



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

**“TRATAMIENTOS TERMOMECAÑICOS MECANICOS Y
TERMICOS DE ACEROS LIBRES DE ELEMENTOS
INTERSTICIALES”**

TESIS



QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO METALURGICO

PRESENTA

JOEL BARON DE LA ROSA

Asesor: Dr. JULIO ALBERTO JUAREZ ISLAS

MEXICO, D. F.

2000



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Prof. M. En C. TERESITA ROBERT NUÑEZ.
VOCAL Prof. Ing. LEOPOLDO RODRIGUEZ REYES.
SECRETARIO Prof. Dr. JULIO ALBERTO JUAREZ ISLAS.
1er SUPLENTE Prof. M. en C. SERGIO GARCIA GALAN.
2do SUPLENTE Prof. Ing. ADRIAN MANUEL AMARO VILLEDA.

Sitio en donde se desarrolló el tema:

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, U. N. A. M.



Dr. JULIO ALBERTO JUAREZ ISLAS

ASESOR



JOEL BARON DE LA ROSA

SUSTENTANTE



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

ACEPTACION DE LA PRUEBA ESCRITA

SR. DIRECTOR DE LA FACULTAD DE QUIMICA
Presente.

Tesis

La prueba escrita desarrollada en la opción: () Trabajo monográfico de actualización
() Informe de práctica profesional

cuyo título es: ' TRATAMIENTOS TERMOMECAÑICOS, MECANICOS Y TERMICOS
DE ACEROS LIBRES DE ELEMENTOS INTERSTICIALES '

presentado por: BARON DE LA ROSA JOEL
de la carrera de: INGENIERIA QUIMICA METALURGICA

es de aceptarse.

EL JURADO REVISOR

Teresa Robert N.
M. en C. TERESITA ROBERT NUÑEZ
Presidente

Sergio Garcia Galan
M. en C. SERGIO GARCIA GALAN
1 er. Suplente

Leopoldo Rodriguez Reyes
Ing. LEOPOLDO RODRIGUEZ REYES
Vocal

Adrian Manuel Amaro Villeda
Ing. ADRIAN MANUEL AMARO VILLEDA
2 do. Suplente

Julio Alberto Juarez Islas
Dr. JULIO ALBERTO JUAREZ ISLAS
Secretario

A mis padres y hermanos

AGRADECIMIENTOS

- A la Universidad Nacional Autónoma de México; UNAM
 - Al Instituto de Investigaciones en Materiales; IIM
 - A la Facultad de Química, Edificio 'D'
 - Al Sistema Nacional de Investigadores; SNI
 - Dr. Julio Alberto Juárez Islas
 - M. en C. Teresita Robert Nuñez
 - Ing. Leopoldo Rodríguez Reyes
 - M. en C. Sergio García Galán
 - Ing. Adrián Amaro Villeda
 - Ing. Gerardo Aramburo Pérez
 - Ing. Maciel Cerda Alfredo
 - M. en C. Leticia Baños López
 - Sr. Ismael López Galicia
 - Sr. Antonio Eduardo Caballero R.
-

CONTENIDO**CAPITULO I.**

Introducción	3
--------------	---

CAPITULO II.**Revisión Bibliográfica**

2.1	Antecedentes	5
2.2	Aceros Libres de elementos Intersticiales	7
2.2.1	Clasificación de los Aceros IF	8
2.2.2	Composición Química de los Aceros IF	9
2.3	Proceso de fabricación del Acero IF	15
2.3.1	Remoción del carbono durante la desgasificación	16
2.3.2	Control de los óxidos de Hierro	17
2.3.3	Control de la cantidad de nitrógeno	18
2.4	Reacciones de precipitación presentes en un Acero IF	
2.4.1	Consideraciones generales	19
2.4.2	Diagrama de Fases Hierro - Carbono (Fe-C)	19
2.4.3	Precipitación en la Ferrita	21
2.4.4	Precipitación en la Austenita	21
2.5	Procesamiento Termomecánico del Acero IF	23
2.5.1	Antecedentes de la laminación	24
2.5.2	Descripción de los mecanismos que operan en el proceso termomecánicamente controlado	26
2.5.3	Laminación controlada y enfriamiento acelerado	28
2.5.4	Efecto de los elementos de aleación en la laminación Controlada	32
2.6	Proceso de deformación en frío	
2.6-1	Deformación plástica	33
2.6-2	Variables que afectan la magnitud de la energía almacenada	34
2.6-3	Mecanismos para el almacenamiento de energía	35
2.6-4	Liberación de la energía almacenada durante el recocido	36

2.7	Recristalización Primaria	
2.7.1	Cinética de Recristalización	37
2.7.2	Competencia entre la recuperación y la recristalización	39
2.7.3	Influencia de inclusiones, partículas de segunda fase y precipitados sobre la recristalización	39
2.7.4	Reglas de la recristalización	40

CAPITULO III.

Desarrollo experimental

3.1	Fabricación del Acero ultralimpio experimental	41
3.2	Análisis Metalográfico	42
3.2.1	Obtención de muestras experimentales	44
3.2.2	Preparación metalográfica	44
3.3	Calculo de la temperatura de transformación ($\alpha + \gamma$) a γ	46
3.4	Laminación en caliente	50
3.5	Laminación en frío	52
3.6	Tratamiento Térmico de recristalización	53
3.6.1	Transformaciones de fase sólido - sólido	53
3.6.1.1	Cinética de transformaciones isotérmicas	54
3.7	Obtención de las propiedades mecánicas	57
3.7.1	Anisotropía de la resistencia a la deformación en tensión	58

CAPITULO IV.

Resultados y discusión.

Características microestructurales del Acero IF

4.1	En la condición de colada	62
4.2	Laminación en caliente	70
4.3	Cinética de recristalización	76
4.4	Propiedades mecánicas	80

CAPITULO V.

Conclusiones	84
--------------	----

REFERENCIAS	85
-------------	----

CAPITULO I

INTRODUCCION

Una de las más grandes y más importantes industrias de manufactura del presente es la industria del acero, la cual fabrica algunos productos terminados, pero su interés principal es la manufactura de materias primas para procesos posteriores. El acero es el material metálico más ampliamente usado, debido a que puede ser manufacturado a costos relativamente baratos, en grandes cantidades y bajo especificaciones precisas. De aquí la importancia del desarrollo de nuevos materiales como es el caso del acero IF (Interstitial Free), el cual ha sido desarrollado principalmente en el extranjero bajo un proceso especial, por el cual se obtiene un acero que combina principalmente dos propiedades: una alta formabilidad junto con una elevada resistencia (características que se obtienen por un adecuado control en la composición química del acero, así como del control microestructural del mismo).

Los aceros son básicamente aleaciones de hierro-carbono con la adición de otros elementos que benefician a la aleación.

Para la obtención de una buena formabilidad se requiere de la generación de texturas cristalograficas particulares, las cuales son inducidas por el control en la composición y en el proceso. La propiedad principal que se requiere de este tipo de aceros (aceros IF) es un elevado nivel de formabilidad en frío y por consiguiente una gran cantidad de lamina es producida con contenidos de carbono menores a 0.05% y con contenidos de manganeso del orden de 0.20%.

En años recientes la industria automotriz se ha interesado por el desarrollo de aceros de alta resistencia que pueden ayudar a reducir el peso del vehículo y por lo tanto ha mejorar el consumo de combustible, de ahí el éxito que el desarrollo de este tipo de aceros ha logrado obtener.

Así pues el presente trabajo tiene como finalidad el caracterizar al primer acero libre de elementos intersticiales (acero IF) fabricado por una empresa mexicana, desde su condición de colada, laminación en caliente, laminación en frío y posterior tratamiento térmico.

Se emplearán técnicas de experimentación como la microscopía óptica, la microscopia de barrido de electrones (SEM), y la microscopia de transmisión de electrones (TEM); con la finalidad de llevar un control preciso del avance microestructural del acero.

CAPITULO II

REVISION BIBLIOGRAFICA.

2.1 ANTECEDENTES.

En la actualidad, las industrias siderúrgicas han desarrollado la práctica de fabricación (caracterización microestructural) de aceros microaleados de baja aleación y alta resistencia (HSLA). Estos aceros han llamado la atención de las industrias siderúrgicas debido a que combinan una alta resistencia a la tensión con una alta ductilidad y tenacidad, además de que presentan muy buena soldabilidad. Los aceros HSLA tienen aplicaciones, entre otras, en aceros estructurales o de concreto reforzado, para la fabricación de barcos, recipientes a presión, plataformas petroleras y tuberías de hidrocarburos donde se suelda en gran escala y las estructuras terminadas se someten a muchos ciclos de fatiga y corrosión. En los aceros al carbono la alta resistencia, ductilidad, tenacidad y soldabilidad suelen estar en conflicto porque la primera sólo puede incrementarse en decremento de las otras, en especial de la última. En las últimas tres décadas, los aceros microaleados HSLA se han establecido como materiales ideales para una gran variedad de aplicaciones estructurales.

Desde el punto de vista de procesamiento y aplicación de los aceros microaleados, el contenido de impurezas no debe de ignorarse. Así, por ejemplo, la reducción en el contenido de carbono se ha llevado a cabo con el fin de mejorar una gran variedad de propiedades las cuales van desde la soldabilidad de placas hasta la formabilidad de láminas. La reducción en el contenido de fósforo ha disminuido la frecuencia de fractura en la zona afectada por el calor de placas soldadas.

La disminución en el contenido de azufre ha sido de beneficio en todos los aceros, excepto en productos especializados donde el azufre mejora la maquinabilidad. Probablemente el ejemplo más sorprendente en la reducción de impurezas, en el campo de los aceros microaleados, ha sido en los aceros libres de elementos intersticiales los cuales están siendo usados en la industria automotriz, donde un excelente estampado en profundo es necesario.

