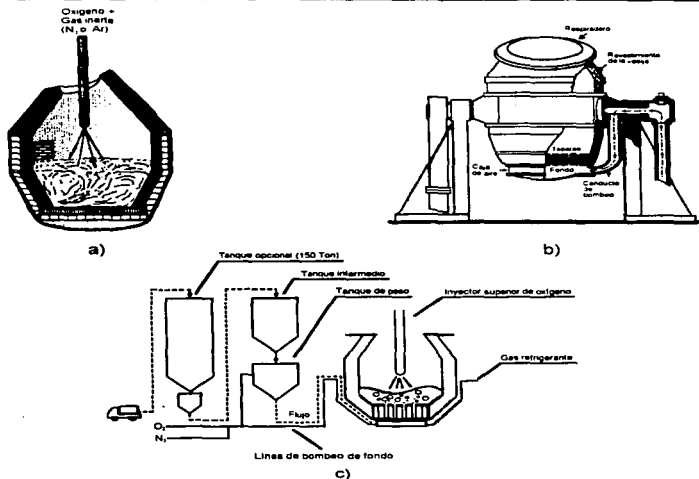


Figura 4. Esquema de los convertidores: BOF (a); Q-BOP (b); y K-BOP (c)

Hoy día, una parte de la producción total de aceros se realiza por la ruta: Horno Eléctrico - Horno-Olla - Desgasado al vacío - Colada Continua, en el cual se tiene una reducción en el costo de fabricación. La mayoría de los aceros especiales son fundidos en un horno de arco eléctrico, ya que en este equipo es fácil obtener aceros con porcentajes de fósforo y azufre muy bajos (elementos que reducen sensiblemente la calidad de la aleación). El desgasado en vacío es particularmente adecuado para la producción de aceros inoxidable especiales que requieren de bajos contenidos de carbono, nitrógeno e hidrógeno.

2.4.1 Fundición .

Los aceros que han de contener un porcentaje particularmente elevado de diversos metales de aleación se elaboran exclusivamente en el horno de arco eléctrico (EAF). Algunos aceros ordinarios al carbono y de baja aleación también se producen con este procedimiento. En dicho horno, el acero se funde por el calor de un arco eléctrico (en realidad una chispa continua, que provee una temperatura de unos 1800°C). Este horno no necesita ni combustible ni aire y, en consecuencia, es posible controlar la cantidad de oxígeno que entra en él. Así, el contenido de oxígeno del acero se mantiene al mínimo. Además pueden agregarse costosos elementos de aleación sin mucha pérdida por oxidación, o combinación con el oxígeno.

El horno eléctrico común es un recipiente de acero semejante a una enorme tetera totalmente revestida con ladrillos refractarios. Su capacidad oscila entre 5 y 300 toneladas. Tres electrodos de carbón pasan a través de la parte superior en forma de cúpula, hasta el horno, llevando la corriente a la carga de acero. Cada electrodo se alza o se baja independientemente de los demás. En general, cuanto más cerca de la carga están los electrodos, tanto mayor será el calor que producen. A un costado del horno hay una puerta de carga. El horno puede inclinarse para verter el acero fundido y la escoria a través de este pico.

Los EAF, tienen características de instalación más sencillas y menos costosas que las de cualquier otro horno utilizado para fabricar acero. Es cargado con chatarra limpia, acero y escoria, piedra caliza y posiblemente antracita o electrodos rotos, como una

fuente de carbono; pudiéndose añadir únicamente hierro esponja al 100%. El níquel y molibdeno, cuando son requeridos, se agregan con la chatarra. En estos hornos, después de eliminar la primera escoria oxidante, es posible conseguir un ambiente reductor con escoria básica que prevenga la sobreoxidación del baño; esto permite obtener aceros muy limpios y con pocas inclusiones. La inyección de oxígeno en el baño fundido, acelera la oxidación de las impurezas, principalmente la eliminación del carbono y reduce el periodo oxidante. La figura 5 muestra el esquema de un horno de arco eléctrico.

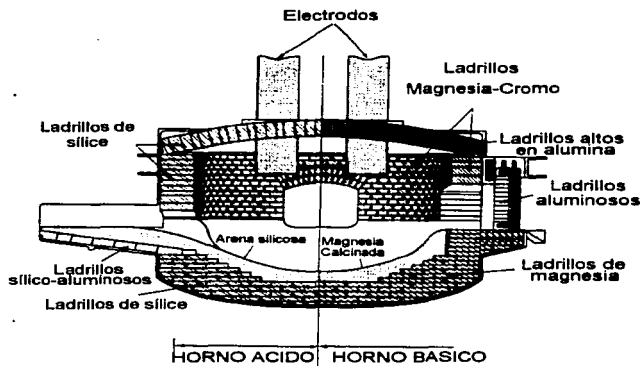


Figura 5. Esquema de un horno de arco eléctrico (EAF).

2.4.2 Desgasado al vacío.

El desgasado en vacío fue el primer proceso que se integró como continuación del proceso de refinación primaria, en la fabricación del acero. Los desgasadores fueron introducidos en un principio para controlar el nivel de hidrógeno. Sin embargo, se observó que era posible darle otras aplicaciones, como por ejemplo, la fabricación de aceros más limpios.

Existen tres tipos principales de desgasadores²³:

a) Desgasador de chorro.

El desgasador de chorro se ha empleado en una gran variedad de configuraciones. El desgasado con sangrado, por ejemplo, es un método en el cuál el horno es sangrado en una vasija pequeña, la cual permanece en un tanque de vacío dentro de una segunda olla. El chorro de gas es inyectado, mediante una lanza colocada en la parte superior de la cámara de vacío, sobre la olla que contiene el acero provocando una fina dispersión de gotas, lo que proporciona un desgasado muy efectivo. En la punta de la boquilla de inyección se coloca un dispositivo limitador hecho de refractario, el cual es usado para asegurar que el chorro de gas entre limpiamente en la olla. Aunque los desgasadores de chorro son muy eficientes para el desgasado, su aplicación es muy limitada.

b) Desgasador de tanque.

En este equipo, la olla con el acero líquido permanece en el interior del tanque de vacío, y es agitado con un chorro de un gas inerte, mientras que los gases generados por la reacción son evacuados mediante vacío (fig. 6). Una de sus características particulares es que, al agitar vigorosamente el baño, se promueve la mezcla de la escoria con el metal líquido, reduciendo las pérdidas de hierro. Así, para una velocidad dada del flujo de gas, la energía de agitación aumenta tanto como la presión dentro del desgasador se reduce. El coeficiente de transferencia de masa para la desulfurización es una función de la energía de agitación, es decir, que para un flujo de gas, la velocidad de desulfurización se incrementa cuando la agitación también lo hace. En este equipo no se presentan problemas de oxidación por la exposición de la superficie del metal en el interior del desgasador.

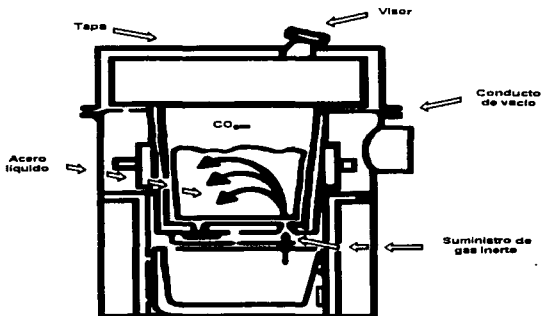


Figura 6. Desgasador de tanque.

c) Desgasadores de recirculación .

En los desgasadores de recirculación la cámara de vacío, que es prácticamente una tapa, es posicionada, ajustada y sellada en el borde de la vasija.. Dicha cámara puede tener uno o varios "snorkels", los cuales son sumergidos en el metal líquido, contando, además, con un conducto de escape empleado para la evacuación de los gases producidos por la reacción.

Existen dos tipos principales:

- a) El desgasador **Dortmund-Hörder (DH)**, el cual posee un solo "snorke" , y que opera por succión repetida del metal líquido dentro de la cámara de vacío, reintroduciendolo posteriormente a través del mismo conducto (fig. 7).

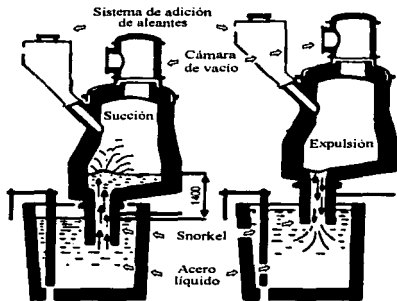


Figura 7. Desgasadores de recirculación Dortmund-Hörder.

- b) El desgasador **Ruhrstahl-Heraeus (RH)** (fig. 8), tiene dos boquillas que se introducen en el hierro fundido, las cuales son cubiertas por una placa metálica con forma cónica, y son empleadas rompedores de escoria al inicio de la operación, evitando que ésta penetre en la cámara de vacío. El metal líquido se hace circular dentro de la cámara mediante un chorro de gas argón suministrado por la parte más baja del conducto de entrada, lo que induce un flujo ascendente en esta sección, y una expulsión en el otro conducto (salida). En este equipo, la cubierta de escoria permanece virtualmente sin cambio, de tal forma que la desulfuración no es posible. Sin embargo, se ha desarrollado un método en el cual, mediante la refinación de la escoria infiltrada en la cámara, se obtiene una desulfurización mayor del 80% .

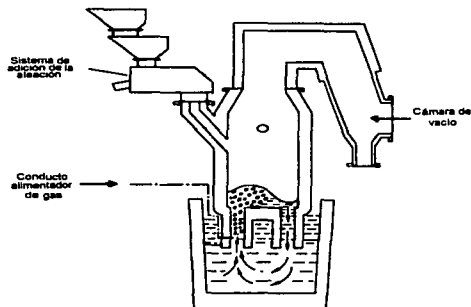


Figura 8. Desgasador de recirculación Ruhrstahl-Heraeus.

El tipo más común de desgasador utilizado en Japón y América del Norte es el **RH**. Ejemplos de este tipo de desgasador son el RH en Armco's Middletown Works y el VCP en LTV's Indiana Harbor Works ²⁴. Una reciente modificación hecha a los desgasadores de recirculación, es la inyección de oxígeno durante la descarburización. Este cambio tiene la finalidad de promover una descarburización más rápida. El oxígeno se inyecta al acero líquido a través de las boquillas anulares del gas de protección (argón o nitrógeno). Este tipo de desgasador es conocido como un *RH-OB* o *VCP-O*, uno de los cuales ha sido instalado en Inland Steel ^{23, 25}. El gas utilizado para proteger las boquillas de oxígeno, proporciona una agitación adicional y ayuda a alcanzar velocidades de descarburización más altas. Cuando la capacidad de inyección de oxígeno no se utiliza, en su lugar se inyecta argón. El Modelo matemático hecho en Hoogovens Work ²⁷, demostró que el tiempo de descarburización en el proceso RH-OB es 30% menor que en el desgasador RH.

2.4.2.1 Remoción de carbono.

La efectiva descarburización del acero líquido es uno de los factores más importantes que se toman en cuenta durante la fabricación de un acero ultralimpio. Esto se debe a que el contenido de carbono determina las propiedades del producto final y el costo de producción relacionado con las adiciones de Ti y Nb.

Sin importar el tipo de desgasador empleado, la remoción de carbono ocurre mediante la reacción del oxígeno insuflado con el carbono disuelto en el acero líquido (produciendo monóxido de carbono y dióxido de carbono), lo que se expresa como:



donde la velocidad de descarburización está determinada por la velocidad del oxígeno alimentado; pudiendo observarse que, mediante la reducción de la presión parcial de monóxido de carbono a través de la evacuación, la ecuación (5) es forzada hacia la derecha, promoviendo de esta forma la descarburización ⁸.

La duración del ciclo de desgasado depende del nivel de carbono que se tiene en el acero líquido al inicio del proceso, así como de la velocidad de desgasado del equipo.

Kondo, ha mostrado que para un desgasador tipo RH, la velocidad de descarburización aumenta al elevarse *la velocidad de circulación* y *la velocidad de flujo de argón*.

La capacidad de incrementar la *velocidad de flujo del argón*, está limitada por la cantidad de salpicaduras que se presenten dentro del desgasador, ya que cuanto mayor sea la cantidad de salpicaduras, más será el acero acumulado dentro del desgasador, lo que acarrearía severos problemas. *La velocidad de circulación* del metal está limitada por el diámetro interno de la buza*. Un diámetro mayor de la boquilla permitirá una mayor velocidad de circulación del metal y, por lo tanto, un aumento en la velocidad de descarburización. En la práctica, se logra aumentar el diámetro interno de las boquillas al disminuir el espesor del refractario que las protege. Sin embargo, se debe establecer un límite para que el desgaste de las boquillas no sea un problema. Este límite se establece al hacer un balance entre la velocidad de recirculación del metal y el desgaste del refractario. Por ejemplo: Kawasaki en su Chiba/Q-BOP reportó que, mediante la optimización de la velocidad de recirculación y de la velocidad de flujo de gas argón, una descarburización <<20 ppm será alcanzada entre los 10 a 15 minutos de degasado, si se inicia con un contenido de carbono comprendido entre 100 y 200 ppm. Para velocidades normales de alimentación de oxígeno, una vez que el silicio ha sido removido, la velocidad de descarburización disminuye linealmente con el tiempo de insuflado hasta alcanzar aproximadamente 0.03% de carbono, cuando la velocidad de descarburización está controlada por la transferencia de masa del carbono desde el acero líquido a la interfase de reacción.

* Buza: boquilla, lanza de inyección, snorkel.

Fruehan ²¹ mostró que la velocidad de descarburización, cuando se controla la transferencia de masa, es :

$$C_t = C_0 e^{K^* t} \quad (7)$$

donde:

- C_0 = cont. de carbono al inicio del proceso ($t = 0$).
- C_t = cont. de carbono en el tiempo t ($t > 0$).
- K^* = coeficiente aparente de descarburización.
- t = tiempo que dura el proceso.

El proceso de descarburización continua hasta que se obtiene el nivel deseado de carbono, añadiendo posteriormente los elementos aleantes al acero. En este momento se fija el contenido de carbono. En la práctica, el contenido de carbono puede calcularse a través de los modelos matemáticos del desgasador, o en algunos casos, por medio de mediciones de la actividad del carbono en el metal líquido. La contaminación posterior con carbono, se mide por la reacción del acero con los refractarios y las ferroaleaciones que lo contienen.

Independientemente del tipo de proceso utilizado, todos ellos tienen el mismo propósito: *remover el carbono hasta un nivel óptimo y proveer la temperatura adecuada para los procesos posteriores.*

2.4.2.2 Control de los óxidos de hierro.

Aunado a la descarburización, se produce durante todo el proceso, óxido de hierro, en mayor o menor grado, dependiendo de la agitación del baño líquido. Al inicio del insuflado con oxígeno, la oxidación del hierro es posible desde el punto de vista termodinámico. Sin embargo, debido a que la reacción está basada en el consumo de oxígeno, el monóxido de carbono (óxido más estable) predomina, a medida que el transporte de carbono a la interfase de reacción, no es la velocidad limitante. Poco después de que se inicia la inyección de oxígeno, la velocidad de transporte de carbono a la interfase se convierte en la velocidad limitante, y bajo estas condiciones, la reacción que se lleva a cabo es :



formándose cantidades significantivas de FeO dentro de la escoria.

En general, en los procesos donde se utiliza una agitación vigorosa, se tiende a producir menos óxido de hierro, a medida que la velocidad de transporte de carbono a la interfase de reacción aumenta debido a la agitación, reduciendo la cantidad de oxígeno disponible para la formación de FeO.

2.4.2.3 Contenido de nitrógeno.

Los niveles de nitrógeno están controlados por la evolución del monóxido de carbono (producto primario de la descarburización), durante casi todo el tiempo de insuflado con oxígeno. La agitación vigorosa debida a dicha evolución sirve para remover la mayor cantidad del nitrógeno en solución, del acero líquido. Cuando el proceso de descarburización está por finalizar, la presión de vacío disminuye, y es en este momento en el que puede introducirse un poco de aire en la cámara, provocando una renitrogenación²². Sin embargo, el desgasado al vacío no es un método efectivo para remover el nitrógeno que contiene el acero líquido, ya que la velocidad de remoción de este elemento está normalmente controlada por una reacción química lenta sobre la superficie líquida del acero ²⁸. Por lo general, se espera una remoción de nitrógeno del 30%, pero si el nivel de este elemento en el acero, es particularmente bajo al entrar al desgasador, no ocurrirá ninguna remoción de nitrógeno, presentandose en algunas ocasiones un aumento en su contenido debido a la filtración de aire.

2.4.3 Colada continua.

Se denomina colada continua a un procedimiento de colada en el cual se producen placas que avanzan y solidifican a medida que se va vertiendo el metal líquido en una lingotera sin fondo; ésta se alimenta indefinidamente hasta que se da por terminada la operación.

Las ventajas de este tipo de colada son:

- i) No se producen rechupes, pues el hueco que se produce se llena de metal inmediatamente debido a la contracción de la barra.
- ii) Como las secciones de la barra son relativamente pequeñas, se reduce también la importancia de las segregaciones transversales y desaparecen totalmente las longitudinales.
- iii) La colada continua es más rápida y más sencilla que la colada en lingoteras. Se logra disminuir aún más su costo de operación al suprimir los hornos caldeo de fosa para el precalentamiento de los lingotes, y los trenes desbastadores.

La siguiente figura, muestra los componentes y las secciones principales que conforman una instalación de colada continua.

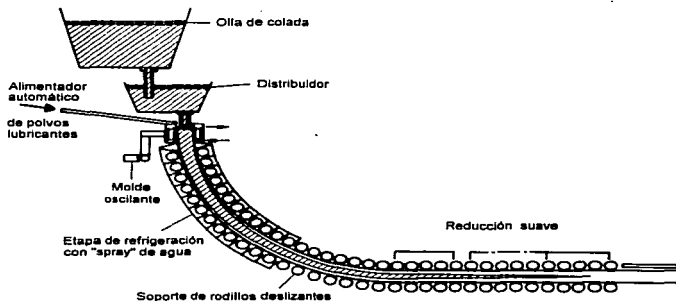


Figura 9. Diagrama esquemático de la disposición de una máquina de colada continua.

- a) **Depósito distribuidor.** Asegura la perfecta separación de la escoria y está provisto de una calefacción que lo calienta antes de iniciar la operación, Puede tener una o más salidas para alimentar varias líneas de colada.
- b) **Lingotera sin fondo.** Está abierta por ambos extremos y es refrigerada por agua, generalmente se encuentra sometida a un movimiento alternativo.
- c) **Sección de refrigeración brusca.** Se emplea una corriente de agua o agua pulverizada (spray), para enfriar la sección deseada.
- d) **Mecanismo de corte.** Se emplean generalmente uno o varios sopletes (oxicorte), para seccionar en trozos la plancha de acero obtenida.