Sin mencionar al carbono y al manganeso, el uso de microaleantes es usado para mejorar la resistencia a la tensión y la tenacidad. Se ha reportado⁽¹⁾ que añadiendo de 200 a 400 ppm de niobio, es una forma de usurpar en gran parte, el papel del carbono como endurecedor. Agregando de 150 a 200 ppm de titanio, se eliminó el efecto accidental de nitrógeno, debido a la gran afinidad a alta temperatura de esos dos elementos. Los elementos microaleantes (B, Nb, V, Ti) influyen en las propiedades de los aceros laminados en caliente principalmente vía un refinamiento de grano y un endurecimiento por precipitación en la ferrita. Así mismo, las propiedades de los aceros microaleados HSLA pueden manipularse ampliamente mediante los parámetros de proceso de laminación en caliente. La importancia de tales factores como la temperatura de recalentamiento, la deformación acumulada a temperaturas abajo de ~ 900 °C, y la temperatura final de laminación dan como resultado que durante la laminación, la habilidad de los granos de austenita a recrystalizar después de cada incremento de deformación esté limitada por la presencia de los elementos microaleantes en solución sólida o como dispersiones. En la laminación controlada de placas, el uso del niobio (~ 200 ppm) para prevenir la recrystalización de la austenita, es un requisito. Pequeñas adiciones de titanio ($\sim 0.015\%$) son benéficas para asegurar un tamaño de grano relativamente fino durante el recalentamiento de las placas. El uso de vanadio como un endurecedor por precipitación durante la laminación en caliente es una opción.

Un ejemplo del avance tecnológico es el desarrollo de aceros microaleados para forja automotriz, los cuales presentan una estructura ferrítica/perlítica que tiene como primer propósito eliminar los costos de tratamiento térmico, ya que los aceros microaleados permiten forjar componentes con una alta resistencia a la tensión y tenacidad (dando como resultado bainita inferior y carburos autorevenidos) en la condición de forjado.

Lo anterior elimina la necesidad de un tratamiento térmico de recalentamiento, templado y revenido de la pieza ingenieril forjada.

Tradicionalmente los aceros para forjas han sido producidos en plantas de aceros especiales por los elementos aleantes que requieren como: cromo, molibdeno y níquel, principalmente. Además los procesos de fabricación tradicionales incluyen tratamientos térmicos de temple y revenido que tienen un fuerte impacto en el costo final.

2.2 Aceros libres de elementos intersticiales.

Los aceros microaleados libres de elementos intersticiales son lo más reciente en el desarrollo de aceros que requieren de una excelente formabilidad y estampado profundo⁽²⁾. Es conocido que disminuyendo la cantidad de carbono y nitrógeno^(3,4) de la solución sólida de la ferrita, se contribuye marcadamente a mejorar la formabilidad en placas recocidas y laminadas en frío.

El primer acero ferrítico sin elementos intersticiales disueltos (C y N), fue formulado y fabricado en 1970. Este material fue designado IF, y se caracterizó por tener excelentes propiedades mecánicas para la laminación en frío. Comparado con los grados de aceros convencionales, este acero ofrece una óptima deformabilidad en frío, un excelente endurecimiento por deformación y una completa resistencia al envejecimiento. Lo anterior se obtuvo mediante la adición de niveles estequiométricos de Nb y Ti para estabilizar al C y N como carburos y nitruros, respectivamente^(7,8). Sin embargo, debido a que el contenido total de elementos intersticiales era alto (300 ppm) en aceros comerciales, el uso de esta tecnología resultaba muy cara. Con la adopción de la tecnología moderna de desgasificación en vacío^(5,6), es relativamente fácil producir aceros con menos de 30 ppm de carbono y nitrógeno, dando como resultado la introducción de la tecnología de los aceros microaleados libres de elementos intersticiales.

2.2.1 Clasificación de los aceros IF

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

Tabla 1. Diferentes grupos de aceros IF

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

En los aceros IF, cuando se estabilizan únicamente con titanio, éste se combina con el nitrógeno y el azufre antes que con el carbono. Cuando se añade titanio y niobio, la cantidad de titanio añadida debe de ser la suficiente para reaccionar con el nitrógeno y el azufre, mientras que el carbono reacciona 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.

Generalmente un acero IF tiene una pequeña cantidad de carbono y nitrógeno (décimas de ppm) y es controlado para retener pocas ppm de C en estado soluble por medio de una cantidad de Ti y por el recocido a una temperatura conveniente⁽¹⁰⁾.

Los aceros IF, laminados en frío fueron clasificados formalmente por su valor de Lankford (r_m)* y su valor total de elongación dentro de los grados CQ (calidad comercial), DQ (calidad de estampado), DDQ (calidad de estampado profundo) y EDDQ (calidad de estampado extraprofundo).

* El valor de Lankford (r_m), describe la resistencia de la lamina 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_i es el valor de r a 0, 45 y 90° con respecto a la dirección de laminación.

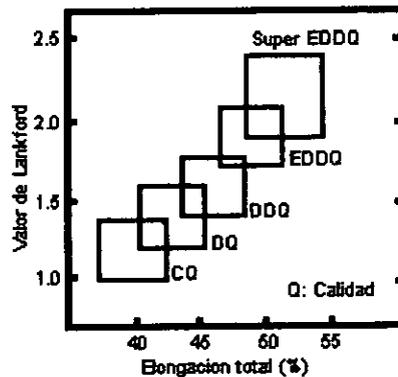


Figura 2.1. Clasificación de los aceros formables en función de su calidad⁽¹⁰⁾.

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

Recientemente un grado del tipo SEDDQ (calidad de super estampado extraprofundo), ha estado en demanda por la industria automotriz, debido a las exigencias de los consumidores. De tal manera que hoy en día, se requieren láminas con valores de $r \geq 2.0$ y valores de elongación superiores al 50%. Con el propósito de poder obtener estas propiedades mecánicas, los aceros libres de elementos intersticiales, son enrollados a altas temperaturas, superiores a los 700 °C, al momento de finalizar el laminado en caliente y son recocidos a temperaturas superiores a los 800°C después del laminado en frío, generalmente por un recocido continuo⁽²⁹⁾.

Los aceros IF-HSSS, SAFC-E son aceros libres de elementos intersticiales endurecidos por la adición de P y Mn, en donde el procesamiento de fabricación de estos aceros es similar a los IF y ULBC (aceros bainíticos de ultra bajo carbono).

2.2.2 Composición química de los aceros IF.

Las tecnologías utilizadas en la industria del acero y los requisitos de servicio del producto final, hicieron necesaria la adaptación de la composición química de la lamina de acero, aceptándose ampliamente el uso de los aceros IF+(Ti+Nb), IF+Nb, IF+Ti estequiométrico⁽⁹⁾. En la tabla 2 se presenta la composición química de los aceros libres de elementos intersticiales⁽¹⁰⁾ y los aceros bainíticos de ultrabajo carbono que se han desarrollado.

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

Aleac.	C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Nb	B	Ni
1	0.0040	0.190 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 2, 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	% en peso, min.	% en peso, max.	Elemento	% en peso, min.	% en peso, max.
C	0.0005	0.0027	S	0.0001	0.0070
Si	0.0500	0.1800	Al	0.0190	0.0480
Mn	0.0010	0.0060	Ti	0.0030	0.0100
P	0.0010	0.0040	N	0.0015	0.0061

Tabla 4. Aceros IF + (Nb+Ti) (composición promedio).

Elemento	% en peso, min.	% en peso, max.	Elemento	% en peso, min.	% en peso max.
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 tipos de aceros ultralimpios (Ti y Nb-Ti), algunas veces se les hacen adiciones de boro, que van de las 3 a las 7 ppm.

Las adiciones de titanio, se llevan a cabo con el propósito de fijar elementos intersticiales tales como carbono y nitrógeno, lo cual mejora dramáticamente el valor de Lankford (r_m)⁽¹¹⁾.

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, las cuales determinan las cantidades de titanio efectivo (Ti^*), de titanio en solución $[Ti]$, y de titanio como precipitados (TiC). Debido a que se asume que la mayoría del azufre ⁽¹²⁾, nitrógeno y carbono son estabilizados como compuestos de titanio⁽¹⁰⁾:

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

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

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

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

Ti : titanio en solución; TiC : titanio en precipitados; Ti^* : cantidad de titanio efectivo.

H. Takechi ⁽¹³⁾ ha reportado que los aceros libres de elementos intersticiales (IF) presentan un máximo de 53 % de elongación, cuando la cantidad de titanio es alrededor de 0.01, este porcentaje de elongación se deteriora a medida que la cantidad de titanio se incrementa. Sin embargo, la velocidad de deterioro del valor de elongación es menos acentuada para el caso de aceros IF con niobio. Los aceros IF con (Nb-Ti) (i.e 0.01%Nb+0.005%Ti), presentan excelentes valores de ductilidad y de la constante de Lankford.

En los aceros IF, el nitrógeno se fija con el titanio, necesitando alrededor de 0.006%Ti para fijar 150 ppm de N. El aluminio o 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 cual es favorable para prevenir el deterioro en la elongación.

Se sabe que el NbC precipita durante la deformación en caliente, lo cual es muy útil para controlar el tamaño de grano en las hojas laminadas en caliente y cambiar las texturas laminadas en frío, formando texturas favorables de recristalización para los valores de r_m en 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 necesaria de Nb es de alrededor de 0.007% con el propósito de controlar la textura y 10 ppm para fijar al carbono, como NbC.

El resto del carbono es de alrededor de 10 ppm, el cual será fijado por el Ti, donde alrededor de 0.004% de Ti es necesario para tal propósito. De acuerdo con la cantidad mínima de titanio requerido (0.010%), el 0.006% del Ti se consume durante la fijación del nitrógeno y el 0.004% restante es utilizado para fijar al carbono en el caso de la adición simultánea de Nb-Ti.

En los aceros al Ti, algunos sulfuros tales como MnS, TiS y $Ti_4C_2S_2$, precipitan en conjunto con el TiC y el TiN, especialmente el carbosulfuro de titanio, $Ti_4C_2S_2$, el cual precipita durante el recalentamiento de los planchones. La estructura cristalina del $Ti_4C_2S_2$ fue estudiada primero por Kudielka⁽¹⁴⁾ y Lui⁽¹⁵⁾, quienes identificaron un sulfuro que precipita en los aceros microaleados con titanio como $Ti_4C_2S_2$. En base a estos estudios, se sabe que en los aceros al Ti, existen varios tipos de precipitados tales como el TiN, TiS, $Ti_4C_2S_2$ y el TiC, los cuales afectan significativamente a las propiedades mecánicas⁽¹⁶⁾.

Los productos de solubilidad en austenita de este tipo de precipitados reportados en la literatura son los siguientes:

1. MnS en austenita⁽²¹⁾: $\log [Mn][S] = \frac{-9020}{T} + 2.929$
2. TiS en austenita⁽²¹⁾: $\log [Ti][S] = \frac{-13975}{T} + 5.43$
3. $Ti_4S_2C_2$ en austenita⁽²¹⁾: $\log [Ti][S]^{0.5}[C]^{0.5} = \frac{-17045}{T} + 7.9$
4. TiN en austenita⁽²²⁾: $\log [Ti][N] = \frac{-14890}{T} + 4.35$

5. TiC en austenita⁽²⁸⁾:
$$\log [Ti][C] = \frac{-7000}{T} + 2.75$$

En el siguiente esquema se muestra una descripción de la secuencia de formación tanto del MnS como del TiN.

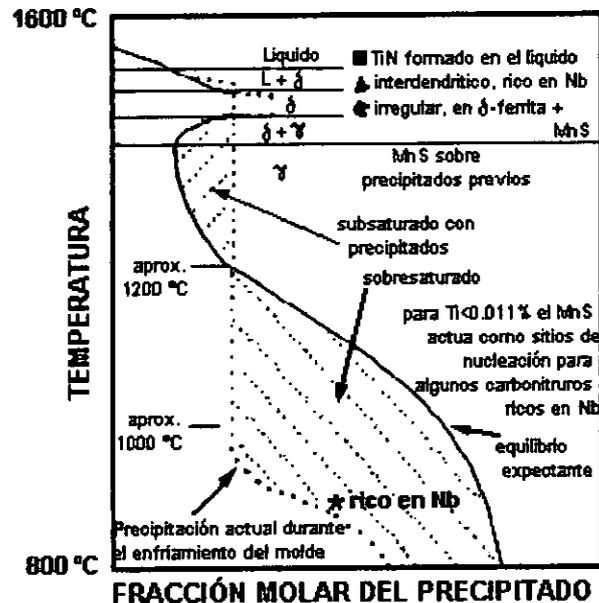


Figura 2.2. Esquema: descripción cualitativa de la secuencia de precipitación de precipitados complejos de Nb y Ti durante y después de la solidificación. Esquema desarrollado por Xiaohong Yang y Dirk Vandershueren²²

Los contenidos atómicos de Nb y Ti son básicamente mayores a los de C y N debido a que el carbonitruro es usualmente un compuesto estequiométrico con una relación de 1:1. Sin embargo, el comportamiento de la precipitación durante el proceso de producción tal como el laminado en caliente o el recocido, influyen en las propiedades de las láminas de los aceros IF.

Por ejemplo, se ha reportado que las condiciones de los precipitados y el carbono en solución, cambian durante el recalentamiento del planchón⁽¹⁷⁾, el laminado en caliente⁽¹⁸⁾ y temperaturas de enrollado, así como también modifica el tamaño de grano y la textura⁽¹⁹⁾.

Un papel muy importante, lo juega la elongación uniforme y la textura de recristalización, la cual se expresa mediante el valor de Lankford.

El límite de fluencia esta influenciado por la ausencia de átomos intersticiales disueltos y también por los siguientes parámetros:

- i) El contenido de elementos y trazas de elementos que causan el endurecimiento por solución sólida.
- ii) La cantidad y dispersión de precipitados.
- iii) El tamaño de grano ferrítico.
- iv) Los pasos de laminación.
- v) Porcentaje de recristalización.

2.3 Proceso de fabricación del acero IF.

La ruta para la fabricación del acero IF adoptada por muchas industrias siderúrgicas japonesas, a grandes rasgos involucra la obtención de arrabio en Alto Hornos o por Reducción Directa, una Refinación Primaria en un convertidor (BOF o EAF), seguida por un Desgasificación al Vacío (descarburización, adición de aleantes), y al final la Colada Continua del acero⁽²⁰⁾. Fig. 2.3.

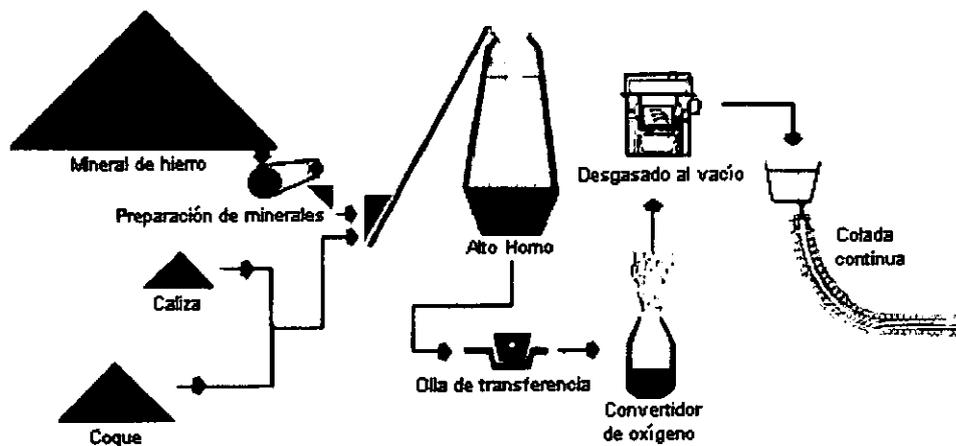


Figura 2.3. Esquema general del proceso de fabricación del acero IF⁽²⁰⁾.

2.3.1 Remoción del carbono durante la desgasificación.

La efectiva descarburización del acero líquido es uno de los factores más importantes que 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 desgasificador 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 bióxido de carbono), lo que se expresa como:



Donde, la velocidad de descarburización esta determinada por la velocidad del oxígeno alimentado; pudiendo observarse que, mediante la reducción de la presión parcial del monóxido de carbono a través de la evacuación, la ecuación (5) es forzada hacia la derecha, promoviendo de esta forma la descarburización ⁽⁶⁾.

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 de 10 a 15 minutos de desgasificación, 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.

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.

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

2.3.2 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 significativas 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.

2.3.3 Control en el 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 renitrogenación⁽²⁶⁾.

Sin embargo, el desgasificado 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⁽²⁴⁾.

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 desgasificador, no ocurrirá ninguna remoción de nitrógeno, presentándose en algunas ocasiones un aumento en su contenido debido a la filtración de aire.

Es fácil causar un incremento considerable en el contenido total de oxígeno y de 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.

La contaminación del acero con nitrógeno, se debe en un principio al contacto del aire con el acero líquido; por ejemplo: durante la transferencia del acero de la olla al distribuidor, se pueden alcanzar contaminaciones de nitrógeno hasta de 20 ppm. Aun mas, existen dos tipos principales de defectos en estos aceros, reoxidación e inclusiones exógenas.

Los defectos debidos a la reoxidación son la formación de alúmina, mientras que las inclusiones exógenas son principalmente escoria⁽²⁵⁾.

2.4 Reacciones de precipitación presentes en un acero IF

2.4.1 Consideraciones generales.

La mayoría de las microestructuras son producidas directamente de la transformación de la austenita. Sin embargo existen, 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.

2.4.2 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 la rápida variación de la temperatura.

Los diagramas de fase se grafican con la temperatura ($^{\circ}\text{C}$, $^{\circ}\text{F}$) y la composición de la mezcla (% en peso, % atómico). Así pues, el diagrama de fases 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"⁽³¹⁾. La figura 2.4 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 0.005 % en peso de C, en los aceros de ultrabajo carbono (Pradhan, 1990), hasta cantidades tan altas como el 2.0 % en peso, para aceros herramienta de alto carbono (Roberts and Carry, 1980). Los hierros colados comúnmente contienen entre 2.0 y 4.0 % en peso de carbono. Cuando esté elemento excede los límites de solubilidad en la ferrita o austenita, esto puede causar una elevada precipitación de partículas en austenita, o puede formar grafito.

La forma en la cual el carbono afecta las fases de equilibrio y el rango de temperaturas de la estabilidad de las fases del diagrama de equilibrio se muestra en la figura 2.4, mediante las pequeñas diferencias existentes entre las líneas continua y punteada. Las diversas capas en la porción rica en hierro del diagrama son designadas con la letra "A" para denotar una permanencia o algún cambio en la pendiente de las curvas térmicas o dilatómétricas cuando las transformaciones de fase causan cambios de volumen o evolución de calor o absorción. El cambio en el volumen es causado por la transformación de los paquetes cerrados (estructura compacta) fcc de la austenita a una estructura bcc de la ferrita más abierta. El límite entre la región de austenita y la región de austenita + ferrita es llamada línea de transformación A_{c3} , 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.

2.4.3 Precipitación en la ferrita.

La figura 2.4 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 Ac_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 posteriormente 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.

2.4.4 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 granos 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.