La prevención de la contaminación del acero IF durante la colada continua, es el mayor problema al que se enfrentan los fabricantes de este tipo de acero. Es fácil causar un incremento considerable en el contenido total de oxígeno y nitrógeno, y un menor incremento en el contenido de carbono durante el proceso de colada, si no se tiene cuidado. No existen mayores problemas de solidificación asociados con la colada de aceros IF, siempre y cuando exista un sobrecalentamiento adecuado; ya que estos aceros no son susceptibles a problemas de agrietamiento. Debido a que estos aceros son casi puros, existe únicamente un pequeño "gap" *solidus / liquidus*, por lo que habrá que asegurarse de que existe un sobrecalentamiento del acero en el momento en que sea transportado de la olla al molde.

Que tan grande o pequeño será el problema del control del contenido de carbono durante la colada de los aceros IF, dependerá del contenido de carbono deseado en el producto final. Por ejemplo: Nippon Kokan ²⁹, reportó un incremento de carbono de 10 ppm, aproximadamente, durante la colada del aceros. Sin embargo, si el contenido de carbono en el acero líquido, después de la operación de desgasado, es menor a las 30 ppm, y la especificación del producto es menor a las 50 ppm, no existirá ningún problema.

Con el propósito de tener un control de calidad eficiente y elaborar un producto de composición química consistente (contando con la posibilidad de que en un futuro próximo se tengan especificaciones de contenidos de carbono menores a las 30 ppm), es necesario establecer ciertas prácticas metalúrgicas para evitar un aumento en el nivel de carbono debido a algún tipo de contaminación.

La contaminación por polvos lubricantes podrá minimizarse en una cantidad proporcional a la reducción de la turbulencia que se presente en el molde. Desafortunadamente la toma de muestras en el molde causa turbulencia, contaminándolas muy frecuentemente, lo que resulta en valores erróneos de las mediciones del contenido de carbono del acero. Es por esto que se deberá de tener mucho cuidado durante la evaluación de las muestras provenientes del distribuidor y del molde, cuando se desee conocer con exactitud el contenido de carbono. El mayor problema en esta operación se presenta al inicio de la colada, ya que antes de que se forme una escoria líquida, habrá una contaminación considerable por el polvo lubricante, por lo que se recomienda que en el inicio de la operación se utilicen polvos lubricantes con bajos contenidos de carbono.

La contaminación del acero con nitrógeno, se debe en un principio al contacto del aire con el acero líquido; por ejemplo: durante la transferencia de acero de la olla al distribuidor, se pueden alcanzar contaminaciones de nitrógeno hasta de 20 ppm. Aún más, existen dos tipos principales de defectos en estos aceros, reoxidación e inclusiones exógenas. En los aceros IF, los defectos debido a la reoxidación son la formación de alúmina, mientras que las inclusiones exógenas son principalmente escoria³⁰.

2.5 REACCIONES DE PRECIPITACIÓN PRESENTES EN UN ACERO IF.

2.5.1 Consideraciones generales.

La mayoría de las microestructuras son producidas directamente de la transformación de la austenita. Existen sin embargo, varios tipos de reacciones de precipitación las cuales resultan en una fina distribución de carburos, nitruros o carbonitruros en otras fases simples como ferrita y/o austenita. Los arreglos de precipitados así formados pueden ser benéficos, proporcionando una medida de control microestructural resaltando también las propiedades mecánicas, o pueden ser nocivas, limitando la tenacidad y la formabilidad.

2.5.2 Diagrama de fase "Hierro-Carbono, (Fe-C)".

Como las propiedades de un material dependen ampliamente del número, cantidad y forma de las fases presentes (las cuales pueden ser cambiadas al alterar estas cantidades), es fundamental conocer:

- a) Las condiciones bajo las cuales existen las fases en cuestión
- b) Las condiciones en las que se presenta un cambio en las fases en cuestión.

El diagrama de fase es, una representación gráfica de un sistema de aleación que muestra las relaciones entre las fases bajo condiciones en las cuales no habrá cambio con respecto al tiempo (condiciones de equilibrio). En la practica, estas condiciones de equilibrio pueden aproximarse por medio de calentamientos y enfriamientos mucho muy

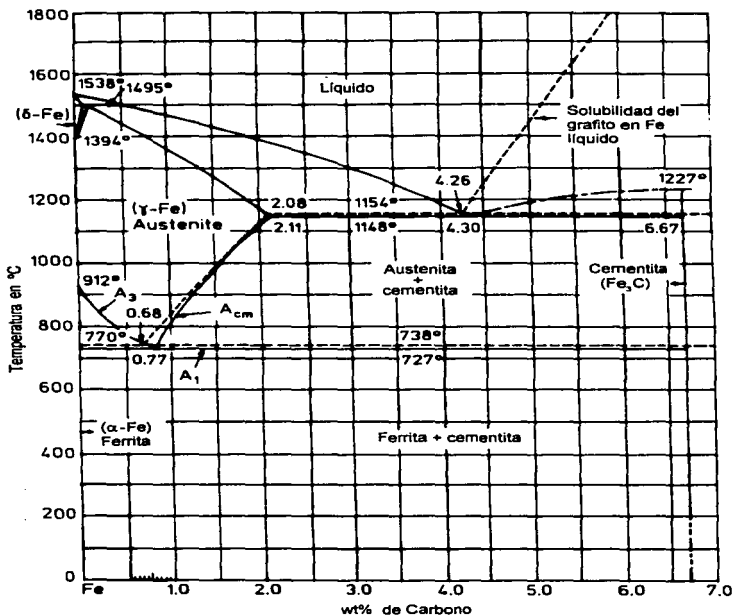
lentos, con el objeto de permitir los cambios de fase próximos a ocurrir. Existen condiciones bajo las cuales es posible que se impida el cambio de fase; el cual ocurriría normalmente en condiciones de equilibrio, limitando y distorsionando la aplicación de los diagramas de equilibrio. Uno de estos casos es el de *rápida variación de la temperatura*.

Los diagramas de fase se grafican con la temperatura (°C, °F) y la composición de la mezcla (% en peso, wt%). Así pues, el diagrama de fase Hierro-Carbono se define como: *"una carta que muestra la relación entre la composición, la temperatura y la estructura de una serie de aleaciones, cuya composición está basada principalmente en una combinación de Hierro y carbono"*. La gráfica 1 muestra la porción del diagrama Fe-C relacionado con aceros y hierros colados. Este es llamado *diagrama Hierro-Carburo de hierro*. El contenido de carbono en los aceros se encuentra entre un valor menor al 0.005wt% de C, obtenido mediante un desgasado al vacío en la producción de aceros ultrabajo carbono (Pradhan, 1990), hasta cantidades tan altas como el 2.0 wt%, para aceros herramienta de alto carbono (Roberts and Carry, 1980). Los hierros colados comúnmente contienen entre 2.0 y 4.0 wt% de carbono. Cuando éste elemento excede los límites de solubilidad en la ferrita o austenita, esto puede causar un elevada precipitación de partículas en austenita, o puede formar grafito. La forma en la cual el carbono afecta ligeramente las fases de equilibrio y el rango de temperaturas de la estabilidad de las fases del diagrama de equilibrio se muestra en la gráfica 1, mediante las pequeñas diferencias existentes entre las líneas continua y punteada. Las diversas capas en la porción rica en hierro del diagrama es designada con la letra "A" para denotar una permanencia o algún cambio en la pendiente de las curvas térmicas, o dilatométricas cuando las transformaciones de fase causan cambios de volumen o evolución de calor o

absorción. El cambio en el valúen es causado por la transformación de los paquetes cerrados f.c.c. de la austenita a una estructura b.c.c. ferrítica más abierta. El límite entre la región de austenita y la región de austenita + ferrita es llamada *línea de transformación* A_{x_3} , el límite superior del campo de fase de ferrita+cementita es nombrada línea de transformación A_{cm} . Estas temperaturas representan los límites de equilibrio de las fases. Las temperaturas marcadas en el diagrama pueden ser diferenciadas de acuerdo a las condiciones que representen empleando los subíndices "C" y "R", de las palabras francesas *Chauffant* y *Refroidissant*, para el calentamiento y el enfriamiento, respectivamente.

2.5.3 Precipitación en la ferrita.

La gráfica 1 muestra el cambio de la solubilidad de carbono en la ferrita como una función de la temperatura. Cuando un acero que contiene ferrita se expone a temperaturas cercanas a la línea A_1 , donde las solubilidades de carbono y nitrógeno son altas, y es enfriado rápidamente hasta la temperatura ambiente, la ferrita se sobresaturará con respecto al carbono, presentándose una precipitación de partículas (envejecido). El tamaño y la densidad de las partículas precipitadas dependen de la temperatura del envejecido. A la temperatura ambiente, o ligeramente superior, se forman partículas muy finas ya sea en asociación con dislocaciones o en áreas libres de dislocaciones de la ferrita. Altas temperaturas de envejecido producen dispersiones gruesas de carburos con una morfología dendrítica.



Gráfica 1. Diagrama de fase hierro-Carburo de Hierro, Fe-Fe₃C.

2.5.4 Precipitación en austenita.

La alta solubilidad del carbono en la austenita elimina la precipitación de la cementita a grandes temperaturas y es la base de la enorme área de fase simple de austenita en el sistema Fe-C. Sin embargo, pequeñas adiciones de elementos aleantes, tales como el Al, Nb, V y Ti (microaleado), reaccionan con el carbono y el nitrógeno y producen la dispersión de finos carburos de aleantes, nitruros, o carbonitruros en la austenita. Estas dispersiones retardan de manera efectiva el crecimiento de los grano, y de este modo se mantiene un tamaño fino del grano austenítico el cual se transforma en una microestructura fina con buenas propiedades mecánicas. Por ejemplo, los aceros desoxidados o calmados con aluminio retienen un poco de aluminio en solución sólida a altas temperaturas de austenitizado. A bajas temperaturas de austenitización, los nitruros de aluminio precipitan y anclan los límites de grano de la austenita, limitando así el crecimiento del grano austenítico.

Como se verá más adelante, en placas y láminas de acero de bajo carbono, pequeños contenidos de V, Nb, y Ti, menores de 0.01% , son añadidos para provocar la precipitación de nitruros, o carbonitruros durante el trabajado en caliente. La precipitación de partículas limita el crecimiento del grano austenítico o previene la recrystalización de la austenita, y la estructura resultante se transforma en finos granos de ferrita con una significativa alta resistencia y tenacidad, en comparación con los aceros laminados en caliente sin las adiciones de aleantes.

2.6 PROCESAMIENTO TERMOMECHANICO DE UN ACERO I.F.

Por muchos siglos, el rolado en caliente ha sido utilizado para dar a los metales una forma requerida. Hoy día, mediante este proceso, no solamente es posible alcanzar una forma deseada, sino que también se logra mejorar las propiedades, a través de un diseño de proceso. Así pues, el tratamiento termomecánico (término genérico del proceso), aprovecha las ventajas de los efectos térmicos y mecánicos durante la fabricación, con la finalidad de obtener las propiedades deseadas. La *laminación controlada*, ha sido empleada por casi cuarenta años en la producción de placas de aceros estructurales, cayendo su categoría general en la de los procesos termomecánicos. En la línea de laminación se ha incorporado un enfriamiento acelerado, posterior a la laminación en caliente, con el propósito de controlar la laminación en frío y mejorar las propiedades mecánicas. Este proceso en particular, por si solo o combinado, produce un refinamiento microestructural, basado en fundamentos científicos. Los *procesos termomecánicos controlados* (nombre que se le da a esta moderna tecnología de laminación controlada y enfriamiento acelerado), están relacionados con la tecnología de producción de aceros estructurales con límites de fluencia de 400-600 MPa, y mayores. Estos procesos son una tecnología integrada donde todos los factores de fabricación (composición química, recalentamiento, y laminación en caliente y en frío), se optimizan; provocando que su aplicación se extienda cada vez más hacia otros productos diferentes a los de placas. En aceros estructurales, el refinamiento de la microestructura es la única forma de mejorar simultáneamente la resistencia a la tensión y la tenacidad a baja temperatura, a pesar del tipo de microestructura desarrollada. El proceso termomecánico controlado alcanza, en un principio, un refinamiento de grano general mediante la optimización de las

grano general mediante la optimización de las condiciones de procesamiento durante la laminación en caliente. En la laminación controlada convencional, la deformación se realiza con recalentamientos a temperaturas menores que las de calentamiento y laminación normales (fig.10). Estas temperaturas varían de acuerdo con los requisitos impuestos por la propiedades mecánicas deseadas. Las propiedades mecánicas obtenidas mediante la laminación en caliente son muy superiores a las obtenidas en aceros normalizados o templados, con igual composición química, debido al refinamiento de grano. El enfriamiento acelerado posterior a la laminación controlada se realiza con velocidades de enfriamiento próximas a los 10°C/s, dentro del rango de temperaturas de transformación comprendido entre los 500 y 750°C, comenzando arriba de la temperatura A_{r3} . Este proceso refina aún más la microestructura, cambiando algunas veces la microestructura, de ferrita a bainita.

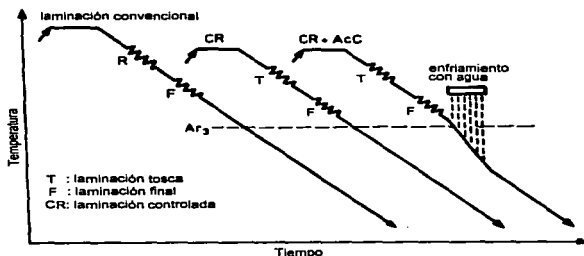


Figura 10. Representación esquemática de los periodos, o pasos, de deformación .

2.6.1 Antecedentes.

- i) Antes de los sesenta, el proceso termomecánicamente controlado se basaba, esencialmente, en el conocimiento de las interrelaciones entre la deformación en caliente y las subsecuentes condiciones de enfriamiento (y cómo éstas repercutían en la microestructura resultante).

- ii) De los sesentas a los setentas, se encontró que una pequeña adición de niobio lograba incrementar la resistencia a la tensión, por lo que éste elemento fue ampliamente utilizado en la producción de aceros con alta resistencia a la tracción. Debido a que los aceros al niobio producidos por laminación en caliente convencional poseían una tenacidad pobre a baja temperatura, se hicieron grandes esfuerzos para mejorar esta propiedad, mediante la aplicación de una laminación controlada, durante la producción de tubos de diámetro mayor. El beneficio de la laminación controlada se explicó a través de la formación de granos austeníticos finos por recristalización, justo arriba de la temperatura A_{c3} , después de la deformación en caliente. Entre los alcances obtenidos, se encuentran aquellos aceros en los cuales los elementos microaleantes Nb y/o V, y laminación controlada, fueron factores indispensables para obtener una alta resistencia a la tensión y una buena tenacidad con bajos contenidos de carbono.

- iii) De los setentas a los ochentas, se desarrollaron los aceros con alta resistencia mecánica y de baja aleación (HSLA). Los mecanismos básicos del

refinamiento microestructural durante la laminación controlada fueron sometidos a numerosos estudios; quedando claro que el refinamiento de la austenita por recristalización no fue el único mecanismo para refinar la ferrita, y que la austenita deformada por debajo de su temperatura de recristalización fue también capaz de producir una ferrita fina, debido al número de núcleos de ferrita que operaban durante la transformación. Esta reducción acumulativa durante la laminación, a una temperatura menor que la temperatura de laminación austenítica, es un parámetro importante en la aplicación de la laminación controlada.

- iv) De los ochentas a los noventas, se introdujo el primer sistema de enfriamiento acelerado en línea, en los molinos de laminación japoneses. Este sistema fue capaz de incrementar la resistencia sin modificar la tenacidad, obteniéndose una alta tensión con un nivel bajo de carbono equivalente. Tales equipos de enfriamiento fueron posteriormente instalados en muchos molinos de laminación en todo el mundo, y se utilizaron en combinación con la laminación controlada.

En vista de esta situación, ninguno de los dos procesos, laminación controlada y enfriamiento acelerado, pueden por si solos proveer adecuadamente el rango completo de la tecnología moderna de aceros estructurales, por lo que la terminología de **Proceso Termomecánicamente Controlado** fue introducida para denotar laminación y enfriamiento, controlados.

Debido a que los molinos de laminación existentes no son tan resistentes como para soportar las altas deformaciones a las bajas temperaturas requeridas por la laminación convencional controlada, se ha desarrollado una ***laminación de recristalización controlada***, en la cual la laminación finaliza por arriba de la temperatura de recristalización austenítica. Mediante esta nueva etapa se pretende obtener un refinamiento de grano moderado. Aunque este tipo laminación puede ser menos efectiva en el mejoramiento de las propiedades mecánicas, sigue siendo una técnica útil.

Recientemente, el uso de pequeñas cantidades de titanio cuidadosamente controladas(< 0.02%), las cuales precipitan en pequeñas cantidades como TiN, restringen el crecimiento de los granos de austenita recristalizada durante la recristalización en la laminación controlada. Esto trae como resultado un refinamiento de grano óptimo de la ferrita producida por la transformación de la austenita, debido al número de núcleos de ferrita.

2.6.2 Descripción de los mecanismos que operan en el proceso termomecánico controlado.

En aceros estructurales, el tamaño de grano ferrítico es siempre refinado por medio de la transformación $\alpha - \gamma$, durante el enfriamiento continuo de la austenita. Debido a que los granos de ferrita nuclean en los límites de grano de la austenita y a que el tamaño de grano está limitado por el crecimiento de los granos ferríticos, se obtiene un mayor número de granos ferríticos que el original de granos austeníticos, a menos que la velocidad de enfriamiento sea muy lenta. Como se muestra en la figura 11, el proceso termomecánicamente controlado, en un principio condiciona a la austenita durante la

laminación controlada, previa a su transformación, con el propósito de producir un incremento en el número de núcleos de ferrita, empleando el *enfriamiento acelerado controlado* para disminuir la temperatura de transformación de la austenita, de tal manera que existe un posterior incremento en el número de núcleos de ferrita en la austenita acondicionada. Por arriba del intervalo de 900 a 950°C, aproximadamente, la austenita recrystaliza, después de la deformación en caliente, a una velocidad que depende de la cantidad de deformación y de la temperatura. Cuando la temperatura de laminación es disminuida en el rango de temperatura de recrystalización de la austenita, el tamaño de grano de la ferrita se refina a medida que la austenita es refinada. Cuando la deformación se realiza en el rango de temperatura de no-recrystalización de la austenita (a bajas temperaturas), los granos de austenita son elongados y el área de superficie por unidad de volumen del límite de grano se incrementa para dar lugar a un mayor número de sitios potenciales de formación de ferrita. La deformación en el régimen de no-recrystalización, también produce características lineales (frecuentemente llamadas *bandas de deformación*), dentro de los granos de austenita. Estas *bandas de deformación* son también capaces de actuar como núcleos de ferrita. Los granos finos de austenita deformados pueden entonces ser transformados a granos ferríticos muy finos debido al incremento de sitios de nucleación. Este efecto se acentúa al aumentar la deformación de laminación, acumulada por debajo de la temperatura de recrystalización, y la cantidad de esta deformación está relacionada muy de cerca con el mejoramiento de las propiedades mecánicas.