La precipitación de partículas limita el crecimiento del grano austenítico o previene la recristalización 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.

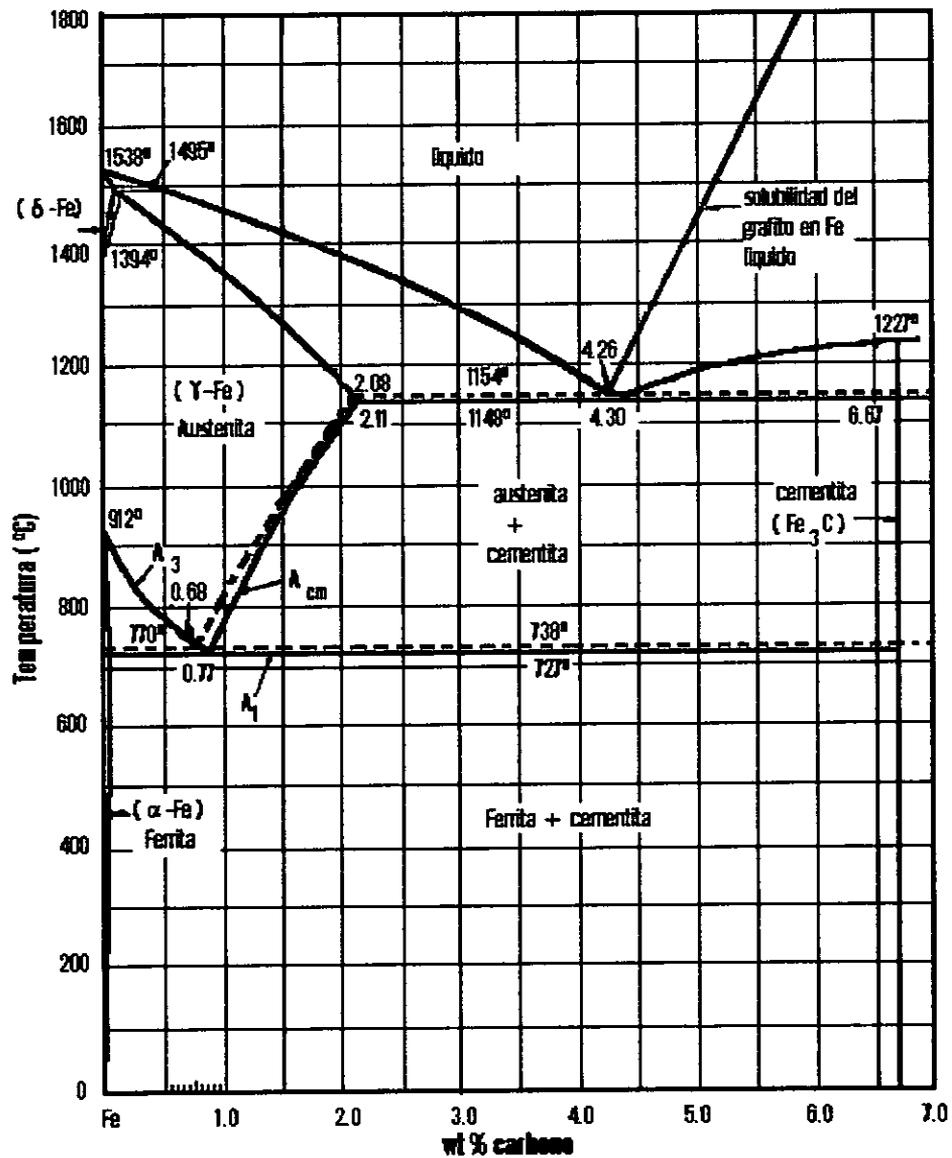


Figura 2.4. Diagrama de fase hierro-Carburo de hierro (Fe-Fe₃C).

2.5 Procesamiento termomecánico del acero IF.

El tratamiento termomecánico, es el termino genérico del proceso, el cual utiliza la ventaja de los efectos térmicos y mecánicos durante la fabricación, con el propósito de alcanzar las diferentes propiedades deseadas.

La laminación controlada, ha sido practicada por casi cuarenta años en la producción de placas de aceros estructurales, cayendo su categoría general en la de los procesos termomecánicos.

En la propia línea de laminación, se incorpora el enfriamiento acelerado después, de la laminación en caliente, con el propósito de controlar la laminación en frío y de mejorar las propiedades mecánicas. Este proceso particular, por si solo o combinado, efectivamente produce un refinamiento microestructural.

Los procesos termomecánicamente controlados son una tecnología integrada donde todos los factores de fabricación tal como la composición química, el recalentamiento, la laminación en caliente y la laminación en frío se optimizan, y su aplicación esta siendo extendida a otros productos diferentes al de placas.

En aceros estructurales, el refinamiento de la microestructura es la única vía de mejorar simultáneamente la resistencia a la tensión y la tenacidad a baja temperatura, a pesar del tipo de microestructura desarrollada. El proceso termomecánicamente controlado, primeramente alcanza un refinamiento general de grano mediante la optimización de las condiciones de procesamiento durante la laminación en caliente. En la laminación en caliente las temperaturas de procesamiento varían de acuerdo con los requisitos impuestos por las propiedades mecánicas deseadas (fig. 2.5). Las propiedades mecánicas obtenidas mediante la laminación en caliente son muy superiores a las obtenidas en aceros normalizados o templados con la misma composición química debido al refinamiento de grano. El enfriamiento acelerado es llevado a cabo después de la laminación controlada a velocidades de enfriamiento de alrededor de los 10°C/s en el rango de temperaturas de transformación de los 750 a los 500°C , iniciándose el enfriamiento arriba de la temperatura A_{r3} .

Este proceso refina aún más la microestructura, modificando algunas veces la microestructura de ferrita a bainita.

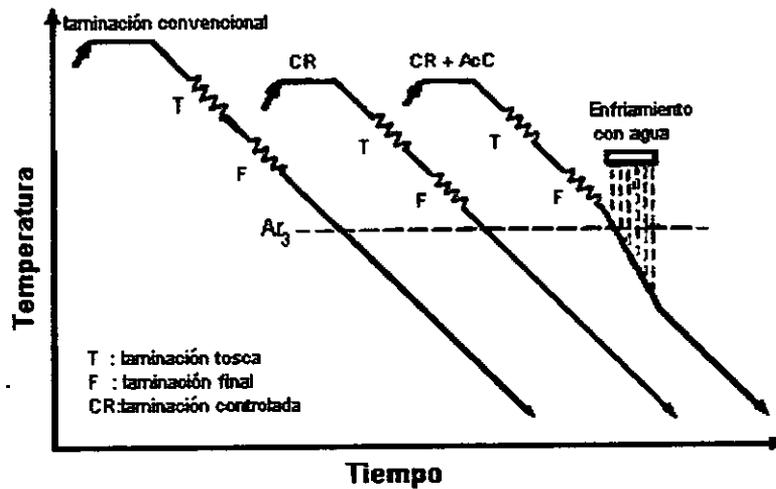


Figura 2.5. Representación esquemática de los periodos, o pasos de deformación⁽²⁹⁾.

2.5.1 Antecedentes de la laminación.

- 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 como estas repercutían en la microestructura resultante.
- ii) De los sesenta a los setentas, se encontró que una pequeña adición de niobio, era efectiva en el incremento de la resistencia a la tensión, siendo este elemento ampliamente utilizado en la producción de aceros con alta resistencia a la tensión. El efecto benéfico de la laminación controlada se explicó mediante 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, fueron los aceros, en los cuales los elementos microaleantes Nb y/o V y la 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 microaleados con alta resistencia mecánica y baja aleación (HSLA). Quedando claro, que el refinamiento de la austenita por recristalización, no es el único mecanismo para el refinamiento de 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 γ - α . Esta reducción acumulativa durante la laminación, por debajo de 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 en línea de enfriamiento acelerado en los molinos de placas japoneses. Este fue capaz de incrementar la resistencia sin modificar la tenacidad y por lo tanto, una alta tensión pudo obtenerse con un carbón equivalente bajo.

En vista de esta situación, ninguno de los dos procesos, laminación controlada o enfriamiento acelerado, por si solos pueden proveer apropiadamente el rango completo de la tecnología moderna de aceros estructurales, por lo que la terminología de procesamiento termomecánicamente controlado fue introducida para denotar laminación y/o enfriamiento controlado.

Recientemente, el uso de pequeñas cantidades de titanio, cuidadosamente controladas, menores a 0.02%, las cuales precipitan como (TiN), restringen el crecimiento de los granos de austenita recristalizada durante la recristalización en la laminación controlada, lo cual resulta en un tamaño de grano óptimo de ferrita producida por la transformación de la austenita, debido al número de núcleos de ferrita.

2.5.2 Descripción de los mecanismos que operan en el proceso termomecánicamente controlado.

En aceros estructurales, el tamaño de grano ferrítico es siempre refinado por medio de la transformación γ - α , durante el enfriamiento continuo de la austenita. Debido a que los granos de ferrita nuclean en los límites de grano de la austenita y el tamaño de grano está limitado por el crecimiento de los granos ferríticos, esto resulta en 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 2.6, 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, entonces el enfriamiento controlado acelerado es utilizado 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.

Arriba de aproximadamente 900-950°C, la austenita recristaliza 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 recristalización de la austenita, el tamaño de grano de la ferrita se refina a medida que el tamaño de grano de la austenita es refinado.

Cuando la deformación se lleva a cabo en el rango de temperatura de no-recristalización 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-recristalización 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 sitios de nucleación 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 es incrementado con el incremento de la deformación por la laminación acumulada por debajo de la temperatura de recrystalización, y la cantidad de esta deformación está cercanamente relacionada al mejoramiento de las propiedades mecánicas.

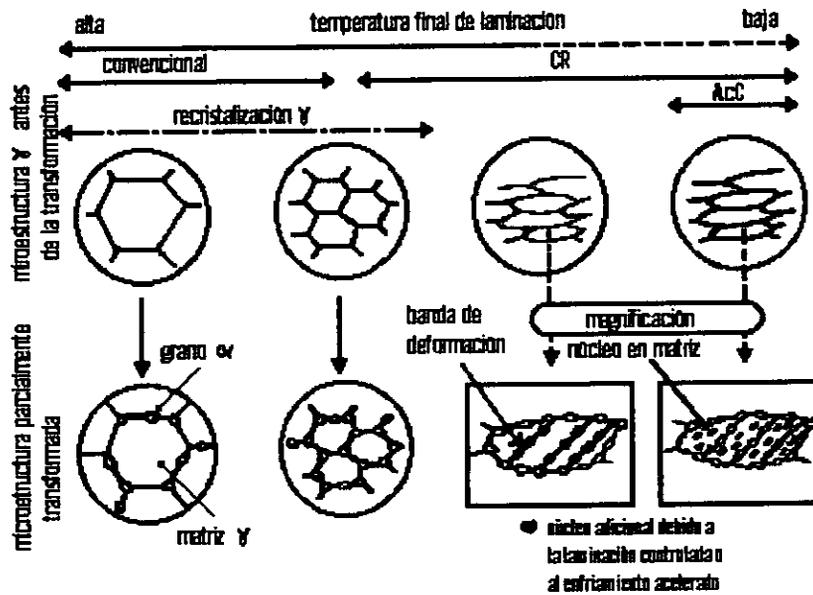


Figura 2.6. Representación de los cambios microestructurales en la austenita durante la laminación en caliente y en la microestructura parcialmente transformada, en orden para mostrar en donde se forman los núcleos de ferrita durante la transformación $\gamma \rightarrow \alpha^{(2\theta)}$.

El enfriamiento acelerado de la austenita recrystalizada, refina los granos ferríticos resultantes de cierta manera, pero no significativamente. Por otro lado, el enfriamiento acelerado de la austenita no-recrystalizada 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 aditivamente al refinamiento del grano ferrítico. El enfriamiento acelerado también modifica la estructura transformada mediante el reemplazamiento de la perlita por una fracción de bainita finamente dispersa, la cual contribuye a la tensión. Todos estos efectos del proceso termomecánicamente controlado se intensifican mediante la adición de elementos microaleantes. El niobio incrementa la temperatura de recrystalización austenítica y resulta en más granos austeníticos no recrystalizados.

Aún más, el niobio en solución modifica el comportamiento de transformación por su efecto de templabilidad para producir ferrita fina y un incremento en la fracción de bainita. El vanadio tiene un efecto similar de templabilidad, y debido a la mayor solubilidad de su carburo comparado con el del niobio, puede dar lugar a un efecto mayor de endurecimiento por precipitación. Sin embargo, el vanadio no incrementa efectivamente la temperatura de recristalización de la austenita, como lo hace el niobio, por lo que es menos efectivo en la producción de granos austeníticos no-recristalizados durante la laminación controlada convencional.

2.5.3 Laminación controlada y enfriamiento acelerado.

La función de la laminación controlada es, introducir deliberadamente dentro de la austenita, heterogeneidades microestructurales, las cuales actúan como sitios de nucleación para la ferrita durante la transformación γ - α . En principio, la modificación de la microestructura de la austenita, para producir granos de ferrita finos durante la transformación, se lleva a cabo mediante:

- i) 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) Optimizando 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 repetida recristalización.
- iii) Por deformación de la austenita debajo de su temperatura de recristalización, con el propósito de incrementar el área de superficie por unidad de volumen del límite de grano de la austenita mediante la elongación del grano e introducir 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 teóricamente. El límite de fluencia es usualmente expresado mediante una ecuación del tipo Hall-Petch:

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

Donde: σ_y , σ_0 , K_y y d son el límite de fluencia, la tensión de fricción, k_y es una constante y d es el diámetro del grano ferrítico, respectivamente.

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 lleva a cabo en los molinos de laminación. La laminación final es utilizada simplemente para dar una cantidad requerida 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 laminación previa a la laminación final y frecuentemente es necesario un tiempo de permanencia entre la laminación tosca y la final, para permitir a la placa o planchón, enfriarse a la temperatura de inicio especificada para la laminación final.

Los siguientes principios generales se aplican a las tres etapas:

i) 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, (fig. 2.7). Usualmente, la temperatura de recalentamiento para la laminación convencional es tan alta como los 1250°C, para 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, resultado de una alta temperatura de laminación tosca, combinada con una baja temperatura de inicio de laminación final, da lugar a una microestructura con tamaño de grano mixto después, de la transformación γ - α en los aceros al Nb.

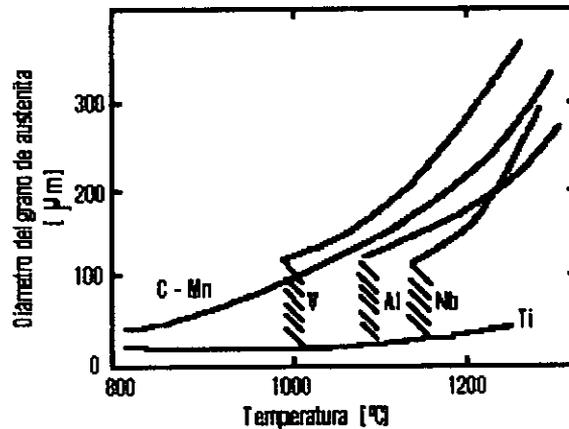


Figura 2.7. Características de engrosamiento de los granos de austenita para aceros que contienen diferentes elementos microaleantes⁽²⁹⁾.

ii) Laminación tosca. El papel de los pasos de laminación tosca es reducir el tamaño de grano austenítico progresivamente por medio de una recristalización repetida dentro de cada paso, como se muestra en la figura 2.8. Cuanto más fino es el grano austenítico previo a la deformación, más fino será el grano de la austenita después de la recristalización. Similarmente, mientras más baja sea la temperatura de laminación, más fino será el grano de la austenita recristalizada, debido al crecimiento limitado después, de la recristalización. Resumiendo, generalmente el refinamiento del grano austenítico es mayor a medida que la temperatura promedio de laminación disminuye, siendo mayor el por ciento de reducción en esta etapa del proceso de laminación.

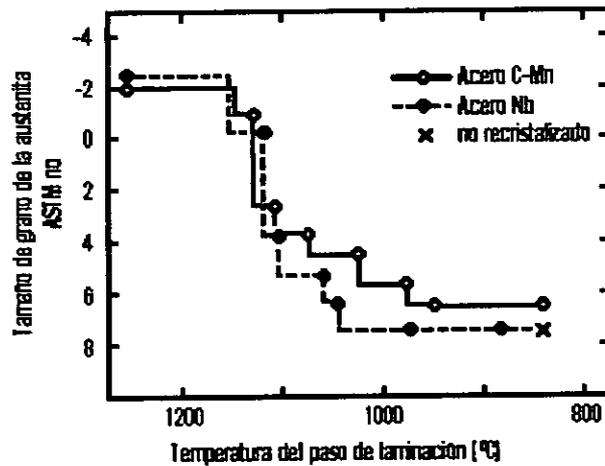


Figura 2.8. Variación de tamaño de la austenita recristalizada con pasadas sucesivas de deformación⁽²⁹⁾.

iii) Laminación final. La temperatura de inicio del proceso de laminación final puede no estar especificado, pero esta usualmente en el rango de los 950 a los 850°C. Por debajo de este rango de temperatura, puede ocurrir en cierto grado alguna recristalización fina de 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 más importante. El efecto producido por la austenita no-recristalizada al refinamiento de grano ferrítico está cercanamente relacionado a la deformación acumulativa en los pasos de deformación por debajo de la temperatura de recristalización de la austenita. La temperatura final de laminación da también, una indicación de la reducción total por debajo de la temperatura de recristalización de la austenita. La temperatura final de laminación es, también importante en la determinación de cuando la laminación final es terminada en la región de γ , ($\gamma+\alpha$) o α .

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

La laminación controlada ha sido aplicada principalmente en aceros, los cuales se transforman por procesos controlados de difusión de microestructuras de ferrita-perlita a ferrita acicular. En el diseño de aleación de estos aceros, han sido considerados dos factores principalmente: la optimización del contenido de los mayores elementos de aleación (C, Mn, Cu, Ni, Cr, Mo) y la eficiente utilización de los elementos microaleantes (Nb, Ti, V, Al).

Los elementos aleantes mayores determinan la temperatura de transformación $\gamma\text{-}\alpha$ (A_{r3}). A medida que la temperatura A_{r3} es disminuida, el rango de temperaturas de trabajo para el régimen de austenita no-recristalizada es ampliado. Por lo que es posible la deformación de una gran cantidad de austenita no recristalizada, suprimiendo también el crecimiento de grano de la ferrita transformada, la cual resulta en ferrita refinada.

El uso de un contenido mínimo de carbono es debido a la necesidad de una buena soldabilidad, ductilidad y tenacidad. Un bajo valor de A_{r3} es obtenido por la adición combinada de otros elementos tales como Mn, Ni y Cu.

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

- i) El tamaño de grano austenítico recalentado,
- ii) La retardación de la recristalización de la austenita y
- iii) La modificación del comportamiento de transformación.

El tamaño de grano recalentado se refina por medio del efecto de precipitados finos 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 recristalización de la austenita durante y después de la deformación en caliente.

Por lo tanto, la temperatura de recristalización se incrementa por más de 100°C, lo cual permite a la etapa final de la laminación convencional controlada, iniciar a temperaturas de laminación significativamente altas. El Nb inicialmente en solución en austenita, produce un refinamiento de grano ferrítico adicional durante la transformación γ - α , cuando el tamaño de grano austenítico previo a la transformación, es adecuadamente refinado.