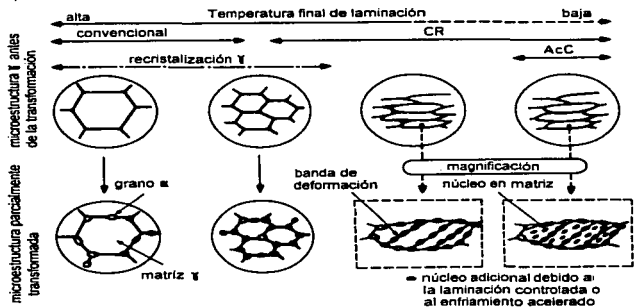


Figura 11. Representación de los cambios microestructurales en la austenita durante la laminación en caliente y en la microestructura parcialmente transformada, en orden para mostrar en dónde se forman los núcleos de ferrita durante la transformación γ a α .

El enfriamiento acelerado de la austenita recrystalizada refina los granos ferríticos resultantes en cierta cantidad, pero no significativamente. Aunque, por otra parte, el enfriamiento acelerado de la austenita no-recristalizada puede activar numerosos núcleos de ferrita en el interior de los granos de austenita junto con aquellos activados por las bandas de deformación. Todos estos factores contribuyen en refinación del grano ferrítico. El enfriamiento acelerado también modifica la estructura transformada mediante la sustitución de la perlita por una fracción de bainita, finamente dispersa; la cual contribuye a mejorar la resistencia a la tensión. Todos estos efectos del proceso termomecánicamente controlado se intensifican mediante la adición de elementos microaleantes. El niobio eleva la temperatura de recrystalización austenítica, lo que

microaleantes. El niobio eleva la temperatura de recristalización austenítica, lo que produce un aumento en el número de granos austeníticos no recristalizados. Y aún más, el niobio en solución modifica el comportamiento de transformación, por su efecto en la templabilidad, para producir ferrita fina, y un incremento en la fracción de bainita. El vanadio también tiene un efecto similar en la templabilidad. Sin embargo, el vanadio no eleva la temperatura de recristalización de la austenita tanto como lo hace el niobio, por lo que es menos efectivo en la producción de granos austeníticos no-recristalizados durante la laminación controlada convencional.

2.6.3 Laminación controlada y enfriamiento acelerado.

La función de la laminación controlada es, introducir deliberadamente en la austenita heterogeneidades microestructurales, las cuales actúan como sitios de nucleación para la ferrita durante la transformación $\alpha - \gamma$. En un principio, la modificación de la microestructura de la austenita para producir granos de ferrita finos durante la transformación, se lleva a cabo :

- i) Mediante la disminución de la temperatura de recalentamiento tanto como sea posible para obtener un tamaño de grano pequeño inicial de austenita, previo a la laminación.
- ii) Al optimizar el paso intermedio de laminación (i.e arriba de los 900 °C), con el propósito de obtener un tamaño de grano austenítico refinado a través, de una recristalización repetida.

-
- iii) Por deformación de la austenita por abajo de su temperatura de recristalización, para elevar la magnitud de la superficie por unidad de volumen del límite de grano de la austenita mediante la elongación del grano, así como aumentar la introducción de bandas de deformación.

Estos tres efectos son aditivos con respecto al refinamiento del grano ferrítico.

La relación entre el tamaño de grano de la ferrita y las propiedades mecánicas en aceros estructurales ha sido establecida ampliamente de una manera empírica, y en menor grado en forma teórica. El límite de fluencia es usualmente expresado mediante la ecuación del tipo Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y \cdot d^{-1/2} \quad (9)$$

donde: σ_y = límite de fluencia
 σ_0 = tensión de fricción
 K_y = una constante
 d = diámetro del grano ferrítico.

Las operaciones de laminación se dividen en tres etapas: **recalentamiento**, **laminación tosca** y **la laminación de terminado**. Por definición, en la laminación controlada, los tratamientos de laminación toscos y de terminado no son necesariamente

la laminación que se realiza en los molinos de laminación. La **laminación final** es utilizada simplemente para dar una cantidad requerida de laminación de deformación por debajo de una temperatura de laminación específica y para terminar la laminación a una temperatura específica de terminado. La **laminación tosca** es, la operación previa a la laminación final. Frecuentemente es necesario un tiempo de permanencia entre la laminación tosca y la final para permitir a la placa o planchon enfriarse a la temperatura de inicio especificada para la laminación final.

Los siguientes principios generales se aplican a las tres etapas:

1) Recalentamiento.

La temperatura de recalentamiento determina el tamaño inicial de la austenita, si la temperatura de recalentamiento es la más baja, el tamaño de grano austenítico será el más pequeño, como se presenta en la figura 12. Usualmente, la temperatura de recalentamiento para la laminación convencional es tan alta como los 1250 °C, lo que permite minimizar la carga de laminación y la potencia requerida. En el caso de una baja temperatura de recalentamiento (950 °C), la etapa tosca y final, son casi continuas. Se ha puntualizado, que un tiempo largo de permanencia, como resultado de una laminación tosca a alta temperatura, combinado con una laminación final a una temperatura inicial baja, da lugar a una microestructura con tamaño de grano mixto, después de la transformación $\alpha - \gamma$, en los aceros al Nb.

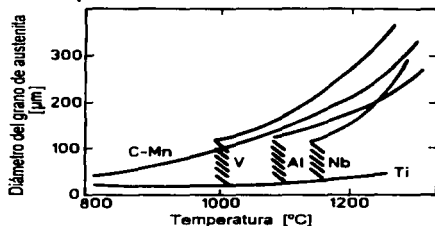


Figura 12. Características de engrosamiento de los granos de austenita para aceros que contienen diferentes elementos microaleantes.

2) Laminación tosca.

El papel de los pasos de laminación tosca es, reducir el tamaño de grano austenítico progresivamente por medio de una recrystalización repetida dentro de cada paso, como se muestra en la figura 13. Cuanto más finos son los granos austeníticos previos a la deformación, más finos serán los granos de la austenita después de la recrystalización. Similarmente, mientras más baja sea la temperatura de laminación, más fino será el grano de la austenita recrystalizada, debido al crecimiento limitado después de la recrystalización. En general, el refinamiento del grano austenítico es mayor a medida que la temperatura promedio de laminación disminuye, siendo mayor el porcentaje de reducción en esta etapa del proceso de laminación.

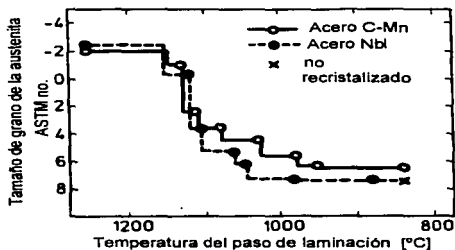


Figura 13. Variación de tamaño de la austenita recristalizada con pasadas sucesivas de deformación.

3) Laminación final.

La temperatura de inicio de la laminación final puede no estar especificada, pero usualmente se encuentra en el rango de 950 a 850°C. Por debajo de este intervalo de temperaturas, puede ocurrir en cierto grado una recristalización fina de los granos de austenita, pero la mayoría de los granos elongados de austenita, no recristalizan. Aunque estos cambios microestructurales contribuyen al refinamiento de la ferrita, la contribución a partir de granos de austenita no recristalizados es la de mayor importancia. El efecto producido por la austenita no recristalizada al refinamiento de grano ferrítico está relacionado muy de cerca con la deformación acumulativa en los pasos de deformación por debajo de la temperatura de recristalización de la austenita. La temperatura final de laminación también proporciona una indicación de la reducción total, por debajo de la temperatura de recristalización de la austenita. La temperatura final de laminación también es importante en la determinación de cuando la laminación final deberá ser terminada en la región α_1 ($\alpha+\gamma$) ó γ .

2.6.4 Efecto de los elementos de aleación en la laminación controlada.

La laminación controlada ha sido aplicada principalmente en aceros en los que, mediante procesos controlados de difusión, se logra transformar la microestructura del tipo ferrita-perlita, a ferrita acicular. En el diseño de aleación de estos aceros, se han considerado dos factores: la optimización del contenido de los mayores elementos de aleación (C, Mn, Cu, Ni, Cr, Mo), principalmente, y la eficiente utilización de los elementos microaleantes (Nb, Ti, V, Al). Los elementos aleantes de mayor contenido, determinan la temperatura de transformación $\alpha - \gamma$, A_{r3} . A medida que esta temperatura se reduce, el rango de temperaturas de trabajo para el régimen de austenita no-recristalizada se amplía; por lo que es posible la formación de una gran cantidad de austenita no recristalizada, suprimiendo también el crecimiento de grano de la ferrita transformada, produciendo una ferrita refinada. El uso de un contenido mínimo de carbono se debe a que son necesarias una buena soldabilidad, ductilidad y tenacidad. Un valor bajo de A_{r3} se obtiene mediante la adición combinada de otros elementos, tales como el Mn, Ni y Cu.

Los elementos microaleantes controlan tres parámetros importantes en la laminación controlada:

- i) el tamaño de grano austenítico recalentado,
- ii) el retardo en la recristalización de la austenita y
- iii) la modificación del comportamiento de transformación.

El tamaño de grano recalentado se refina debido al efecto de los finos precipitados de AlN, Nb(C, N), TiN y VN, y depende de la temperatura de recalentamiento. El Nb y el Ti se disuelven en la austenita a la temperatura de recalentamiento, suprimiendo fuertemente la recrystalización de ésta durante y después de la deformación en caliente, como se presenta en la figura 14. Por lo tanto, la temperatura de recrystalización aumenta más de 100°C, lo que permite a la etapa final de la laminación convencional controlada, iniciar a temperaturas de laminación significativamente altas. El Nb que se encuentra inicialmente disuelto en la austenita, produce un refinamiento adicional del grano ferrítico durante la transformación $\alpha - \gamma$, cuando el tamaño de grano austenítico previo a la transformación es adecuadamente refinado. El Nb, Ti y V se disuelve en la austenita, endureciendo a la ferrita por la precipitación de carburos, nitruros y carbonitruros finos durante y después de la transformación. Todos estos efectos hacen de los elementos microaleantes constituyentes indispensables en la laminación controlada del acero.

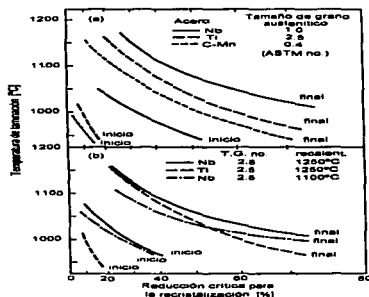


Figura 14. Efecto de los microaleantes en la reducción crítica por recrystalización austenítica (Ouchi y col's., 1977). a) Temperatura de recalentamiento: 1250 °C; b) Comparación con el mismo tamaño de grano inicial.

CAPITULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

3.1 FABRICACION DEL ACERO ULTRALIMPIO EXPERIMENTAL.

Los procedimientos y equipos empleados para la fabricación del acero ultralimpio fueron: **Fundición del hierro en un horno eléctrico de arco (EAF) - Desoxidación de la aleación en un horno-olla - Descarburización en un desgasador al vacío - Ajuste de olla** (adición de ferroleaciones y estabilizadores) - obtención de un planchón de acero mediante una **Colada continua** (fig. 15). Cada uno de estos pasos fue monitoreado en todo momento, realizando análisis químicos, tanto al inicio como al final de cada proceso. La información obtenida permitió elaborar las tablas y gráficas que muestran la composición química de la aleación.

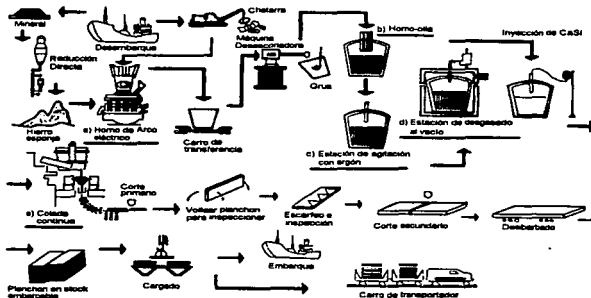


Figura 15. Diagrama del proceso de fabricación del acero ultralimpio experimental.

3.1.1 Fundición.

Se introdujo en un horno de arco eléctrico, un total de 264 ton's de hierro esponja, cuya composición se muestra en la tabla 1E.

Tabla 1E. Composición química del hierro esponja alimentado al HAE.

	wt%		wt%
Fe	89.100	SiO ₂	2.460
Met	90.200	CaO	1.970
FeM	80.400	MgO	0.650
C	1.890	Al ₂ O ₃	0.850
S	0.012	----	----

FeT = hierro total ;

Met = grado de metalización.

FeM = hierro metálico

Durante la fusión, se añadieron 8.65 ton's de cal (Tabla 2E).

Tabla 2E. Composición química de la cal añadida .

	wt%		wt%
SiO ₂	2.44	R ₂ X ₃	2.56
CaO	79.80	PXC	11.40
MgO	0.80	C	0.65
S	0.10	----	----

R₂O₃ = alúmina, principalmente

PXC = pérdidas por calcinación.

El tiempo total del proceso fue de 140 min., empleándose 9180 M³ de O₂. Se emplearon 179,000 kW, durante la operación del horno. Al final de la operación se obtuvieron 230 ton. de acero líquido, cuya temperatura durante el vaciado fue de 1699°C.

3.1.2 Desoxidación.

La desoxidación de la aleación se realizó agregando 100kg de aluminio, con una pureza del 96% (0.18%Si, 0.26%Fe, 0.14%Cu y 0.75%Mn), al horno-olla. El contenido de elementos del acero líquido, en esta etapa, obtenido del análisis químico, se registró en la tabla 3E.

Tabla 3E. Cantidad de elementos en el acero líquido en el horno olla, antes y después de las adiciones.

Elemento	Antes (wt%)	Después (wt%)
C	0.63	0.0300
Mn	0.04	0.0200
Si	0.002	0.0030
P	0.010	0.0070
S	0.011	0.0100
Al	0.021	0.0340
Cu	0.010	0.0100
Ni	0.008	0.0080
Sn	0.002	0.0020
N ₂	No determinado.	0.0015

3.1.3 Desgasado al vacío.

Posterior a la desoxiación, el acero se sometió al proceso de desgasado al vacío. Al inicio de este proceso, la temperatura que se registró fue de 1636 °C. El tiempo total de operación y el tiempo ocupado para el desgasado fueron 66 y 48 minutos, respectivamente. Durante esta etapa se alcanzó una presión de 0.5 Torr. en 5 minutos, alimentándose 10 M³ de O₂ y Ar, durante 60 minutos. Los resultados del análisis químico realizado al inicio y al final del desgasado, se muestran en la tabla 4E.

Tabla 4E. Composición química del acero, al inicio y al final del desgasado al vacío.

Elemento	Cont. inicial (wt%)	Cont. final (wt%)
C	0.0220	0.0040
Mn	0.0220	0.0170
Si	0.0000	0.0180
P	0.0090	0.0090
S	0.0130	0.0130
Al	0.0170	0.0030
Nb	0.0020	0.0020
Cr	0.0050	0.0070
Mo	0.0006	0.0010
Sn	0.0020	0.0010
V	0.0010	0.0010
Ti	----	0.0020
N ₂	----	0.0015

3.1.4 Ajuste de olla .

Después de la operación de degasado al vacío, se hicieron adiciones de: CaF_2 , CaI , FeTi y FeMnM al acero líquido (tabla 5E). La temperatura registrada fue de 1614°C . Se insuflaron por 69 minutos 26 M^3 de argón. La tiempo total de duración de esta operación fue de 76 minutos.

Las tablas correspondientes a la composición química de cada uno de estos compuestos se presentan a continuación (Tablas 6E a 10E).

Tabla 5E. Compuestos añadidos al horno-olla.

	Ton's.
CaF_2	0.453
CaI	1.515
Al	0.280
FeTi	0.200
FeMn	0.590

Tabla 6E. Composición química del FeMn.

Elemento	wt%
Mn	74.300
Si	0.030
P	0.190
C	1.370
S	0.013

Tabla 7E. Composición química del FeTi.

Elemento	wt%
Ti	58.92
Fe	41.08

Tabla 8E. Composición química de la CaF_2

	Ton's
CaF_2	89.00
SiO_2	2.00
CaCO_2	7.00
U.F	81.00

Tabla 9E. Composición química de la Cal.

	wt%
SiO ₂	2.52
PXC	6.20
MgO	1.80
S	20.24
R ₂ O ₃	2.48
CaO	86.10
C	0.72

Tabla 10E. Composición química del Al.

Elemento	wt%
Si	0.10
Fe	0.25
Cu	0.15
Mn	0.78
Mg	0.80
Tl	0.10
Al	97.51

La composición del acero al final del ajuste de olla se muestra en la tabla 11E.

Tabla 11E. Composición del acero líquido, antes y después de la adición de aleantes.

Elemento	Antes (wt%)	Después (wt%)
C	0.0080	0.0120
Mn	0.1800	0.1900
Si	0.0180	0.0210
P	0.0100	0.0100
S	0.0110	0.0050
Al	0.0600	0.0390
Nb	0.0020	0.0040
Cr	0.0070	0.0080
Ni	0.0090	0.0090
Mo	0.0040	0.0030
Sn	0.0020	0.0020
Tl	0.0210	0.0490
N ₂	0.0031	0.0038

3.1.5 Colada continua.

Una vez que los procesos químicos y termodinámicos finalizaron, se procedió a colar el acero. La temperatura al inicio de la colada fue de ~ 1599 °C. El análisis químico que se realizó a los polvos térmicos que se añadieron al distribuidor (130 kg en total), mostró la composición que se observa en la Tabla 12E.

Tabla 12E. Composición química de los polvos térmicos añadidos al distribuidor.

	wt%		wt%
CaO	59.61	Al ₂ O ₃	16-18
MgO	7 - 9	C	2 max.
SiO ₂	5.00	Mat. Orgánica	4 max.
SiO ₂	5 max.	CaO/SiO ₂	10.4

La composición química del polvo lubricante (56 kg) añadido al molde de colada continua, se muestra en la tabla 13E.

Tabla 13E. Composición química de los polvos lubricantes añadidos al molde de colada continua.

	wt%		wt%
C	3 - 4	CaO	35.00
CO ₂	4.00	SiO ₂	35.00
Na ₂ O	5.00	Al ₂ O ₃	4.00
K ₂ O	0.8	F	5.00
MgO	4.5	----	----

El análisis químico del acero líquido en el molde de colada continua y de planchon, mostró la composición que se presenta en la tabla 14E.

Tabla 14E. Composición química del acero en el molde de colada y en el planchon.

Elemento	Molde (wt%)	Planchon (wt%)
C	0.013	0.013
Mn	0.180	0.170
Si	0.023	0.024
P	0.010	0.011
S	0.005	0.005
Al	0.032	0.031
Nb	0.003	0.000
Cu	0.015	0.013
Cr	0.008	0.009
Ni	0.008	0.009
Mo	0.003	0.000
Sn	0.002	0.000
V	0.000	0.000
Ti	0.046	0.044
N ₂	0.053	0.000

3.2 ANÁLISIS METALOGRÁFICO.

El análisis metalográfico consiste en la observación de probetas representativas o trozos de los productos mismos, después de ser pulidas y atacadas debidamente con reactivos adecuados. Su objetivo es estudiar la estructura cristalina del metal con el fin de informarse de sus tratamientos y de sus características mecánicas, ya que de dicha estructura dependen las propiedades del material. El primer paso consiste en seleccionar una muestra representativa del material a evaluar. El segundo, de igual importancia, es preparar correctamente la muestra. La región que es de interés será cortada de la pieza original. Las superficies seleccionadas serán desbastadas, pulidas y atacadas químicamente para revelar la estructura específica o estructuras de interés. Durante el corte, la estructura de la aleación es dañada hasta una profundidad aproximada de 1 mm (0.04 in.). La profundidad exacta del daño depende del tipo del tipo de cortador empleado, la velocidad de corte y la dureza del material. Esta última disminuye la profundidad del daño. La capa dañada es removida mediante un desbaste. Sin embargo, antes de que la muestra sea desbastada, es conveniente montarla en una base de baquelita. El desbaste se realiza por la abrasión de la superficie de la muestra con papel abrasivo del 100, precedido por papeles de 240, 320, 400, 500 y 600. El daño de la superficie del espécimen de cada abrasivo será eliminado por el paso siguiente de desbaste más fino. El pulido de los especímenes generalmente involucra un pulido bruto y un pulido fino. En el pulido bruto, el paño es impregnado con un abrasivo, el cual puede ser pasta de diamante o alúmina disuelta en agua ($H_2O + Al_2O_3$ de 1 mm aprox.), colocando el espécimen sobre la superficie del paño y girando en sentido inverso al giro del disco.

El ataque químico incluye cualquier proceso usado para revelar la microestructura de un metal o aleación. Debido a que los detalles microestructurales no son observables a simple vista, la superficie del espécimen deberá ser tratada para revelar las características de estructurales tales como los granos, el límite de grano, líneas de deslizamiento, segundas fases y límites de fase. El ataque químico afecta a diferentes velocidades a las áreas de diferente orientación cristalográfica, a imperfecciones cristalinas o a compuestos diferentes. El resultado son superficies irregulares que reflejan la luz incidente, produciendo un contraste , coloración, polarización, etc.

Las técnicas microscópicas empleadas actualmente para la caracterización de los materiales se dividen en :

a) *Microscopía óptica.*

Comprende la examinación de materiales usando la luz visible para proporcionar una imagen magnificada de la micro y macroestructura de un material después de que su superficie ha sido atacada con un reactivo químico. Esta técnica es empleada para caracterizar estructuras mediante el revelado de: límites de grano y de fase, distribución de inclusiones, y evidencias de deformación mecánica.

b) *Difracción de rayos-X.*

Es una técnica analítica en la cual se realizan mediciones de los ángulos de los rayos-X dispersados en direcciones preferenciales por la muestra (así como de las intensidades dispersadas en varios ángulos), proporcionando una completa información cristalográfica (estructura cristalina, orientaciones, etc.).

c) *Microscopía de Barrido de Electrones.*

En esta técnica, (Scanning Electron Microscopy, S.E.M.), la superficie del espécimen es bombardeada con un rayo de electrones que provee información para producir una imagen magnificada. Es utilizado para examinar superficies fracturadas y superficies atacadas a profundidad que requieren de una profundidad de campo mayor que la obtenida con un microscopio óptico; productos de corrosión, y otras superficies ásperas, especialmente cuando se desea realizar un microanálisis elemental en áreas pequeñas.

d) *Microscopía de Transmisión de Electrones.*

(Transmission Electron Microscopy, T.E.M.), consiste en hacer pasar un rayo de electrones a través de un espécimen muy delgado, analizando la información estructural transmitida por el haz. Es empleado para examinar arreglos de dislocaciones o estructuras, y otros pequeños defectos en metales y aleaciones. Las partículas de segundas fases no observables utilizando la metalografía óptica pueden ser analizadas utilizando el T.E.M.

3.2.1 Obtención de muestras experimentales.

De un planchon de acero ultralimpio con dimensiones de 25x110 cm, obtenido por colada continua, se extrajeron muestras de 12.5 x 5.0 x 2.0 cm. de la sección longitudinal y transversal con respecto a la dirección de colada, abarcando todo su espesor. Posteriormente, los especímenes se cepillaron hasta que se tuvo la seguridad de que se había eliminado completamente la zona afectada por el calor resultante del corte con oxígeno-acetileno, obteniendo al final de la operación placas con un tamaño de 10x5.0x1.0 cm. De ésta pequeña placa se extrajeron muestras de 3x3x1 cm para su análisis mediante las técnicas ya mencionadas.

3.2.2 Preparación metalográfica.

Las muestras se desbastaron con lijas No 80, 120, 240, 320, 400, 500 y 600. Posteriormente se pulieron con alúmina de 1 y 0.5 μm . empleando para ello paños de textura fina. Una vez pulidas, se atacaron con una solución de ácido nítrico disuelto en etanol (nital al 2%), para revelar su microestructura; la cual, posteriormente, se analizó bajo las técnicas de microscopía óptica, de barrido de electrones y de difracción de R-X.

Microscopía óptica.

La microestructura obtenida en cada muestra en la condición de colada se observó en un microscopio óptico Olympus Zeiss, modelo VANOX AHMT3, con poder de resolución de 2500X. Durante esta etapa, se tomaron una serie de microfotografías de las áreas más claras y representativas de cada muestra con el fin de reconocer las

características principales de la microestructura, esto es, la morfología de las inclusiones y de los precipitados, el tamaño de grano y sus límites, principalmente.

Microscopía de Barrido de Electrones.

De las zonas observadas en el microscopio óptico, se seleccionaron las áreas de mayor interés, principalmente límites de grano y precipitados. Estas zonas fueron observadas en un microscopio de barrido S.E.M.-Stereoscan 440-Leica, operado a 20 kV. Cuando fue necesario se aplicó un recubrimiento de grafito líquido; esto con la finalidad de tener un buen contacto eléctrico y lograr una imagen nítida. Este equipo cuenta con un sistema de análisis de energía dispersa y un paquete de software ZAF-4/FLS, lo que permite realizar microanálisis sobre las partículas de mayor interés. Este programa, mediante procedimientos matemáticos, efectúa el ajuste de la señal captada mediante la remoción y traslape de picos, y la substracción de ruido. Las intensidades de las señales obtenidas fueron corregidas de acuerdo a su número atómico, su absorción y fluorescencia característica, con la ayuda de un programa especial llamado Magic-V.

Microscopía Electrónica de Transmisión (T.E.M.).

Las observaciones a nivel micro y nanométrico de la estructura se realizaron en un microscopio de transmisión marca Jeol, modelo T120, operado a 120 kV. Se emplearon muestras de 3 mm de diámetro y 50 μm de espesor. Éstas se perforaron en un equipo marca Struers de dos chorros. Para la perforación de las muestras se utilizó una solución de 5% de ácido perclórico en etanol, a una temperatura de -10°C y con un voltaje de 25 Volts. Una vez perforadas fueron colocadas en el porta-muestras e introducidas en el microscopio.

Difracción de rayos-X.

Se emplearon muestras con un área aproximada de 2 cm² y 1 mm de espesor. El análisis por difracción de rayos-X se realizó en un Difractómetro marca Siemens, modelo D-5000, empleando un filtro de Fe y una radiación de Cu K_α, con una velocidad de barrido de 2°/min. Las gráficas obtenidas se interpretaron de acuerdo con las fichas reportadas en la JCPDS(ref.).

Cuantificación de fases

Para determinar el tamaño de grano y el porcentaje en volumen de precipitados, se utilizó un Digitalizador de Imágenes Leica. Este equipo cuenta con un paquete de software que determina en forma directa, los parámetros requeridos (i.e. el diámetro de granos y el por ciento en volumen de precipitados).

3.3 CÁLCULO DE LA TEMPERATURA DE TRANSFORMACIÓN $\alpha + \gamma \rightleftharpoons \gamma$.

Los métodos experimentales más comúnmente utilizados para la construcción de diagramas de equilibrio son los siguientes:

a) Métodos metalográficos.

Se llevan a cabo mediante la consecución de los siguientes pasos:

- a) Se calientan las muestras de una cierta aleación a diferentes temperaturas.
- b) Se espera a que se establezca el equilibrio.
- c) Enfriamiento rápido para retener la estructura de alta temperatura.
- d) Se realiza un análisis con ayuda de un microscopio.

b) Difracción de rayos X.

Este método es utilizado para : medir las dimensiones de la red, observar la aparición de una nueva fase, y determinar cambios en la solución sólida en relación con la temperatura.

c) Análisis térmico.

Este es el método experimental más empleado. Cuando se hace un diagrama de temperatura contra tiempo, a composición constante, la curva de enfriamiento resultante mostrará un cambio en pendiente cuando ocurre un cambio de fase a causa de la evolución de calor por el cambio de fase. Este método parece ser el mejor para determinar la temperatura de solidificación inicial y final. Los cambios de fase que ocurren sólo en estado sólido, generalmente comprenden pequeños cambios de calor, y otros métodos resultan más exactos

Con el propósito de establecer la temperatura óptima de austenización previa al proceso de laminación, se determinó experimentalmente la temperatura de transformación A_3 , mediante la técnica del Análisis Térmico Diferencial. Como se observa en el diagrama de fase anteriormente expuesto, la línea A_3 es aquella línea que establece el rango de temperaturas, para un cierto intervalo de composición de una aleación, en el cuál se presentará un cambio de fase en solución sólida; esto es, de fase ferrítica-austenítica a fase austenítica (en el caso de un calentamiento), y de fase austenítica a ferrítica-austenítica (en el caso de un enfriamiento). De igual forma, la línea A_1 establece el cambio de la fase de ferrita a ferrita+austenita y viceversa, para un calentamiento o un enfriamiento, respectivamente.

El procedimiento para el cálculo de las líneas de transformación consistió en obtener limaduras del acero, que después de ser desengrasadas con amyl acetato, se colocaron en un crisol de platino y se introdujeron en el dispositivo ya mencionado. La velocidad de calentamiento fue de 10 °C/min. La gráfica que se obtuvo de este estudio se presenta en la figura 19. Como se puede observar, a la temperatura de 937.5°C se presenta un cambio en la pendiente de la curva. Este valor se tomo como la temperatura a la cual comienza la transformación a fase austenítica para la composición de nuestra aleación (fig. 20), y corresponde a un solo punto de la línea de transformación A_3 .

Sample: ACERO
Size: 1.5000 mg
Method: ACEROS
Comment: H = 10C/NIN ATN.-ARGON

DTA

File: ACERO
Operator: HP
Run Date: 14-Jan-88 23:38

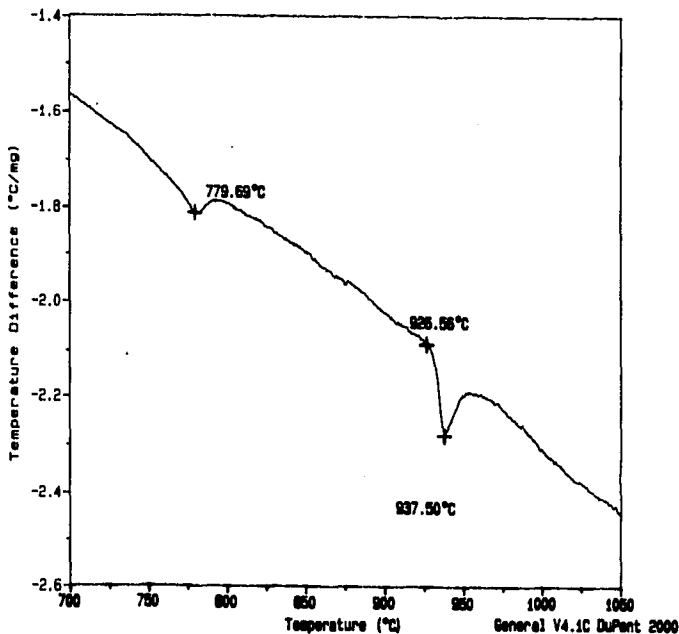


Figura 19. Análisis Térmico Diferencial (DTA) del acero IF.

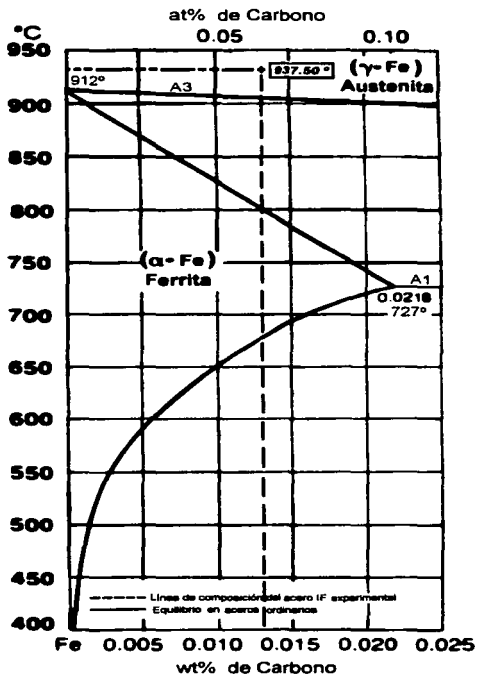


Figura 20. Ubicación del punto de transformación a fase austenítica en el diagrama Fe-C.

3.4 TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE AUSTENITIZACIÓN.

Los tratamientos térmicos de austenitización se realizaron en un horno Thermoline ($T_{max.} = 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$), a las temperaturas de 1050, 1150 y 1200°C por un periodo de 20 min. y con una velocidad de calentamiento de 50°C/hr. En el centro de cada espécimen, cuyas dimensiones fueron de 2 x 2 x 2 cm., se colocó un termopar de Pt/Pt - 13% Rh, para tener un mejor control de la temperatura. Finalizado este periodo las probetas se retiraron y se enfriaron inmediatamente en agua con agitación. Las muestras resultantes se caracterizaron de acuerdo a los procedimientos anteriormente descritos.

3.5 LAMINACIÓN EN CALIENTE.

Una vez caracterizadas las muestras austenitizadas, se efectuó el proceso de laminación en caliente. Se eligieron seis especímenes con dimensiones de 12 x 5 x 1 cm cada uno, los cuales se recalentaron a una temperatura de 1200 °C por un periodo de dos horas. Posteriormente las placas fueron transferidas a la sección de laminación. La temperatura inicial fue de 1200 °C, y se terminó de laminar (en grupos de dos muestras) a tres temperaturas diferentes: lote 1) a 950 °C; lote 2) a 880 °C; y el lote 3) a 660 °C. La temperatura fue monitoreada durante todo el proceso de laminación mediante un termopar de Pt-Pt/Rh incrustado en un extremo de la placa. Se empleó un molino de laminación marca Hilly con un capacidad de 25 tons, utilizando como lubricante polvo de vidrio. El porcentaje de deformación, la velocidad de deformación en cada set y las temperaturas de laminación inicial y final de cada lote, se muestran en la tabla E1.

Lote	T _{inicial} de laminación (°C)	T _{final} de laminación (°C)	Deformación (%)				Reducción total (%)
			1er paso	2º paso	3er paso	4º paso	
1	1200	950	20	50	20	—	68
2	1200	880	20	30	5	20	57
3	1200	660	20	30	5	20	57

a)

Lote	Velocidad de deformación			
	1er paso	2º paso	3er paso	4º paso
1	2.30	5.06	16.34	—
2	2.30	3.35	1.40	3.21
3	2.30	3.35	1.40	3.21

b)

Tabla E1. Laminación en caliente; a) condiciones de laminación; b) velocidad de deformación.

Como se observa en las tablas anteriores, se obtuvieron seis placas bajo tres condiciones de laminación. En las primeras dos muestras, la deformación finalizó en la fase austenítica, γ ; el siguiente lote se terminó de laminar en la región $\alpha+\gamma$; y en las últimas dos placas la laminación finalizó en la región ferrítica, α . De cada una de estas láminas se extrajeron pequeñas secciones en las direcciones longitudinal y transversal a la dirección de laminación, y se analizaron empleando las técnicas descritas anteriormente (sección 3.2.2). El análisis empleando la técnica de difracción de rayos-X, se realizó con una velocidad de barrido de 1 cm/min. y un ángulo de barrido de 2 a 120°.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSION

4.1 CARACTERISTICAS MICROESTRUCTURALES DEL ACERO IF.

4.1.1 En la condición de colada.

Microscopía óptica.

Las figuras 1Ra y 1Rb presentan microfotografías de la estructura del acero IF en la condición de colada de la sección transversal (fig. 1Ra), y longitudinal (fig. 1Rb). Éstas muestran principalmente una matriz compuesta de granos ferríticos, en los cuales se pueden observar precipitados. Los límites de grano fueron resaltados, utilizando contraste Normanski, con el propósito de detectar en ellos la presencia de algún tipo de partículas. Como puede observarse, la cantidad de precipitados en esta región es casi nula, por lo que puede asegurarse que los precipitados hallados se formaron durante la fusión de acero, y muy pocos de ellos al solidificar el acero. También se aprecia la morfología característica de solidificación de los granos ferríticos (estructura columnar), y de los precipitados (ortorrómbica, aparentemente). Obsérvese en la parte superior izquierda de la figura 1Ra, que algunos granos de ferrita presentan subgranos. La diferencia más notoria entre la microestructura de estas dos secciones es, que la cantidad de precipitados fue mayor en la sección transversal que en la longitudinal.



a)



b)

Figura 1R. Microestructura del acero IF en la condición de colada :
a) sección transversal, (250 X); b) longitudinal, (250X).

Microscopía de barrido (S.E.M.).

Continuando con la caracterización de la microestructura del acero IF en su condición de colada, en las figuras 2Ra y 2Rb se muestran microfotografías de barrido de diferentes áreas de la superficie preparada. Así pues, en la figura 2Ra se aprecian brazos columnares de ferrita quasi-poligonal, así como la presencia en matriz de precipitados con morfología ortorrómbica (fig. 2Rb). El tamaño de estas partículas se encuentra entre $0.5\mu\text{m}$ y $3.0\mu\text{m}$.

Microanálisis .

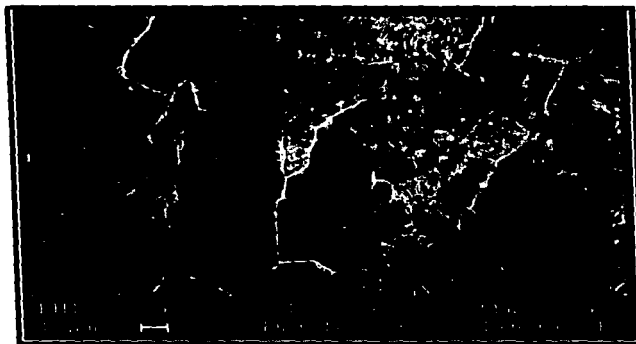
Los microanálisis realizados en diversas regiones del espécimen arrojaron la siguiente información:

1) S.E.M. microanálisis efectuados a cabo en matriz.

De acuerdo con el diagrama 3R (picos de cuentas por segundo vs. keV), se detectaron únicamente tres picos, correspondientes a $\text{Fe}_{K\alpha}$, $\text{Fe}_{K\beta}$ y Fe_{L} . Los resultados de los microanálisis, presentan valores de 99.24 a 100% de hierro en matriz. Esto corrobora que la matriz está compuesta completamente por $\alpha\text{-Fe}$. Debido a que no fue detectado ningún otro tipo de segregación ni en matriz ni en el límite de grano, se procedió a la identificación de los precipitados rombohédricos segregados en matriz.