El Nb, Ti y V se disuelven en la austenita, endureciendo a la ferrita por la precipitación de carburos, nitruros y carbonitruros finos durante y después de la transformación. Además el Nb y el Ti suprimen fuertemente la recristalización de la austenita durante y después de la deformación en caliente. El niobio que se encuentra inicialmente disuelto en la austenita, produce un refinamiento adicional del grano ferrítico durante la transformación γ - α , cuando el tamaño de grano austenítico previo a la transformación es adecuadamente refinado. Todos estos efectos hacen de los elementos microaleantes constituyentes indispensables en la laminación controlada del acero.

2.6 Proceso de deformación en frío.

2.6.1 Deformación plástica.

La deformación plástica puede ser definida como un cambio permanente de forma, resultado esto de la deformación de un sólido más allá de su límite elástico. Este cambio de forma involucra la producción de defectos (dislocaciones, maclas, vacancias, etc.).

Las formas más simples de deformación plástica son torsión, compresión, y corte. Los métodos utilizados más comúnmente para deformar materiales plásticamente involucran la combinación de los modos arriba mencionados. Una lista de estos métodos es: laminado, extrusión, trefilado, forjado, estampado, embutido de lamina, etc.

El trabajo en frío es el precursor de la recuperación y de la recristalización.

2.6.2 Variables que afectan la magnitud de la energía almacenada.

- i) La pureza del material. La adición de átomos extraños a un metal, invariablemente admite grandes cantidades de energía almacenada por el trabajado en frío.
- ii) El proceso de deformación. Hay muchos procesos para la producción del estado de deformación, varios de estos son muy complejos ya que incluyen gradientes de esfuerzos, velocidades de deformación, efectos friccionantes, etc.
- iii) Temperatura. La temperatura a la cual el estado de deformación es producido es una variable muy importante porque afecta a la cantidad de energía almacenada. Una razón para esto es que la temperatura del proceso usualmente tiene una gran influencia sobre el mecanismo de deformación. Otra razón es que la liberación de energía durante el proceso puede ocurrir durante o ligeramente después de la deformación a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas esto no podría ser capaz de efectuarse durante o ligeramente después de la deformación a bajas temperaturas.
- iv) Tamaño de grano. Intuitivamente uno esperaría en principio un tamaño de grano fino con grandes valores de energía almacenada por una gran cantidad de dislocaciones que serían esperadas en un material con grano fino. La razón de esto es que la deformación de la red con un tamaño de grano pequeño sería más complicada que con un tamaño de grano grande, por la cercana proximidad de los granos de material con otras orientaciones adyacentes a los granos pequeños deformados.
- v) Material. La estructura cristalina parece no ser un factor importante en los valores de energía almacenada de los materiales policristalinos, al menos, a grandes valores de deformación plástica.

2.6.3 Mecanismos para el almacenamiento de energía.

1. **Deformación elástica.** La energía por deformación elástica es la menor contribuyente al almacenamiento de energía, teniendo como conclusión que la mayor porción de la energía almacenada debe ser adscrita a imperfecciones en la red.
2. **Dislocaciones.** La energía de deformación en el material debida a dislocaciones circundantes, depende de la distancia de las dislocaciones, la orientación de las dislocaciones con respecto a su vector de Burgers, y la curvatura de la dislocación. Como las dislocaciones se llegan a arreglar en nudos densos, varios componentes de esfuerzo pueden ser cancelados, bajando eficazmente la energía de deformación por unidad de longitud asociada con cualquier dislocación. Típicamente los materiales recocidos tienen una densidad de dislocaciones de entre 10^6 y 10^8 dislocaciones por cm^2 . La precisa distribución de las dislocaciones depende mayormente del metal, su pureza y la historia de deformación.
3. **Defectos puntuales.** Seitz (1952) mostró que la formación de vacancias puede explicar los cambios en la resistividad eléctrica debidos al trabajado en frío. El sentimiento general con respecto a los átomos intersticiales es que subsecuentemente su energía de formación es probablemente mayor que la de las vacancias. Esto es debido a la presencia de múltiples complejidades como son las impurezas, las dislocaciones y la interacción de defectos puntuales.
4. **Fallas de Apilamiento.** La formación durante la deformación de las fallas de Apilamiento, pueden considerarse como una porción considerable de la energía almacenada. El tamaño de esta porción depende del propio metal, ya que éste determina, la energía de la falla por unidad de área.
5. **Maclas.** Las grandes deformaciones producen maclas las cuales pueden ser visibles bajo un microscopio óptico, estas no contribuyen apreciablemente a la energía almacenada; sin embargo, en una escala fina estas son comparables a las fallas de Apilamiento, por tanto, pueden contribuir significativamente a la energía almacenada.

6. Regiones ordenadas y precipitados. Si existe cualquier rango de orden, grande o pequeño, en algún grado en un material, entonces el paso de las dislocaciones a través de las regiones ordenadas perturbarían el grado de orden debido al proceso de corte asociado con el movimiento de las dislocaciones. Perturbando el número y tipo de enlaces de los átomos por el deslizamiento de planos el grado de orden puede decrecer y, por lo tanto, la energía interna del sistema se incrementa. Un argumento similar puede ser aplicado a los precipitados, agregados y átomos en solución si ellos son cortados cuando una dislocación pasa a través de ellos.

2.6.4 Liberación de la energía almacenada durante el recocido.

La energía almacenada provee la fuerza impulsora de la recuperación y la recristalización, y este repartimiento entre los dos es basado sobre la definición de que la recuperación constituye todos aquellos fenómenos del recocido los cuales ocurren antes de la aparición de nuevos granos recristalizados libres de deformación, sin tener en cuenta la técnica de refinamiento utilizada para detectar los nuevos granos. Por recristalización se entiende la nucleación y crecimiento de estos nuevos granos libres de deformación y el gradual consumo de la deformación de la matriz por el movimiento de los bordes de grano con un gran ángulo.

Puesto que la energía almacenada constituye la fuerza impulsora para ambos procesos la dificultad de que uno o ambos procesos se lleven a cabo es determinada no solo por esta sino también por el rango de temperatura en el cual ninguno o ambos ocurren. Esto es si el 90% de la energía almacenada es gastada en llevar a cabo la recuperación durante el calentamiento gradual de un espécimen, entonces la pequeña cantidad de energía restante requeriría que más energía térmica fuera proveída por el calentamiento del espécimen a una temperatura elevada antes de que pueda ocurrir la recristalización. Para metales puros no hay etapa de recuperación detectable; toda la energía almacenada es liberada durante la recristalización.

2.7 Recristalización primaria.

La recristalización primaria es la nucleación y el crecimiento de nuevos granos libres de deformación y el gradual consumo de la matriz deformada por el crecimiento de estos granos. El crecimiento es acompañado por la migración de los bordes de grano con un ángulo grande.

2.7.1 Cinética de recristalización.

La cinética de recristalización se parece a una transformación de fase como la solidificación o la descomposición eutectoide de la solución sólida de austenita para formar perlita. La razón para esta similitud es que todos estos procesos toman lugar por nucleación y crecimiento. Así la recristalización puede ser descrita en términos de una frecuencia de nucleación ($N=dN/dt$), donde N es el número de núcleos por unidad de volumen y una velocidad de crecimiento (G). La figura 2.9 representa el comportamiento de la recristalización el cual tiene una forma sigmoideal, con un periodo inicial de incubación seguido por un rápido ascenso. Inicialmente los núcleos de los granos comienzan el crecimiento en un número determinado de sitios, el número de sitios se incrementa con el tiempo, y los granos libres de deformación crecen hasta haber consumido por completo la matriz deformada.



Figura 2.9. Fracción recristalizada versus el tiempo de recocido isotérmico⁽³⁰⁾.

La formación de granos recristalizados ha sido descrita esquemáticamente por Hu (1963), figura 2.10. En la parte (a) de esta figura, la estructura deformada inicial es representada conteniendo algunas relativas sub-bordes con amplios ángulos, y se indican por líneas gruesas y pequeños subgranos, como G, con una gran desviación en orientación, con respecto a la matriz. En la figura 2.10(b), los subgranos A, B, C, y D empiezan la coalescencia por la eliminación de sus fronteras comunes, las cuales son ahora mostradas como líneas punteadas indicando que las dislocaciones no han sido completamente removidas. Como resultado, el mal ajuste angular de las otras fronteras alrededor de los subgranos rotados llega a ser grande, como se muestra por las líneas más marcadas. En la figura 2.10(c), una continuación del proceso es mostrado, en la cual, después de un ajuste geométrico de los bordes, el borde original entre B y C es gradualmente eliminado. Por último en la figura 2.10(d), un grano recristalizado R, es mostrado a una muy temprana etapa del desarrollo en que el borde del subgrano original es todavía débilmente reconocible y las partes de la interfase entre R y la matriz son ahora límites con un gran ángulo. Ahora R es más grande que el tamaño crítico para el crecimiento y como algunos segmentos de su frontera poseen un gran ángulo, este puede migrar en el camino usual.

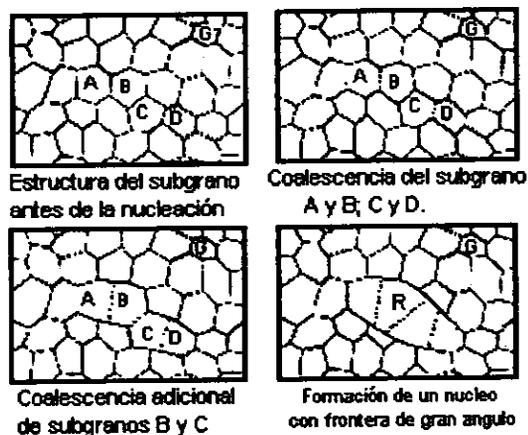


Figura 2.10. Representación esquemática de la formación de un grano recristalizado por la coalescencia de subgranos⁽³⁰⁾.