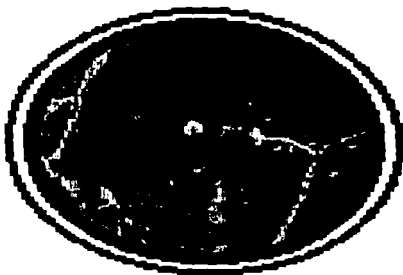
2) Microanálisis realizados en precipitados menores a $1.0\mu\text{m}$. ($0.5\mu\text{m} < \text{pp} < 1.0\mu\text{m}$).

Los picos detectados en los microanálisis realizados sobre precipitados con morfología ortorrómbica en una área cercana a la matriz correspondieron a $\text{Fe}_{K\alpha}$, $\text{Fe}_{K\beta}$, Fe_{L} , $\text{Ti}_{K\alpha}$, $\text{Ti}_{K\beta}$ y $\text{N}_{K\alpha}$. Los valores en % en peso de los elementos, fue de 52.87%Fe, 32.69%Ti y

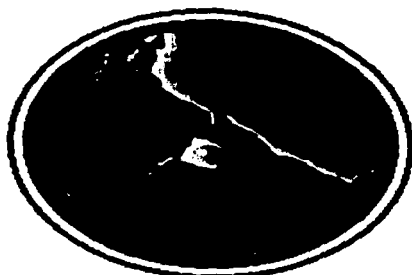


ESTA TESIS NO PODE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

a)



b)



c)

Figura 2R. S.E.M. microfotografía del acero IF en la condición de colada : a) Matriz;
b) precipitados de TiN menores a 1 μ m; c) precipitados TiN/AiN entre 1 μ m y 2 μ m

14.29%N. En la figura 4R, se presenta la gráfica, en cuentas por segundo vs. keV, del microanálisis efectuado en el centro de un precipitado. Los picos corresponden únicamente a Ti y N, sin detectarse la presencia de otro elemento. La composición química, fue muy próxima al 50 at% Ti y 50 at% N, lo cual confirma que se trata de un precipitado de TiN.

3) Microanálisis de partículas con un tamaño entre 1.5 μm y 2 μm . (1.5 μm < pp < 2 μm).

Los microanálisis efectuados en precipitados mayores a 1.5 μm pero menores de 2 μm , muestran una composición estequiométrica correspondiente a TiN. Sin embargo, cuando se realizaron microanálisis en el centro del precipitado, se detectó la presencia de ciertos elementos tales como : $\text{Ti}_{K\alpha}$, $\text{Ti}_{K\beta}$, N_{α} , $\text{Al}_{K\alpha}$, $\text{Mg}_{K\alpha}$ y $\text{O}_{K\alpha}$ (fig. 5Ra). Esto sugiere la presencia de TiN, AlN, Al_2O_3 y MgO. La mayoría la de las veces el TiN fue la principal especie, seguido por el AlN, el Al_2O_3 y el MgO. La proporción de ésta partícula fue de 70% TiN, 20% AlN, 7% Al_2O_3 y 3% MgO, aproximadamente. En algunos casos se encontró que el principal compuesto en el centro del precipitado era el Al_2O_3 (fig. 5Rb).

4) S.E.M. microanálisis llevados a cabo en precipitados de tamaño mayor a 2 μm .

Los microanálisis realizados en precipitados cuyo tamaño era mayor a 2 μm , presentaron la siguiente distribución de elementos: Ti, N, Al, y S. La mayoría de las veces, como se presenta en la figura 6Ra se encontró que los principales elementos eran Ti, N, Al y S; y Ti, N, Al y Ca en algunos casos, como se presenta en la figura 6Rb. Tomando en cuenta que el principal compuesto es el TiN, las cantidades de elementos detectadas en cada caso fueron: 1.16 a 1.19 at% de Al y de 0.16 a 0.17 at% de S para los picos presentados en la figura 6Ra. Finalmente para los picos presentados en la figura 6Rb, el contenido de Al y S en por ciento atómico fue de 4.4 a 4.65 y de 1.0 a 1.01, respectivamente.

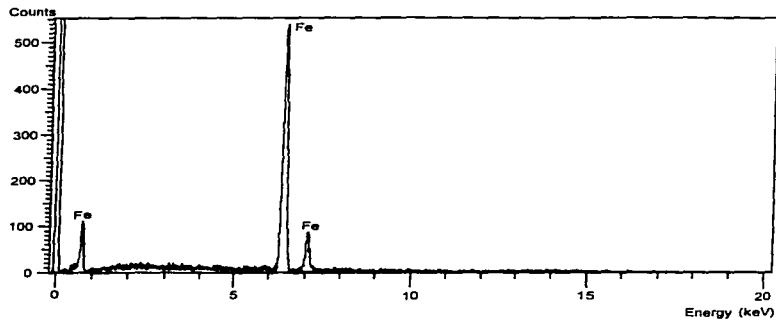


Figura 3R. S.E.M. microanálisis de la matriz ferrítica.

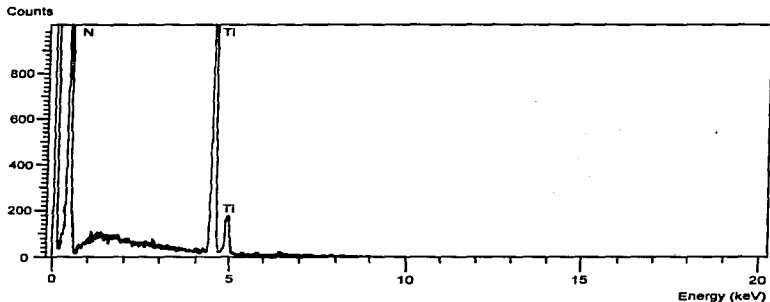


Figura 4R. S.E.M. microanálisis de precipitados con un tamaño entre 0.5 μm y 1 μm .

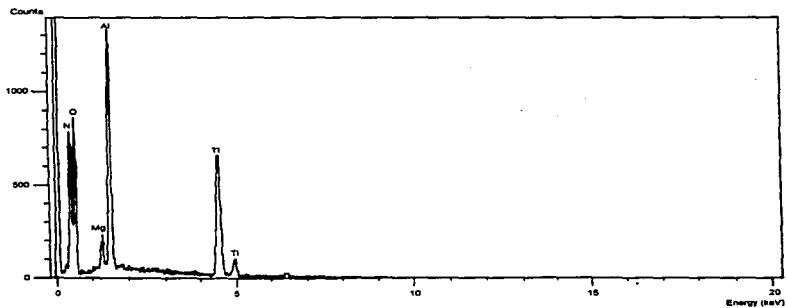
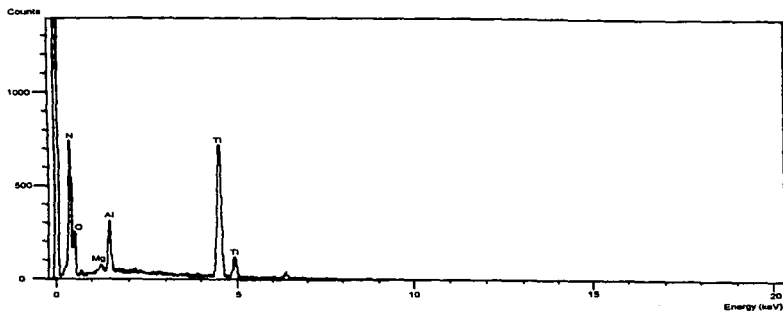


Figura 5R. S.E.M. microanálisis de precipitados con un tamaño entre $1.5 \mu\text{m}$ y $2 \mu\text{m}$:

a) TiN; b) TiN/ Al_2O_3 .

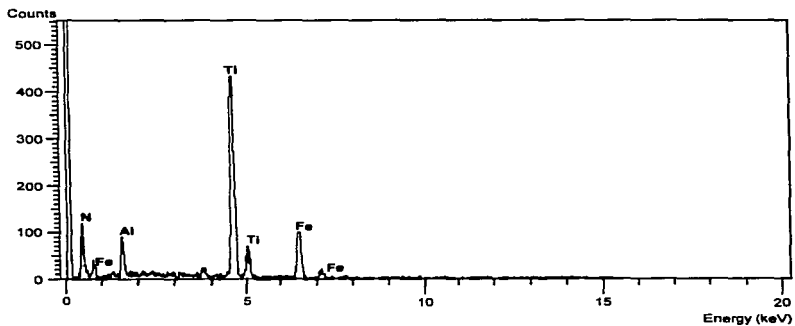
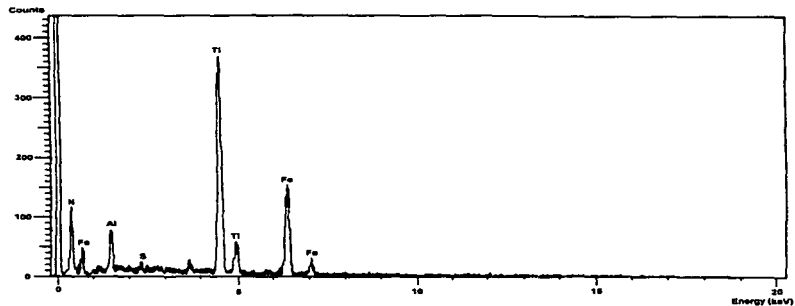


Figura 6. S.E.M. microanálisis de precipitados mayores a $2\mu\text{m}$ (TiN).
(Acero IF, condición de colada).

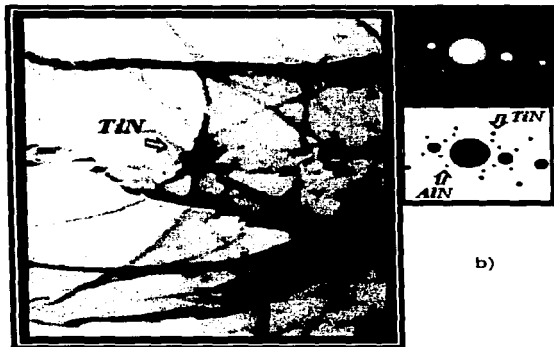
Microscopía de transmisión.

De acuerdo con las observaciones realizadas mediante la técnica de microscopía de transmisión, se obtuvieron los siguientes resultados:

En la condición de colada se observó principalmente la fase ferrítica ($\text{Fe-}\alpha$) (fig. 7Ra), y precipitados de nitruro de titanio (TiN) en matriz, (fig. 7Rb). Estos fueron identificados mediante el análisis de los patrones de difracción obtenidos de cada uno de los compuestos en cuestión. El patrón de difracción es una fotografía en blanco y negro que muestra el parámetro de red del compuesto observado (distancia entre los puntos brillantes), es decir, la distancia interatómica de la estructura cristalina, la cual es única para cada compuesto o elemento. Este se calcula mediante una ecuación matemática que relaciona la longitud de onda del haz de electrones (la cual está en función del voltaje de aceleración de los electrones), y la distancia que existe entre los puntos en cuestión. Así pues, para la ferrita, la cual posee una estructura cristalina tipo B.C.C., se tiene que el valor del parámetro de red es igual a: $a_0 = 4.24 \text{ \AA}$ (donde: 1 \AA es igual a $1 \times 10^{-8} \text{ m}$); y para el precipitado de TiN, cuya estructura cristalina corresponde al tipo f.c.c., el parámetro de red es: $a_0 = 2.12 \text{ \AA}$. Con el objeto de que cada uno de los compuestos mencionados sea identificado visualmente, en cada fotografía se ha insertado el patrón de difracción que corresponde a la ferrita, y a la partícula de TiN.



a)



b)

Figura 7R. T.E.M. fotomicrografias de: a) Matriz ferrítica; b) Precipitado de TiN.

4.1.2 Acero IF austenitizado a 1050, 1150 y 1200 °C.

El segundo paso consistió en estudiar el efecto de la temperatura alta sobre la microestructura del acero ultralimpio experimental, principalmente sobre los precipitados. Así pues, para su caracterización, las muestras fueron recalentadas a las temperaturas de 1050, 1150 y 1200 °C, permaneciendo en estas condiciones durante 20 minutos. Posteriormente los especímenes fueron enfriados en agua agitada, consiguiendo así retener la microestructura existente en cada una de éstas temperaturas, para después atacarlas con una solución de nital al 2%. La microestructura hallada se presenta en las siguientes fotografías.

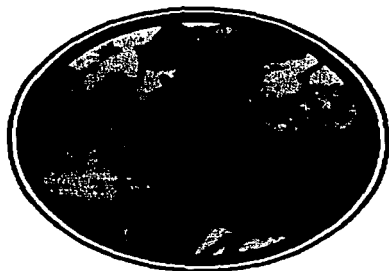
La figura 8R presenta la microestructura de las muestras de acero IF austenitizadas a una temperatura de 1050 °C. Esta estructura está conformada por granos de ferrita de tamaño heterogéneo. También se observa una gran cantidad de precipitados tanto en matriz como en el límite de grano. La dimensión de los granos se midió en la dirección longitudinal, X, y transversal, Y, realizando alrededor de 100 mediciones y obteniendo el tamaño de grano promedio mostrado en la tabla 1R.

Tabla 1R. Tamaño de grano del acero ultralimpio (T.G.), después de un tratamiento de austenitización a 1050 °C.

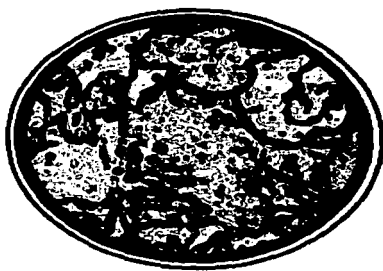
Parámetro	Promedio
T. G. X (μm)	41.60
T.G. Y (μm)	42.10
% en Vol. precipitados	1.83



a)



b)



c)

Figura 8R. Microestructura del acero IF austenitizado a 1050°C:
a) 125 X; b) 250 X; c) detección de bordes.

Las figuras 9Ra y 9Rb, muestran fotografías del acero ultralimpio, recalentado a 1150 °C. Como puede observarse en estas fotografías, se trata de una microestructura de granos de ferrita quasi-poligonal, con algunos precipitados en matriz. Sin embargo, a diferencia de la microestructura obtenida a 1050 °C, la cantidad de partículas precipitadas fue inferior. Nuevamente se midió el tamaño de los granos tanto en dirección longitudinal, como en la dirección transversal. Los resultados son un promedio de aproximadamente 100 mediciones.

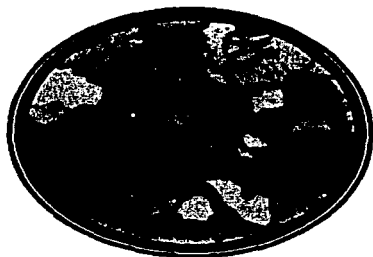
Tabla 2R. Tamaño de grano del acero ultralimpio (T.G.), después de un tratamiento térmico de austenitización a 1150 °C.

Parámetro	Promedio
T. G. X (µm)	47.60
T.G. Y (µm)	46.10
% en Vol. precipitados	1.30

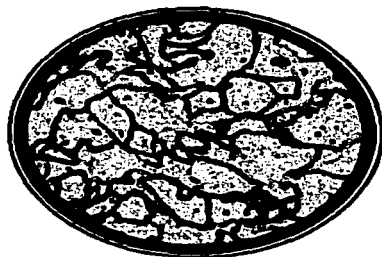
Las figuras 10Ra y 10Rb presentan la microestructura observada en las muestras de acero ultralimpio, sometidas al tratamiento térmico de austenitización a 1200 °C. Al igual que en las dos muestras anteriores, se tiene una microestructura compuesta de ferrita quasi-poligonal, en la cual la cantidad de precipitados observados tanto en matriz como en límite de grano, es mínima. El tamaño de grano, se midió en las direcciones longitudinal y transversal (100 mediciones en promedio), ver tabla 3R.



a)

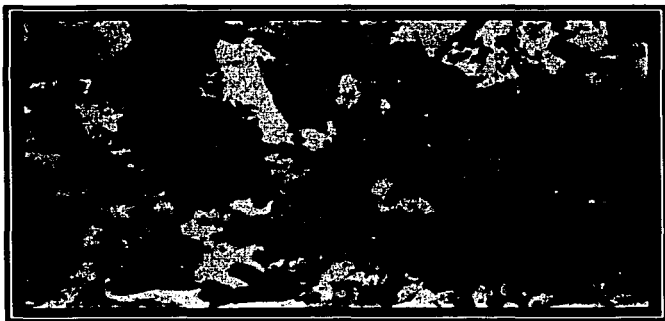


b)



c)

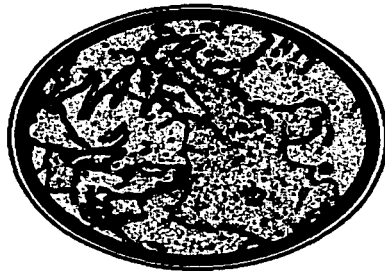
Figura 9R. Microestructura del acero IF austenitizado a 1150 °C:
a) 125 X; b) 250 X; c) detección de bordes.



a)



b)



c)

Figura 10R. Microestructura del acero IF austenitizado a 1200°C :
a) 125 X ; b) 250 X ; c) detección de bordes.

Tabla 3R. Tamaño de grano del acero ultralimpio (T.G.), después de un tratamiento térmico de austenitización a 1200 °C.

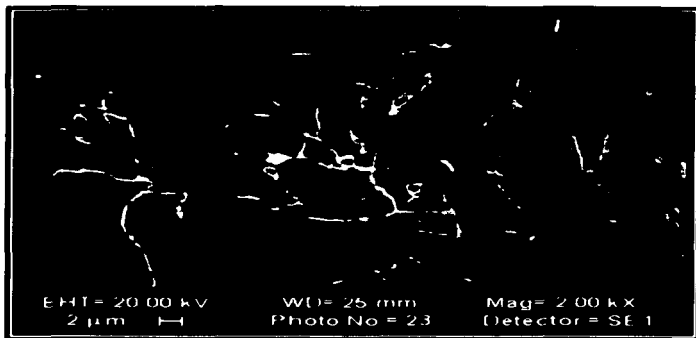
Parámetro	Promedio
T. G. X (μm)	54.70
T.G. Y (μm)	56.70
% en Vol. precipitados	1.00

De acuerdo con los resultados anteriores, se puede mencionar que durante los tratamientos térmicos de austenitización, se llevaron a cabo dos procesos: el primero, de precipitación y probable crecimiento de los granos (1050 °C), y el segundo, de disolución de los precipitados (1150 y 1200 °C). Esto se puede deducir, a partir del % de la fracción en volumen de los precipitados, determinada para cada una de las temperaturas de recalentamiento.

Microscopía de Barrido, S.E.M. microanálisis.

Analizando los resultados del análisis efectuado en precipitados de TiN en muestras tratadas térmicamente a 1050, 1150 y 1200 °C, se tiene lo siguiente:

Los microanálisis efectuados en precipitados de nitruro de titanio (fig. 11R) hallados en las muestras tratadas térmicamente a 1200 °C, reportan composiciones de 50 at% de Ti y 50 at% de N a la mitad del precipitado, y en regiones que corresponden al centro del precipitado, se detectó la presencia de Fe, Ti, N y Al, con composiciones promedio de 15.53 at% Fe, 37.35 at% Ti, 42.72 at% N y 4.40 at% de Al (fig. 12R).



a)



b)

Figura 11R. S.E.M. fotomicrografía del acero IF en muestras recalentadas a 1200°C :
a) Matriz; b) Precipitado de TiN.

En algunos precipitados con tamaños mayores a las 2 μm , se llegó a detectar hasta un 0.41% atómico de azufre (fig. 13R).

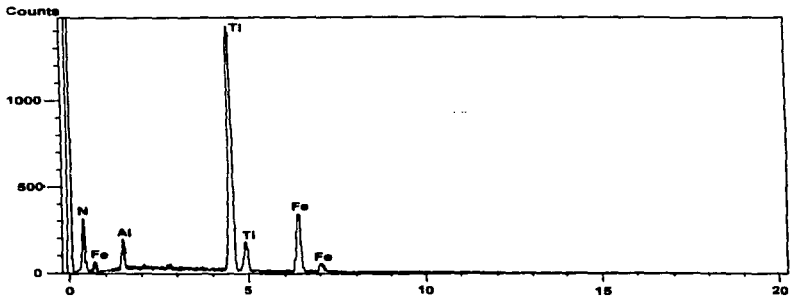


Figura 12R. S.E.M. microanálisis de un precipitado de TiN .

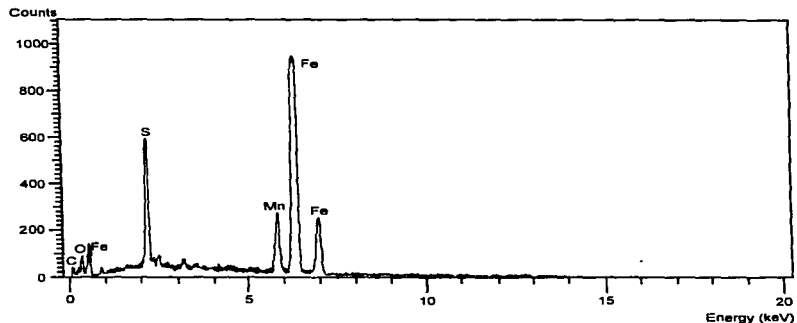
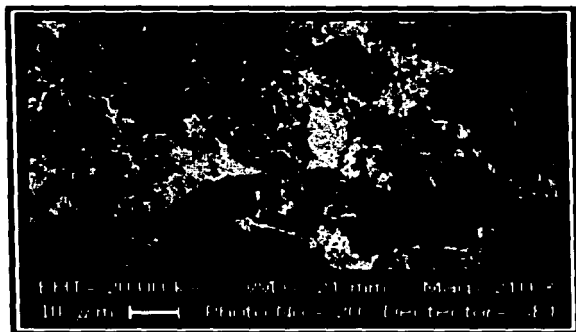


Figura 13R. S.E.M. microanálisis de un precipitado de TiN mayor a 2 μm con 0.41% de azufre.

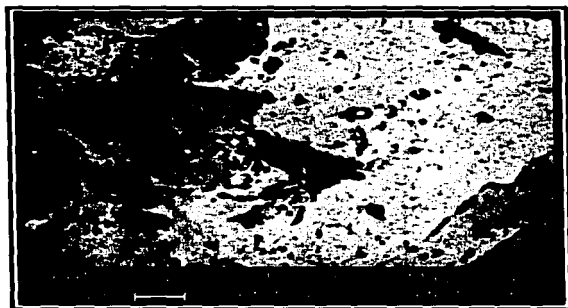
Los microanálisis efectuados en las muestras recalentadas a **1150°C** (fig. 14R) y **1050°C** (fig. 15R), siguieron el mismo comportamiento, así por ejemplo:

a) En precipitados menores a $1\ \mu\text{m}$ se detectó únicamente TiN, con un rango de composición que osciló entre 49.97 a 55.10 at% de Ti y de 44.90 a 50.03 at% de N. En muestras mayores a $1\ \mu\text{m}$, pero menores a las $2\ \mu\text{m}$, se detectó la presencia de TiN y AlN cuya composición se encuentra entre 47.84 y 50.14 at% de Ti, 40.22 a 46.52 at% de N y de 3.34 a 11.94 at% de Al (fig. 16R).

En muestras mayores a las $2\ \mu\text{m}$, se detectó la presencia de oxígeno; y en algunos de ellos, también se encontraron trazas de magnesio. El oxígeno presente estuvo en el rango de 44.87 a 45.94 at%, mientras que el porcentaje de magnesio varió desde 1.54 hasta 1.55 at% (fig. 17R).



a)

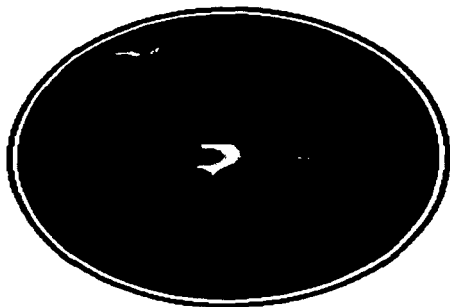


b)

Figura 14R. S.E.M. fotomicrografías del acero IF austenitizado a 1150 °C:
a) Microestructura; b) Precipitados de TiN.



a)



b)

Figura 15R. S.E.M. fotomicrografías del acero IF austenitizado a 1050 °C:
a) Matriz ferrítica; b) Partícula de TiN/Al_2O_3 .

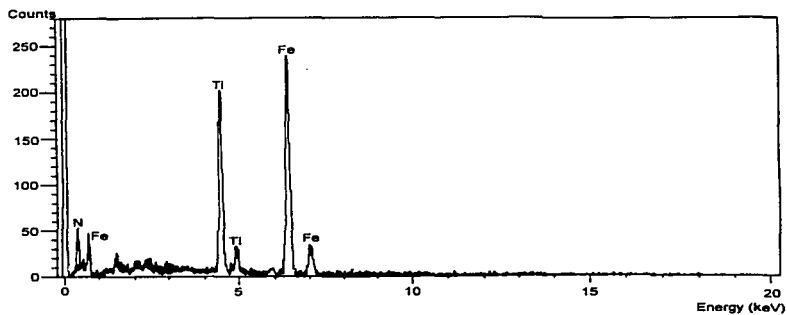


Figura 16R. S.E.M. microanálisis de precipitados menores a 1 μ m .

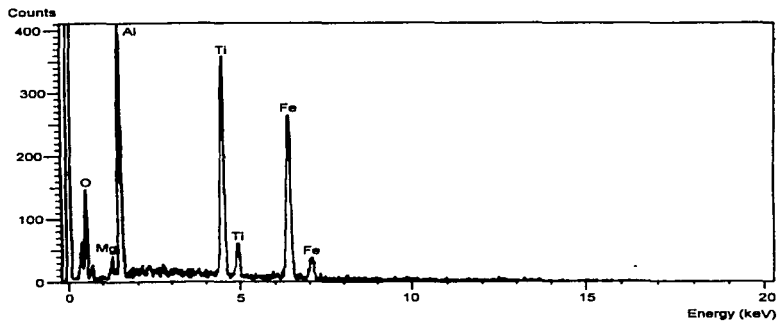


Figura 17R. S.E.M. microanálisis de precipitados mayores a 2 μ m;

Microscopía de Transmisión (T.E.M.).

De acuerdo con las observaciones realizadas mediante la técnica de microscopía de transmisión, se obtuvieron los siguientes resultados:

En las muestras con tratamiento térmico, se observaron tres tipos de precipitados cuya morfología son: para el primero, esférica (fig. 18Ra); elongada, para el segundo (fig.18Rb); y para el tercero, ortorrómbica (fig. 18Rb). La presencia de $Ti_4C_2S_2$, para los precipitados con morfología esférica no fue detectada, debido a su tamaño tan reducido. En precipitados mayores a $1 \mu m$ se detectó la presencia de TiN y AlN. Apoyados sobre la teoría termodinámica de formación de partículas, se ha estimado que los precipitados de AlN se encuentran presentes en el acero líquido antes de que el Ti sea añadido en forma de ferroaleación. Además de la matriz ferrítica, nuevamente detectaron mediante patrones de difracción, partículas de TiN. En precipitados mayores a las $2 \mu m$, se presenta nuevamente la posibilidad de que el TiN esté nucleando en precipitados de AlN. Se llegó a esta deducción después de que se analizaron los patrones de difracción obtenidos, donde se determinó que los puntos con la intensidad más alta corresponden a una partícula de TiN. Las marcas de menor intensidad que describen el anillo interno, corresponden a un compuesto que tiene una distancia inter-atómica de 2.695 \AA , el nitruro de aluminio, AlN ³². Como ya se mencionó, esta observación permite considerar la posibilidad de que se presente una nucleación del TiN, sobre el AlN, partícula que crece epitaxialmente. Los patrones de difracción observados en las fotografías anteriores muestran la coexistencia del AlN y el TiN como precipitados coherentes. Las muestras austenitizadas poseen precipitados del tipo TiN y $Ti_4C_2S_2$, lo cual esta de acuerdo con lo reportado por N. Yoshinaga y col's.

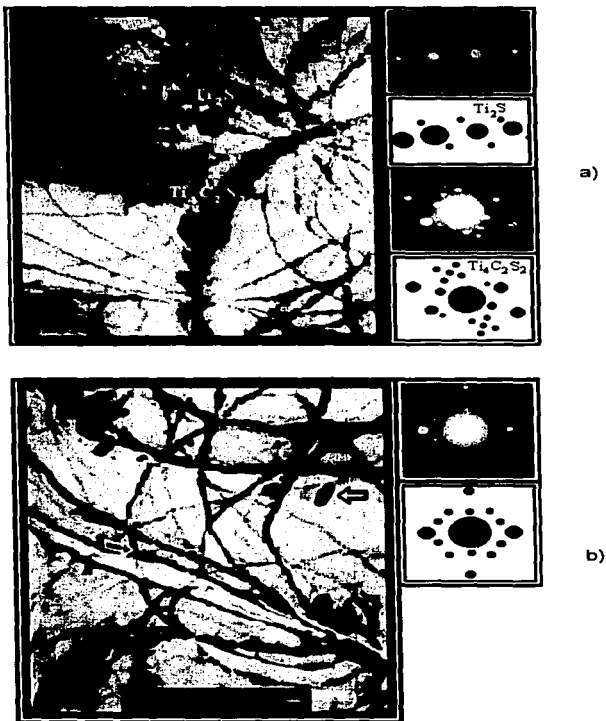


Figura 18R. T.E.M. fotomicrografías de precipitados con morfología: a) esférico (Ti_2S), y hexagonal ($Ti_4C_2S_2$); b) ortorrómbica (TiN), y elongada (No identificado).

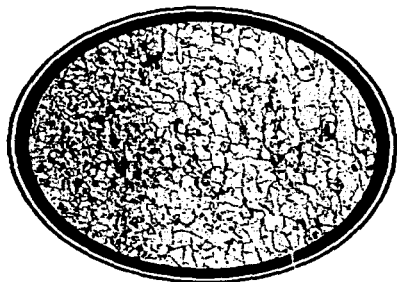
4.1.3 Laminación en caliente.

Microscopía óptica.

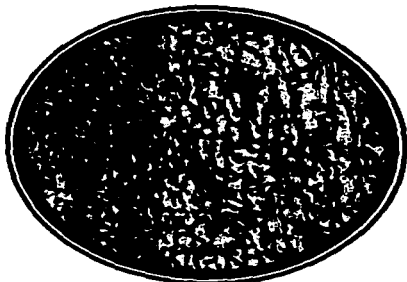
Las figuras 19R, 20R y 21R muestran la microestructura que poseen en su sección longitudinal, los especímenes laminados en caliente. En la figura 19R se aprecia la placa cuya temperatura final de la laminación en caliente fue de **950 °C**. En esta se encontró que el tamaño de grano permaneció casi constante en la parte central de la lámina, disminuyendo a medida que nos acercamos a sus extremos. Esto se debe a que fueron estas superficies las que estuvieron en contacto directo con los rodillos de laminación. El tamaño de grano en la parte central de la placa fue aproximadamente de $70\mu\text{m}$ de largo por $15\mu\text{m}$ de ancho. En los extremos de la placa, el tamaño de grano medía al rededor de $15\mu\text{m}$, observándose la presencia de precipitados en la matriz. Es importante mencionar que al finalizar la operación de laminación en caliente, el acero se encontraba en fase austenítica, dejándose enfriar posteriormente al aire libre. La figura 20R muestra la microestructura de la placa cuya temperatura final de laminación en caliente fue de **880 °C**. A esta temperatura el acero se encontraba en fase de transición de austenita a ferrita, es decir, en la región $\alpha + \gamma$. En este caso, se encontró que en algunas regiones a lo ancho de la placa, en especial en la zona central, el tamaño de grano fue de aproximadamente $75\mu\text{m}$ de largo por $30\mu\text{m}$ de ancho. Los granos cuyo tamaño fue el más pequeño se encontraron en las orillas de las láminas. El tamaño aproximado de estos granos fue de $30\mu\text{m}$. A diferencia de la microestructura observada en la muestra anterior, se detectaron precipitados tanto en matriz como en los límites de grano. En las microestructuras de las dos condiciones descritas anteriormente, también se observa la elongación de los granos en la dirección de deformación.



a)



b)



c)

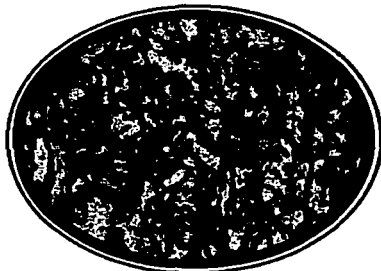
Figura 19R. Microestructura del acero IF laminado en caliente: a) 250 X ; b) 500 X; c) detección de bordes.
(Temperatura final de laminación : 950°C)



a)



b)

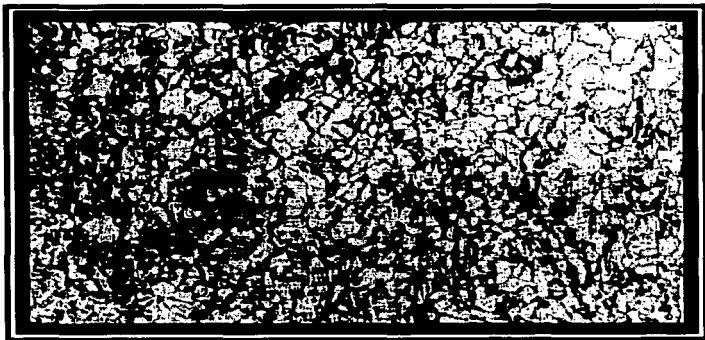


c)

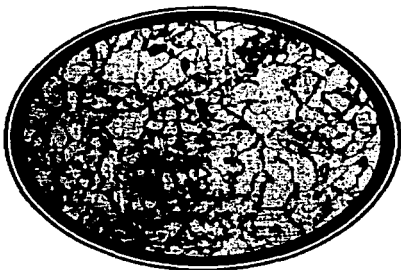
Figura 20R. Microestructura del acero IF laminado en caliente: a) 250 X ; b) 500 X; c) detección de bordes.
(Temperatura final de laminación : 880°C)

La figura 21R presenta la microestructura de las placas de acero IF laminadas en caliente, cuya temperatura al final del proceso fue **660 °C**, (región ferrítica). En este caso, la morfología del grano fue más uniforme, lo cual es una evidencia de que la recristalización se presentó únicamente en determinadas áreas de la placa. Se hallaron precipitados tanto en matriz, como en los límites de grano; con la diferencia de que su tamaño fue mayor que el de las partículas encontradas en las placas obtenidas bajo las dos condiciones anteriores. En las fotografías mostradas en la figura 22R, a y b, se observa con mayor claridad esta situación. En los granos y en los límites de estos es claramente apreciable la presencia de precipitados (fig.22Ra), los cuales en su mayoría, y debido a su forma, parecen ser de TiN. La diferencia entre el tamaño de los granos no es muy marcada, aunque son visibles algunas áreas de granos relativamente pequeños. La diferencia entre las dimensiones de los precipitados se puede apreciar en la figura 22Rb, entre el precipitado rombohédrico que se encuentra en la región central de la foto y el de la región izquierda inferior; aparentemente el primero es mayor de 2 μm y el segundo de alrededor de 1 μm .

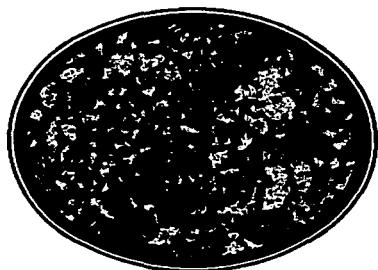
Una tercera partícula es observada junto al TiN de la región central. Analizando su contorno, se llega a apreciar que la base de esta tiene una forma semi-rombica (es decir, de la mitad de un rombo), y que en su centro existe una pequeña sombra. De acuerdo con lo reportado por Kundielka¹¹ y Lui¹² se cree que es tal partícula es un precipitado en transformación, posiblemente de TiN a Ti₂S, o tal vez es una triple transformación, es decir, de TiN a Ti₂S y éste a su vez a Ti₄C₂S₂. Esto no se sabe, ya que aún es desconocida la velocidad de las transformaciones y el momento en que se dan. Sin embargo se espera que pronto se encuentren las respuestas a estos fenómenos.



a)



b)

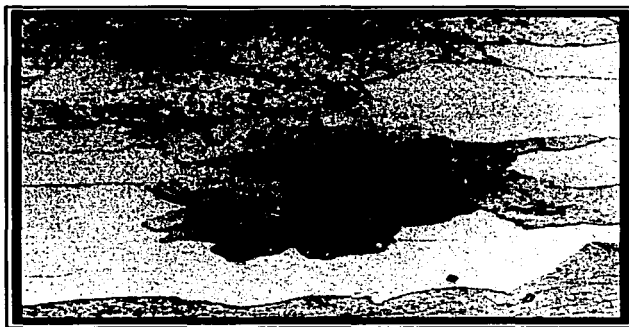


c)

Figura 21R. Microestructura del acero IF laminado en caliente: a) 250 X ; b) 500 X; c) detección de bordes.
(Temperatura final de laminación : 660°C)



a)

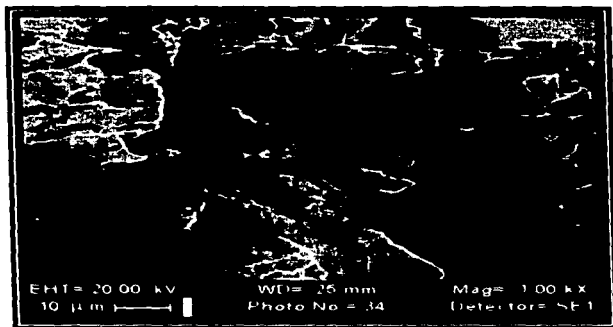


b)

Figura 22R. Fotomicrografías de la estructura del acero IF laminado en caliente:
a) Morfología de granos ferríticos; b) Partículas de TiN.

Microscopía de barrido (S.E.M.).