2.7.2 Competencia entre la recuperación y la recristalización.

Si la cantidad de energía almacenada por unidad de volumen de un material no recristalizado es continuamente reducida durante la recristalización, debido a la competencia con el proceso de recuperación, entonces la velocidad instantánea de crecimiento o la velocidad de migración de los núcleos hacia las fronteras debería decrecer.

En estos casos en que la recuperación y la recristalización compiten simultáneamente, la fuerza impulsora para la recristalización no es constante si no que continuamente decrece. Esto produce a la larga un retardo en el proceso de recristalización, el cual es evidente por el decremento en la velocidad de crecimiento de los núcleos. La magnitud de tal retraso de la recristalización debido a la competencia con la recuperación depende del material, la pureza, la temperatura, el tamaño de grano, la orientación de los granos con respecto a la deformación y la cantidad y modo de deformación.

El efecto retardante debido a la competencia con la recuperación es más pronunciado a bajas temperaturas de recocido. En general, la recuperación procede con menores energías de activación que aquellas empleadas para la recristalización, bajas temperaturas de recocido favorecen a la recuperación, ocasionando una retracción en el proceso de recristalización.

2.7.3 Influencia de inclusiones, partículas de segunda fase y precipitados sobre la recristalización.

Contrario a la creencia común, incrementando el número de inclusiones presentes se puede incrementar la velocidad de la recristalización isotérmica. La condición para que esto sea cierto es que el crecimiento comience en cada inclusión. La función de las inclusiones o partículas de segunda fase, es proveer regiones en las cuales la red sea relativamente indeformable y rodeadas por material sumamente deformado. En suma, las inclusiones proveen superficies libres las cuales pueden servir para atrapar defectos puntuales o de línea durante el recocido.

Durante el recocido, los precipitados actúan como barreras, previniendo que muchas de las celdas crezcan y obstruyan el movimiento de los límites de grano anteriores. Esto, en general, lleva a la formación de granos recristalizados elongados y gruesos, una reducción en la velocidad de recristalización, y una tendencia hacia la textura de deformación la cual permanecería inalterada.

2.7.4 Reglas de la recristalización.

Burke y Turnbull (1952) listaron seis llamadas reglas de la recristalización las cuales fueron conocidas desde 1920.

1. Una deformación crítica es necesaria para producir la recristalización.
2. El incremento en el tiempo de recocido hace que decrezca la temperatura de recristalización
3. El tamaño de grano final depende principalmente del grado de deformación, y de la temperatura de recocido.
4. El tamaño de grano original más grande, es el que tiene la mayor cantidad de deformación en frío requerida para dar tiempos y temperaturas de recristalización equivalentes.
5. La cantidad de trabajo en frío requerido para dar incrementar el endurecimiento por deformación es equivalente con el incremento de las temperaturas de trabajado.
6. El calentamiento continuo después de la recristalización causa que el tamaño de grano se incremente.

CAPITULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

3.1 Fabricación del acero ultralimpio experimental.

El procedimiento y equipo empleado para la producción del acero ultralimpio fue: fundición del hierro esponja en un horno eléctrico de arco (EAF); desoxidación de la aleación en un horno olla; descarburización en un desgasificador al vacío; ajuste de olla (adición de ferroaleaciones y estabilizadores); una vez que los procesos químicos y termodinámicos finalizaron, se procedió a la colada del acero. La temperatura al inicio de la colada fue de ~1599°C.

El análisis químico del acero mostró la composición química que se presenta en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del planchón de acero.

Elemento	Planchón (% en peso)
C	0.013
Mn	0.170
Si	0.024
P	0.011
S	0.005
Al	0.031
Nb	0.000
Cu	0.013
Cr	0.009
Ni	0.009
Mo	0.000
Sn	0.000
V	0.000
Ti	0.044
N ₂	0.000

3.2 Análisis metalográfico.

El análisis metalográfico representa la observación de muestras representativas o trozos de los productos mismos, después de ser pulidas y atacadas adecuadamente con reactivos específicos. Su objetivo es estudiar la microestructura del metal con el fin de informarse acerca de los tratamientos y las características mecánicas de éste, ya que de la microestructura 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 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 de cortador empleado, la velocidad de corte, la lubricación y la dureza del material, ya que mientras más duro es el material, el daño es menor. 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 grado 100 para realizar un desbaste grueso de la superficie dañada por el corte de la muestra; posteriormente se utilizan otros papeles abrasivos de grado inferior (240,360,400 y 600) para continuar con el desbaste de la muestra; el grado del papel nos indica el número de partículas por unidad de área que hay en éste, por lo que, con un grado menor de papel (grado 100) el tamaño de partícula del abrasivo es mayor que para un grado mayor de papel (grado 600) en donde el tamaño de partícula es más fino, con lo que se obtiene una superficie con rayas más profundas con el papel grado 100 que con el de grado 600.

El daño de la superficie del espécimen de cada abrasivo será eliminado por el paso siguiente de desbaste más fino; para obtener al final del desbaste una superficie con rayas de desbaste fino, que serán más fáciles de eliminar mediante el pulido de la muestra. 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, teniendo esta última diferente granulometría desde $1\mu\text{m}$ hasta $0.05\mu\text{m}$, el pulido se lleva a cabo colocando al espécimen sobre la superficie del paño, el cual al momento de estar girando arrastra las partículas del abrasivo por debajo del espécimen haciendo que este quede al final de esta operación con una superficie de espejo, es decir, sin rayas.

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 microestructurales 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, una coloración, polarización, etc.

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

a) *Microscopía óptica.*

Comprende el examen de materiales usando la luz visible para proporcionar una imagen aumentada 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) *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 aumentada. Es utilizado para examinar superficies fracturadas y superficies que requieren una profundidad de campo mayor que la obtenida con un microscopio óptico; es utilizada también para el análisis de productos de corrosión, y otras superficies ásperas, especialmente cuando se desea realizar un microanálisis elemental en áreas pequeñas.

c) *Microscopia 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 planchón de acero ultra limpio con dimensiones de 25x110 cm, obtenido por colada continua, se extrajeron muestras de 12.5x5.0x2.0cm, 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 10x5.0x1.0cm. De esta pequeña placa se extrajeron muestras de 3x3x1 cm, para su análisis mediante las técnicas ya mencionadas.

3.2.2 Preparación metalografica.

Las muestras se desbastaron con lijas No. 80, 120, 240, 320, 400 y 600, posteriormente se pulieron con alúmina de 1 y 0.05 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 la microestructura la cual se analizó posteriormente bajo las técnicas de Microscopia óptica, y de barrido de electrones.

Microscopia 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 fotomicrografías 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 de sus límites, principalmente.

Microscopia 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 llamado magic-V.

Microscopia 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. Estas 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.

Cuantificación de fases.

Para determinar el tamaño de grano y el porcentaje en el 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 los granos y el por ciento en volumen de precipitados).

3.3 Cálculo de la temperatura de transformación ($\alpha+\gamma$) a γ .

Los métodos experimentales más 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) 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 ocurra 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 solo en estado sólido, generalmente comprenden pequeños cambios de calor, y otros métodos resultan más exactos. Con el propósito de establecer la temperatura óptima de austenitización previa al proceso de laminación, se determinó experimentalmente la temperatura de transformación A_{c3} , mediante la técnica del Análisis Térmico Diferencial.

Como se observa en el diagrama de fase anteriormente expuesto, la línea Ac_3 es aquella línea que establece el rango de temperaturas, para un cierto intervalo de composición de una aleación en el cual se presentara 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 Ac_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 calculo de las líneas de transformación consistió en obtener limaduras de acero, que después de ser desengrasadas con amyl acetato, se colocaron en un crisol de aluminio y se introdujeron en el dispositivo ya mencionado, la velocidad de calentamiento fue de $10^{\circ}C/min$. La gráfica que se obtuvo de este estudio se presenta en la figura 3.1, como se puede observar, a la temperatura de $937.5^{\circ}C$ 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 y corresponde a un solo punto de la línea de transformación Ac_3 .