Continuando con el análisis de partículas, se realizaron una serie de microanálisis sobre las partículas que se presentan en las figuras 23Ra y 23Rb. Los microanálisis efectuados en el centro de las partículas con morfología romboédrica mostraron la información presentada en la figura 24R. La figura 25R presenta los picos principales, encontrados durante el análisis de precipitados mostrados en la figura 26R, lo cual indica que se tratan básicamente de carburos de hierro. Es importante mencionar que este tipo de precipitados fue observado principalmente en las placas laminadas en caliente cuya temperatura final de laminación de 950 y 880°C. Aunque este tipo de precipitados fue detectado anteriormente en las muestras calentadas a las temperaturas de 1050, 1150 y 1200 °C, los microanálisis efectuados a este tipo de compuestos confirman la teoría de que estas partículas, y en especial aquellas que presentan tamaños mayores a los de una micra, nucleaban en precipitados de nitruro de aluminio. Los resultados de los microanálisis realizados a las muestras laminadas en caliente, con temperatura final de laminación de 660°C mostraron, aparte de los precipitados de nitruro de aluminio/nitruro de titanio, nitruro de titanio y carburos de hierro, un precipitado rico en azufre. La morfología de este precipitado se presenta en la figura 27R, y los microanálisis efectuados sobre éstos son mostrados en la figura 28R, el cual se presume es una partícula de carbosulfuro de titanio, $Ti_4C_2S_2$.



a)



b)

Figura 23R. S.E.M. fotomicrografía de la estructura de granos elongados (a); y de una partícula de TiN pura (b).

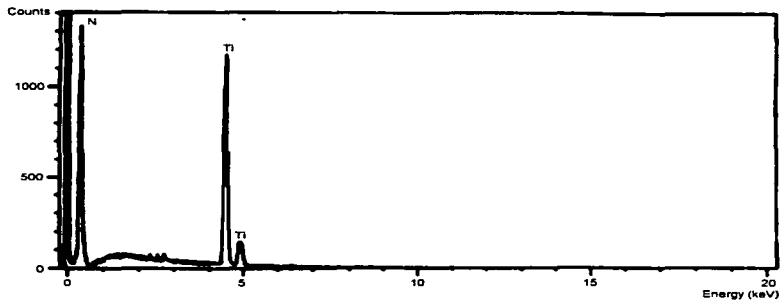


Figura 24R. S.E.M. microanálisis del centro de partículas con morfología romboédrica

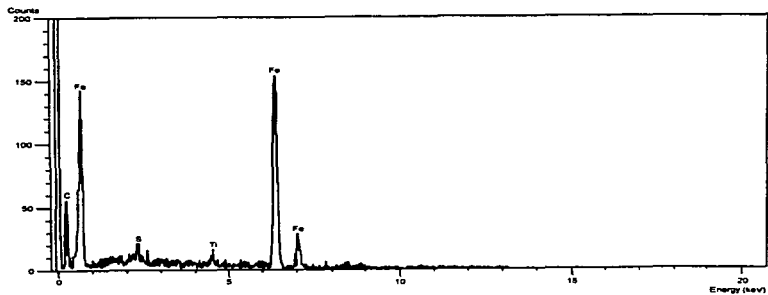
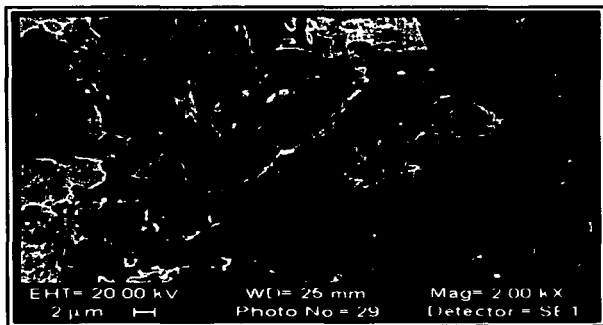


Figura 25R. S.E.M. microanálisis del centro de precipitados de carburo de hierro.

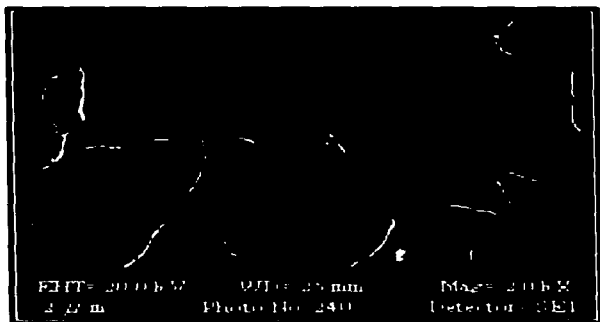


a)



b)

Figura 26R. S.E.M. fotomicrografías de precipitados de carburos de hierro



a)



b)

Figura 27R. S.E.M. fotomicrografías de partículas ricas en azufre.
(Acero IF, temperatura final de laminación = 660° C).

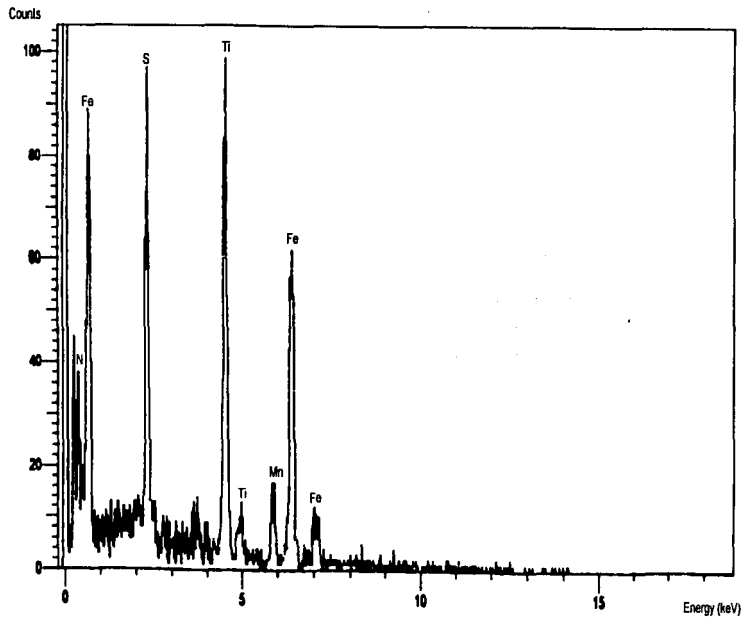


Figura 28R. S.E.M. microanálisis de un precipitado de Carbosulfuro de Titanio.

Microscopía de transmisión (T.E.M.).

Las figuras 29R y 30R, presentan la morfología observada tanto en matriz como en precipitados. Aquí se pueden observar los precipitados de nitruro de titanio (figura 29Ra), carburos (figura 29Rb), granos elongados de bainita (figura 30Ra) y posibles carbosulfuros (figura 30Rb).

De acuerdo con lo observado anteriormente, y con respecto a los precipitados encontrados en las placas laminadas en caliente, se puede mencionar lo siguiente:

- i) La principal morfología encontrada en los precipitados es aquella que es similar a un rombo. Estas partículas fueron identificadas como nitruro de titanio en las muestras recalentadas, y se detectaron principalmente en matriz .
- ii) Se encontraron algunas zonas en las cuales se observa una precipitación masiva en matriz, de partículas de morfología esférica, aparentemente son sulfuros de titanio (Ti_2S).
- iii) Otra morfología observada, es aquella en la cual se puede apreciar una transformación de una partícula rombohédrica a otra del tipo semi-elongado.

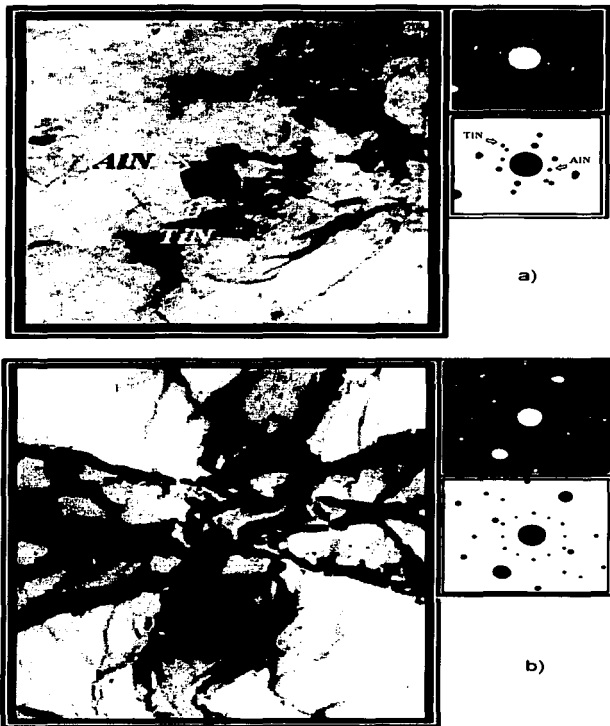


Figura 29R. T.E.M. fotomicrografías de dos tipos de precipitados: a) Nitruro de titanio ; b) Carburos. (acero IF laminado en caliente).

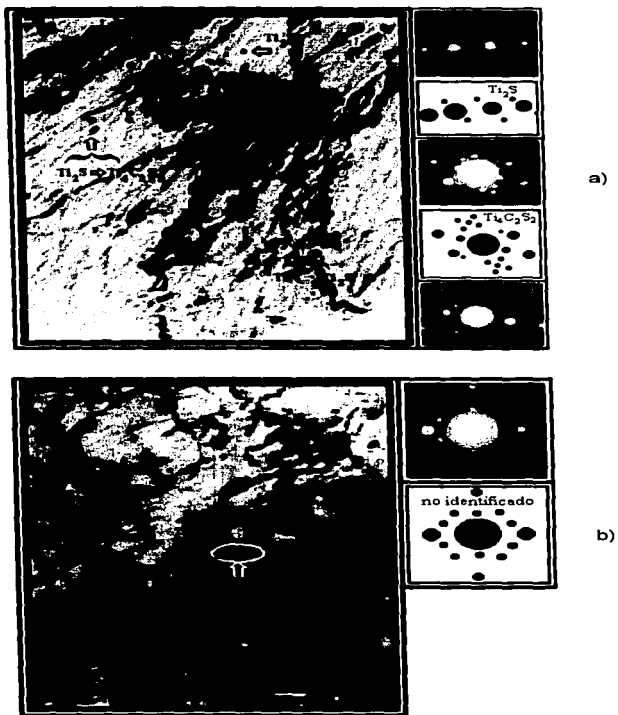


Figura 30R. T.E.M. fotomicrografía de una área con precipitación masiva de partículas de: a) TiN , TiN a Ti_2S , Ti_2S a $Ti_4C_3S_2$; y $Ti_4C_3S_2$; b) elongadas, (no identificadas).

Difracción de rayos-X.

Finalmente, las figuras 31Ra a 31Rc, presentan los picos de difracción de rayos-X obtenidos en las muestras laminadas en caliente, estas son : láminas con temperatura final de laminación de : 920 °C (figura 31Ra), 880 °C (figura 31Rb) y 660 °C (figura 31Rc). En estas figuras se presenta de manera cualitativa el tipo de textura que posee cada lámina en su respectiva región de transformación., indicando que la textura predominante en los tres lotes de muestras (cuya temperatura final de laminación fue de : 950°C, 880 °C y 660°C), es la (110), seguida de la (200) , y la (211) respectivamente.

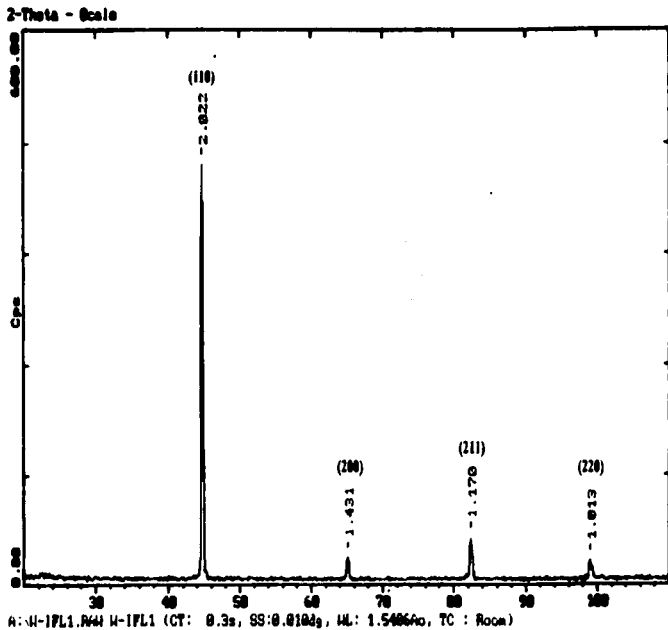


Figura 31Ra. Gráficas de difracción de rayos-X del acero IF laminado en caliente.

(Temperatura Final de Laminación = 950°C).

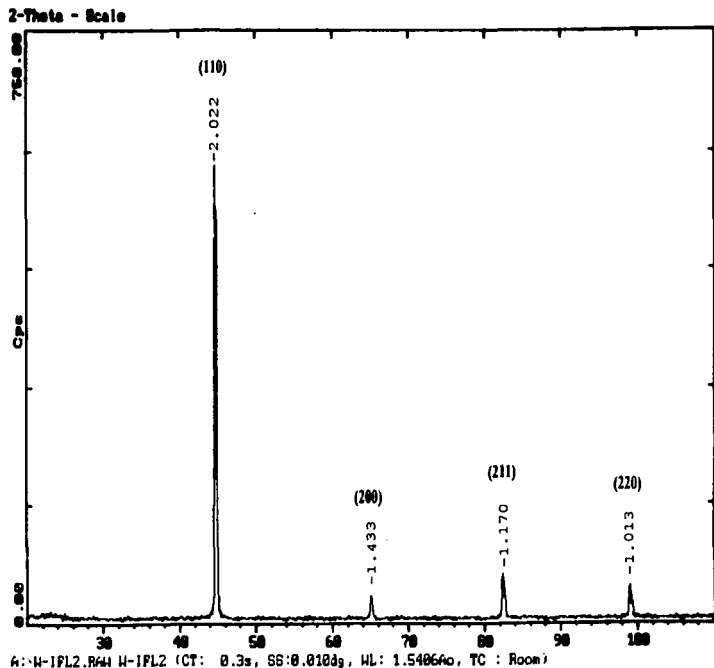


Figura 31Rb. Gráficas de difracción de rayos-X del acero IF laminado en caliente.
(Temperatura Final de Laminación = 880°C).

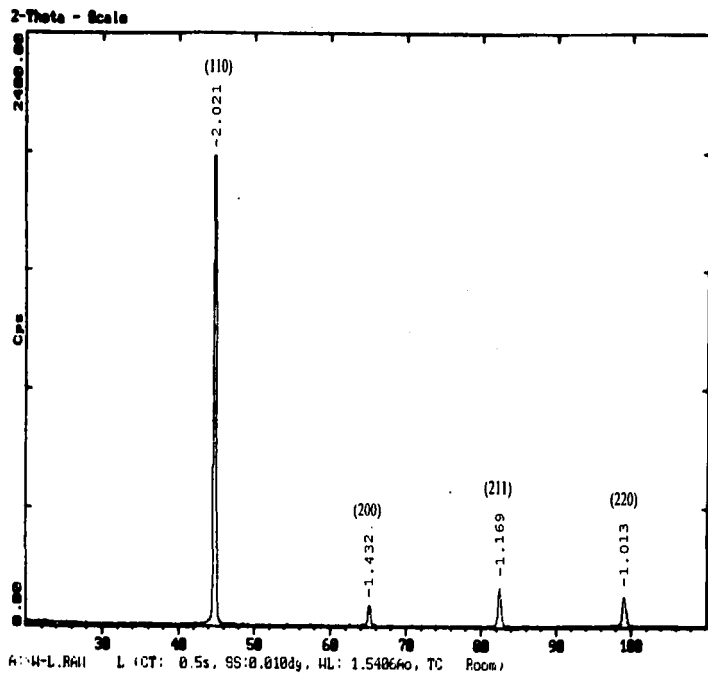


Figura 31Rc. Gráficas de difracción de rayos -X del acero IF laminado en caliente.

(Temperatura Final de Laminación = 660°C).

FALTA PAGINA

No. 119

CAPITULO V

CONCLUSIONES

La estructura ferrítica de colada muestra una cantidad considerable de precipitados con forma ortorrómbica. Se practicaron una serie de microanálisis en gran número de éstas partículas, los cuales mostraron que los principales elementos que lo conforman son nitrógeno y titanio, en una proporción aproximada de 50%-50%. De acuerdo con esto, se establece la presencia de precipitados de nitruro de titanio en una estructura ferrítica. El tamaño de estas partículas se clasificó según su tamaño, esto es: a) las partículas cuyo tamaño es menor a $0.5 \mu\text{m}$, principalmente de TiN. En precipitados mayores de $2 \mu\text{m}$., se observó un fenómeno muy singular, el cual no ha sido reportado en ninguna de las bibliografías consultadas, este es, la formación de un nitruro de titanio alrededor de un nitruro de aluminio. Este fenómeno podría ser explicado mediante la estabilidad de los compuestos formados, es decir, la estabilidad del nitruro de titanio es mayor que la estabilidad del nitruro de aluminio, bajo un rango de temperaturas. Así pues como el Nitruro de Titanio es más estable que el Nitruro de Aluminio hay mayor probabilidad de que se forme el primero que el segundo. Otra observación importante con respecto a este tipo de partículas es, que en las muestras austenitizadas a 1200°C se disolvieron los TiN simples, pero no los TiN que nuclearon en AlN. Debido a la nula información que existe con respecto a este caso no es posible profundizar, manteniendo este comportamiento aún bajo análisis.

Una de las principales observaciones realizadas permitió establecer que las adiciones de titanio en forma de ferroaleación cumplió con el objetivo programado, es decir, realizó la estabilización del nitrógeno, uno de los principales elemento intersticiales ha remover. Se estima que la estabilización de este elemento se realizo en el periodo en el cual se añadieron las ferroaleaciones de titanio al baño líquido. Es muy posible que un pequeñísimo porcentaje de titanio y nitrógeno aún permanezca en solución sólida con la ferrita. Sin embargo, como ya fue explicado, las condiciones a las se somete la placa durante la operación de laminación en caliente proporcionaron la temperatura y la energía necesaria y propician la expulsión, o segregación, del carbono remanente en solución sólida con la ferrita, formando nuevas partículas o transformando las ya existentes.

Las muestras laminadas en caliente que mostraron una mejor respuesta al proceso de rolado fueron aquellas que se laminaron a 1200° c y se terminaron de laminar a 950°C. Al comparar los resultados experimentales con los reportados en la literatura, en lo que respecta a laminación en caliente, principalmente textura y precipitación, se observa que las condiciones en las que se encuentra el material hasta este punto está dentro de un rango, que si no es el óptimo (estructura con planos en la dirección 110), sí es el adecuado para promover la formación de una estructura nueva (planos con dirección 111), que será obtenida después de un proceso de laminación en frío y de un recocido, llamado de recristalización. Dicha microestructura estará conformada por granos de ferrita cuyo tamaño en promedio será de 50 μm aprox., con precipitados en matriz, principalmente, Esta última característica es muy importante ya que de ella depende en gran parte la formabilidad del producto recocido final.

GLOSARIO

Adherencia térmica	Facilidad con la que una capa de material se adhiere a una lámina de acero, bajo una temperatura adecuada.
Agentes aleantes	Elementos que se añaden y permanecen en un metal, que cambian su estructura y sus propiedades.
Aleación	Producto homogéneo, de propiedades metálicas, compuesto de dos o más elementos, donde uno de los cuales, al menos, debe ser metal, sin que haya combinación química entre ellos.
Alto horno	Horno de cuba alta provisto de soplo, para producir arrabio por reducción de minerales de hierro, mediante carbon, generalmente de coque o carbón vegetal *.
Anisotropía	Característica por medio de la cual se tienen diferentes valores de una propiedad en diferentes direcciones.
Arrabio	(o hierro de primera fusión), es el hierro producido por reducción de minerales de hierro en alto horno. Es un producto frágil y no forjable, que sale líquido del horno

y puede vaciarse en forma de lingotes mediante una máquina lingoteadora. Por su composición química es un hierro con altos contenidos de carbono (3.0 a 4.5 %) y silicio (0.5 a 3.5%) y otros elementos como manganeso, fósforo y azufre *.

Austenita

Solución sólida intersticial de carbono en Hierro- γ .

Austenización

Proceso en el cual se forma austenita por el calentamiento de una aleación ferrosa, en la zona de transformación (austenitización parcial), o arriba de la línea de transformación, (austenitización total) .

Bandas de deformación

Partes de un cristal que ha rotado en dirección diferente durante la deformación para producir bandas de orientación variada dentro de granos individuales.

Carburo

Compuesto de carbono con uno o más elementos metálicos.

Cementita

Es un carburo de hierro (Fe_3C) que cristaliza en un sistema ortorrómbico y cuya composición es 6.67% de carbono y 93.33% de hierro.

Colada continua.

Procedimiento de colada en el cual se producen placas que avanzan y solidifican a medida que se va vertiendo el metal líquido en una lingotera sin fondo*.

Crecimiento de grano

Incremento en el tamaño de grano de un metal, que comúnmente resulta del calentamiento a elevada temperatura.

Deformación

Es la variación que presenta un material (o una probeta) en su tamaño, forma o dimensiones iniciales debido a la aplicación de una fuerza. La deformación unitaria es cantidad abstracta, pero frecuentemente se expresa en cm/cm, mm/mm, etc .

Descarburización

Es la pérdida o eliminación de carbono en una aleación ferrosa, provocada por la reacción con oxígeno que contiene el acero líquido.

Desgasado

Operación mediante la cual se eliminan los gases producidos por la reacción de oxidación del carbono, utilizando una bomba de vacío.

Desoxidación

Operación mediante la cual se agregan elementos aleantes al acero líquido, principalmente Al, para eliminar el oxígeno que aún permanece en él.

Diagrama de fases

(también llamado diagrama de equilibrio térmico), es en realidad una carta que muestra la relación entre la composición, la temperatura y la estructura de cualquier serie de aleaciones.

Difracción de rayos - X

Técnica analítica en la cual se realizan mediciones de los ángulos de los R-X dispersados preferencialmente por la muestra (así como de las intensidades dispersadas en varios ángulos), en orden para deducir información de la naturaleza del cristal del espécimen, (estructura cristalina, orientaciones, etc).

Dislocación

Imperfección lineal en un arreglo de átomos. Los dos tipos básicos reconocidos son:

a) Lineal o de borde.- consiste en la introducción o eliminación de una hilera (plano) de átomos adicionales en la red cristalina.

b) Helicoidales.- Se diferencia de las lineales en que el desplazamiento de los átomos es paralelo a la línea de dislocación y no perpendicular.

Dispersoides

Partículas finamente divididas, de constituyentes relativamente insolubles, visibles en la microestructura de ciertas aleaciones.

Ductilidad

Es la propiedad de un material para deformarse plásticamente antes de la fractura. Se valúa por :

- 1) Valores comparativos de alargamiento o de reducción de área de pruebas de tensión.
- 2) Por la profundidad de la copa en un prueba de "copa"
- 3) Por el radio o el ángulo de dobléz que soporta el material en una prueba de doblado *.

Elementos intersticiales

Son aquellos elementos, de átomos con radio atómico menor a 1 \AA , que se acomodan en los espacios o intersticios de la estructura cristalina del solvente.

Endurecimiento por flama (BH)

Proceso en el cual se endurece una aleación ferrosa, calentándola mediante una flama y enfriándola según se requiera .

Energía libre de Gibbs

Máximo trabajo útil que se obtiene de un sistema químico sin que exista un cambio neto en la temperatura o presión.

Envejecido

Es el incremento en la dureza causado por la precipitación de un constituyente en una solución sólida sobresaturada .

Esfuerzo

Es la intensidad de las fuerzas internas o componentes de estas fuerzas, en un punto de un cuerpo que actúa en un plano determinado a través de ese punto, el esfuerzo se expresa como una fuerza sobre unidad de área (Kg/cm^2 , Lb/in^2).

Estructura cristalina

Es un arreglo de paralelepípedos consecutivos formados por un espacio dividido por tres arreglos de planos paralelos, que tienen igual espaciamento. Existen siete formas de arreglos, los cuales corresponden a los siete sistemas cristalinos, el paralelepípedo unitario es comúnmente elegido como la celda unitaria del sistema.

Ferrita

Solución sólida de carbono (u otros elementos) en hierro alfa .

Ferroleaciones

Son aleaciones que contienen un alto porcentaje de hierro y de otro metal, y se utiliza para agregar ese

metal al hierro o al acero fundido, lo cual se logra al fundirse las ferroaleaciones en el baño de acero.

Esfuerzo de fluencia

Es el esfuerzo máximo al cual, después de una deformación elástica, se presenta una deformación plástica o permanente.

Formabilidad

Capacidad de una lámina de acero para ser deformado localmente sin que presente agrietamiento o fractura.

Grano

Cristal individual en una aleación o metal policristalino, incluyendo regiones bifásicas o subgranos, si están presentes.

Hierro alfa

Fase alotrópica del hierro puro que cristaliza en el sistema cúbico de cuerpo centrado. Es estable a una temperatura menor de 910 °C *.

Hierro esponja

Hierro producido por reducción directa de los minerales de alta concentración, mediante calentamiento en contacto con un gas en presencia de un catalizador. El producto conserva la forma original del mineral, pero con mayor porosidad.

Hierro gamma

Fase alotrópica del hierro puro que cristaliza en el sistema cúbico de caras centradas y que es estable a las temperaturas de 910 °C a 1400 °C .

Inclusiones

Partículas de material externo en una matriz metálica. Las partículas son comúnmente compuestos, tal como los óxidos, sulfatos o silicatos, pero también puede ser cualquier sustancia externa insoluble en la matriz.

Inspección metalográfica

Consiste en la observación de probetas representativas o trozos de los productos mismos, después de ser pulidas y atacadas debidamente con reactivos adecuados. Su objeto es estudiar la estructura cristalina del metal con el fin de informarse de sus tratamientos y de sus características mecánicas, ya que de dicha estructura dependen fundamentalmente sus propiedades.

Lamina en caliente

Producto de acero laminado en caliente partiendo de lingotes o planchones cuyo ancho es de 450 mm o mayor y cuyo espesor es menor de 5 mm. Puede suministrarse en rollos o en hojas.

Limite de fluencia (o elástico)

Es el mayor esfuerzo que un material es capaz de soportar sin presentar una deformación permanente, después que se ha eliminado totalmente el esfuerzo aplicado.

Limite de grano

Interfase que separa a dos granos en la cual la orientación de la red cristalina cambia de un grano a otro. Cuando el cambio en la orientación es muy pequeño, el limite es algunas veces referido como una estructura con un sub-limite.

Línea A₁

Es la temperatura a la cual la ferrita se empieza a transformar en austenita, o viceversa, durante la operación de calentamiento, o de enfriamiento, respectivamente *.

Módulo de elasticidad

Es la relación del esfuerzo a la deformación unitaria correspondiente, antes del límite proporcional (FL^2).

Se designa :

- a) Para tensión o compresión: $E =$ Módulo de Young.
- b) Para cortante o torsión: $G =$ Módulo de rigidez, módulo cortante o módulo torsional *.

Molino de laminación

Dispositivo compuesto de dos cuerpos que giran en direcciones opuestas, entre los cuales es pasado un metal o aleación, con el fin de disminuir su espesor y/o darle una forma deseada.

Matriz

Es la fase continua principal en la que otro constituyente es dispersado.

Perlita

Constituyente eutectoide de composición de 0.89% de carbono y el resto de hierro. Está formada por láminas alternadas y paralelas de hierro alfa y cementita. Se produce por la descomposición de austenita mediante un enfriamiento lento. Las láminas alternadas se llaman perlita laminar.

Precipitación

Separación de una nueva fase de la solución líquida o sólida, usualmente con el cambio en en las condiciones de temperatura, presión o ambos.

Recocido

Proceso que consiste en calentar y sostener una temperatura adecuada y después calentar y sostener a una temperatura adecuada y después enfriar a una velocidad conveniente, para propósitos tales como: reducir la dureza, mejorar la maquinabilidad, facilitar el

trabajo en frío, producir una microestructura deseada u obtener las propiedades deseadas, ya sea mecánicas, físicas u otras.

Recristalización

Cambio de una estructura cristalina a otra, y que se presenta durante el calentamiento o enfriamiento a través de la temperatura crítica. Es la formación de una estructura cristalina libre de esfuerzos a partir de una estructura existente en un metal trabajado en frío. Esa transformación se logra generalmente por calentamiento .

Resistencia a la tensión

Es el máximo esfuerzo de tensión que un material es capaz de soportar. se calcula con la carga máxima en un prueba de tensión llevada hasta la ruptura y con el área de la sección transversal original del espécimen.

Solución sólida

Cualquier solución en estado sólido y que consta de dos clases de átomos combinados en un tipo de red espacial.

Solución Sólida Intersticial

Se forma cuando átomos de pequeños radios atómicos se acomodan en los espacios o intersticios de la estructura reticular de los átomos solventes más grandes.

SEM**(Scanning Electron Microscopy)**

Microscopía Electrónica de Barrido, es una técnica analítica en la cual una imagen es formada en un tubo de rayos catódicos, cuyo rastreo está sincronizado con el barrido del punto de un haz de electrones seguido sobre una área de la superficie de la muestra. La brillantes de la imagen en cualquier punto es proporcional a la dispersión por una emisión secundaria del punto en la muestra siendo impactado por el rayo de electrones.

TEM**(Transmission Electron Microscopy)**

Microscopía de Transmisión de Electrones, es una técnica analítica en la cual una imagen es formada en un tubo de rayos catódicos, cuyo rastreo está sincronizado con el rastreo de un rayo de electrones sobre una área de la superficie muestra. La imagen se forma por la dispersión de los electrones fuera del haz.

Temperatura de recristalización

Temperatura mínima cercana a la cual, se completa la recristalización de un metal que ha sido trabajado en frío y que se produce en un tiempo determinado °.

Temperatura de transformación

Es la temperatura en la cual ocurre un cambio de fase. este término se emplea a veces para denotar la temperatura limita de un ámbito de transformación.

Textura

Es la alineación preferencial de la red cristalina de la mayoría de los granos, en un agregado cristalino.

Tratamiento térmico

Es aquel calentamiento seguido de un enfriamiento que se aplica a metales, aleaciones u otros materiales, con el objeto de que adquieran ciertas propiedades físicas y químicas. Si el calentamiento es con el único propósito de procesar en caliente, no es un tratamiento térmico *.

Velocidad crítica de enfriamiento Es la velocidad mínima de enfriamiento continuo para evitar la formación de estructuras no deseadas.

Zona afectada por el calor

Porción del metal base que no fué fundida durante el soldado, o cortado, pero que su microestructura y sus propiedades mecánicas fueron alteradas por el calor.

Zonas de transformación

(o límites de temperaturas de transformación). Son aquellos límites de temperatura dentro de los cuales se forma una fase durante el calentamiento y sufre transformaciones durante el enfriamiento. Los límites de temperatura de las zonas dependen de la composición de la aleación y de la velocidad en el cambio de la temperatura, particularmente durante el enfriamiento.

BIBLIOGRAFIA

" Production of Interstitial Free Slabs"

Steelmaking conference Proceedings
T. Kuwabara, T.Hiroaka, T. Nuibe, H.Fuji, S.Tanaka
Vol. 7, pag. 381 - 387
1987

" Comprehensive Refining Process by the Q-OP-RH

Route for Ultra Low Carbon Steels
Steelmaking Conference Proceedings
H. Kondo, K. Kameyama, H. Nishikawa, T. Fuji
Vol. 72, pag. 235 - 239
1989

"Production of Ultra Low Carbon Steel at Sollac, Dunkirk"

Steelmaking Conference Proceedings
M.Nadif, D. Brachet
Vol. 72, pag. 227 - 233
1989

"Vaccum Degassing of Steel"

The Iron and Steel Institute, Special Report
A.V. Bradshaw & FD. Richardson
Num. 92
Mayo, 1965

"International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels - 94"

The Iron and Steel Institute of Japan
D.O. Wilshynsky ' Dresler, D.K. Matlock and G. Krauss
pag's 13 - 31
Mayo, 1994

"Development of Ultra Low Carbon Steels with Excellent Formability"

Nippon Kokan Technical Report (Overseas)
H. Tanaka, Y. Ogura, K. Yoshiota, T. Hirose, H. Yamana, M. Sako.
Núm. 48, pag's. 21 - 261
1987

"Metallurgy of Formable Vacuum Degassed Interstitial Free steels. Metallurgy of Vacuum degassed Steel products".

Gupta, I. and Bhattacharya, D.
editado por R. Pradhan, TMS - AIME
Indianápolis, 1997

"Metallurgical Aspects on Interstitial Free Sheet Steel from Industrial Viewpoints".

Takechi, Hiroshi.
ISIJ International
Vol. 34, pag's 1 - 8
1994

"Compendio de términos siderúrgicos"

Juan Latapi
Altos Hornos de México, S.A.
Siderurgica Lázaro Cárdenas
Las truchas, S.A.
SIRCATSA
3^{er} edición

**"Material Science and Technology,
A Comprehensive Treatment"**

R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer
Constitution and Properties of Steels
Volumen 7
New York, 1992

"Metals and Alloys"

**Selected Powder Diffraction Data
Data Book
Volumen 1 y 2
1ª Edición
1989**

REFERENCIAS.

- 1.- O. Kwon and K. Z. Min, International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels-94, The Iron and Steel Institute of Japan, May, 1994, pp 9-12.
- 2.- H. Takechi, ISIJ International, 34 (1) (1994), 1-8.
- 3.- Technology of Continuously Annealed Cold-Rolled Sheet Steel: R. Pradhan, Editor, TMS, Warrendale, Pennsylvania, 1992.
- 4.- R. G. Blossley, R. M. Feller, D. Giedeman, R. J. Hennessey: Start-up and Operation of the Ladle Metallurgy Facility at LTV Steel, Indiana Harbor Works, Steelmaking Conference Proceedings, 2 (1989), 239-251.
- 5.- M. Nadif, D. Brachet: Production of Ultra Low Carbon Steel at Sollac, Durkirk, Steelmaking Conference Proceedings, 72 (1989), 227-233.
- 6.- T. Obara and D. Tsunoyama: Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel, ISIJ, Tokio, (1987), 149.
- 7.- H. Takechi, O. Akisue and T. Yakushiji: Tsetsu-to-Hagané, 74 (1988), 1617.
- 8.- L. Meyer et al. International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels, The Iron and Steel Institute of Japan, Tokio, 1994, pp. 203.
- 9.- The Iron and Steel Institute of Japan, International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels-94, Volúmen I.
- 10.- N. Takahashi, M. Shibata, Y. Furuno, H. Hayakawa, T. Asai and Y. Yamashita: Tetsu-to-Hagané, 68 (1982) S588.
- 11.- R. Yoda, I. Sukatani, T. Inoue and T. Saito, ISIJ International, 34 (1994) 70.
- 12.- H. Takechi, O. Akisue ISIJ International, ISIJ International, 34 (1991) 1.
- 13.- H. Kudielka and H. Rohde, Z. Krist., 111 (1960) 447.
- 14.- W. J. Lui, S. Yue and J. J. Jonas, Metall. Trans., 20A (1989) 1907
- 15.- T. Miyoshi and S. Hashimoto, Tetsu-to-Hagane, 76 (1992) 862.
- 16.- I. Tsukatani et al., Tetsu-to-Hagane, 74 (1988) 1501
- 17.- H. Hayakawa et al., Tetsu-to-Hagane, 69 (1983) S594.
- 18.- H. Ohtaniet al., Calphad, 12 (1988) 225.
- 19.- T. Ohara and K. Tsunoyama: Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel, ISIJ, Tokio, 1987, 149

-
- 20.-S. Hashimoto and T. Yakushiji, Tetsu-to-Hagane, 74 (1988) 1617.
 - 21.- A New Era of Pneumatic Steelmaking, Iron and Steelmaker 10(8) August, 1993.
 - 22.- R. J. Fruehan, Ironmaking and Seelmaking, 1 (1976) 33-38
 - 23.-T. Kuwabar, T. Hiroaka, T. Nuibe, H. Fuji, S. Tanaka: "Production of Interstitial Free Steel Slabs" Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 70, 1987, p 381-387.
 - 24.-R. G. Blossy, R. M. Feller, D. Giedeman, R. J. Hennessey: "Start-up and Operation of the Ladle Metallurgy Facility at LTV Steel, Indiana Harbor Works", Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 2, 1989, pp 239-251.
 - 25.- M. Nadif, D. Brachet:"Production of Ultra Low Carbon Steel at Sollac, Dunkirk", Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 72, 1989, pp 227-233.
 - 26.-H. Kondo, K. Kameyama, H. Nishikawa, K. Hamagami, t. Fuji:"Comprehensive Refining Process by the Q-BOP-RH Route for Ultra Low Carbon Steels", Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 72, 1989, pp 235-239.
 - 27.-D. A. Kittenbrink, W. Krajivk, M. Szatkowski:"The Start-up of the First RH-OB Degasser in North America", Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 71, 1988, pp 299-310.
 - 28.- M. A. H. van Es, A. van der Heiden, R. R. Beiser, R. Boom:"Metallurgical and Operating Results of the RH-OB Installation at Hoogovens Ijmuiden", Fachberichte Huttenpraxis Metallwieterverarbeitung, Vol. 24, No 10, 1986.
 - 29.-A. V. Bradshaw and F. D. Richardson:"Vacuum Degassing of Steel", TThe Iron and Steel Institute, Special Report No. 92, May, 1965.
 - 30.-H. Tanaka, Y. Ogura, K. Yoshiota, T. Hirosi, H. Yamana, M. Sako:"Development of Ultra Low Carbon Seels with Excellent Formability", Nippon Kokan Technical Report (Overseas), No 48, 1987, pp 21-26.
 - 31.- A. W. Cramb and M. Byrne, Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 67, 1984, pp 5-13 y M. Byrne, A. W. Cramb and T. W. Fenicie, Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 68, 1985, pp 451-463.