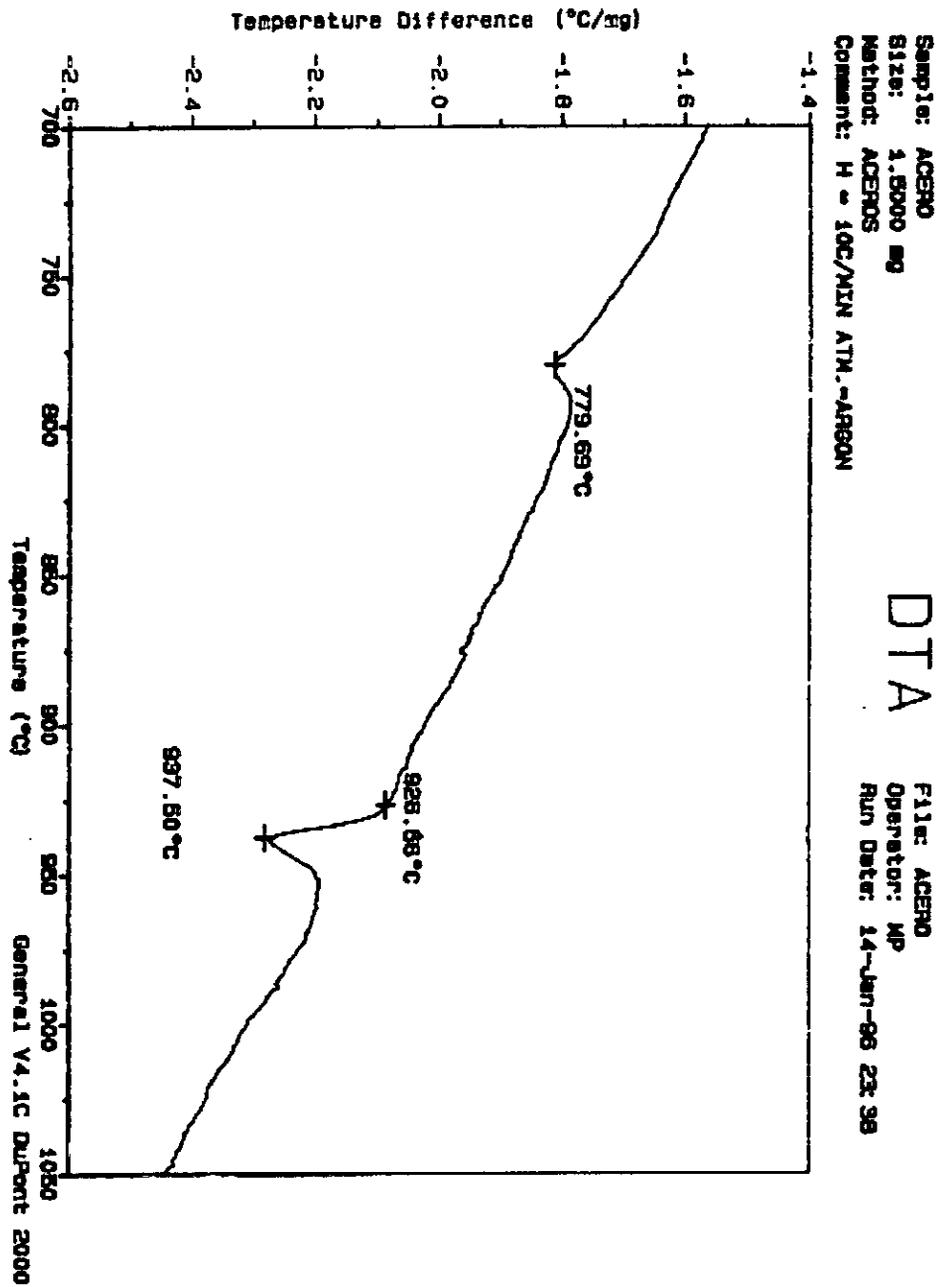


Figura 3.1. Análisis Térmico Diferencial (DTA) del acero IF.

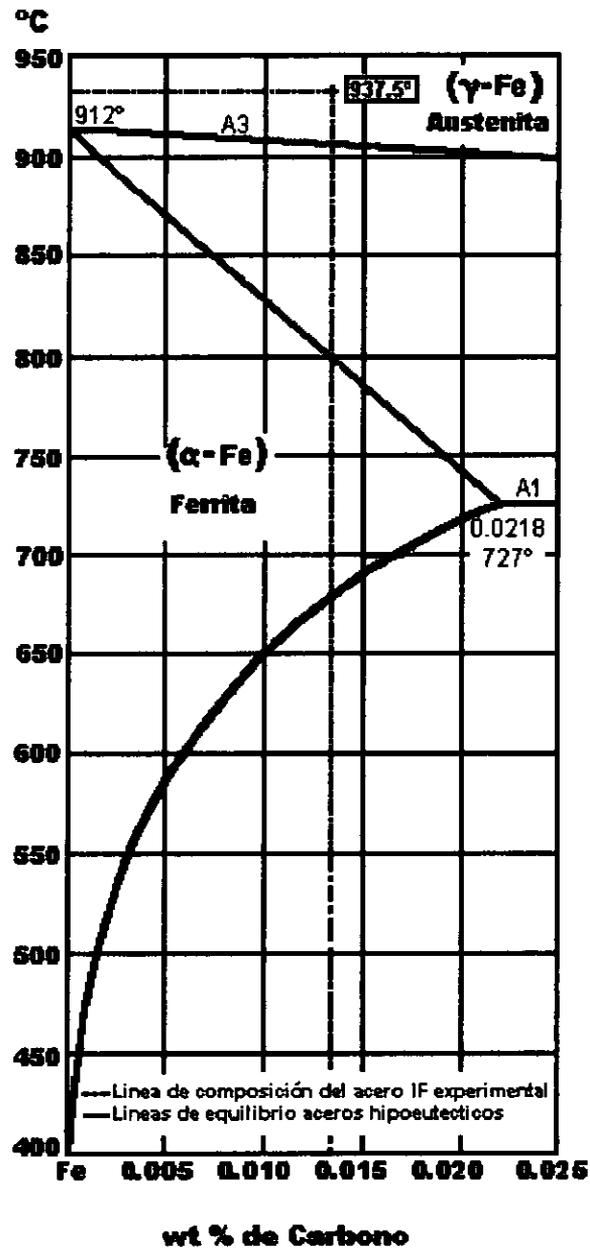


Figura 3.2. Ubicación del punto de transformación a fase austenítica en el diagrama Fe-C.

3.4 Laminación en caliente.

Una vez caracterizadas las muestras del acero en la condición de colada, se efectuó el proceso de laminación en caliente. Se eligieron dos especímenes del planchón de acero IF, con dimensiones después de maquinarlos de 12 x 5 x 1.3 cm y 10.4 x 6.3 x 1.2 respectivamente, los cuales se recalentaron a una temperatura de 1200°C, manteniéndolos a esta temperatura por un periodo de aproximadamente 23 minutos dentro del horno. Posteriormente las placas fueron transferidas a la sección de laminación. La temperatura inicial de laminación fue de 1200°C, y se terminó de laminar a una temperatura de 880°C; lo que significa que la laminación dio comienzo a una temperatura la cual se encontraba dentro de la zona austenítica (γ) y se terminó de laminar a una temperatura dentro de la zona bifásica ($\gamma+\alpha$).

La temperatura fue monitoreada durante todo el proceso de laminación mediante un termopar de cromel-alumel (tipo K) incrustado en un extremo de la placa. El seguimiento de la temperatura se muestra en la figura 3.3, donde se puede distinguir el proceso desde la salida del planchón del horno, hasta el término de la laminación, la cual consta de cinco pasos.

Se empleó un molino de laminación marca FENN con una capacidad de 10 ton's y un diámetro de rodillos de 5 in. El porcentaje de deformación en cada prueba y las temperaturas de laminación inicial y final de cada planchón se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Laminación en caliente: condiciones de laminación.

# Planchon	T _{inicial} de laminación (°C)	T _{final} de laminación (°C)	Deformación (%)						Reducción total (%)
			1° paso	2° paso	3° paso	4° paso	5° paso	6° paso	
1	1200	950	14	16	19	23	30	---	68
2	1200	880	12	13	15	17	21	26	68

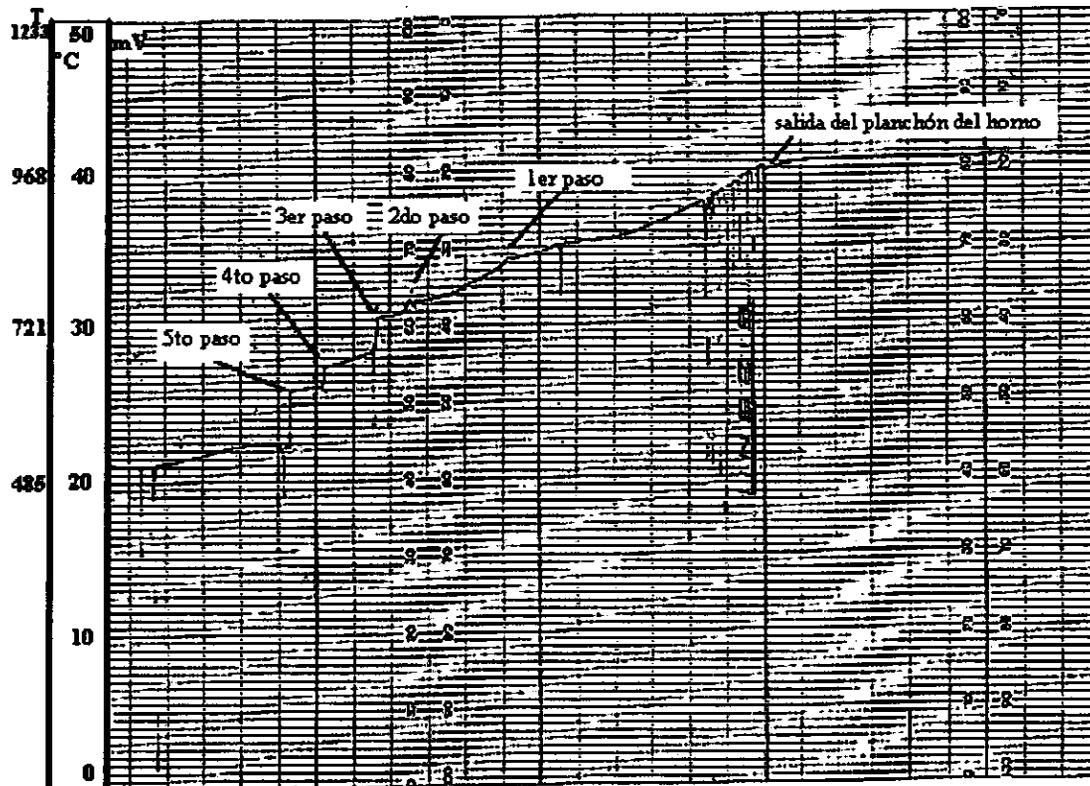


Figura 3.3. diagrama de calentamiento del planchón de acero IF durante la laminación en caliente.

Como se puede observar en la tabla 2, se obtuvieron dos placas bajo condiciones similares de laminación. De esta forma al término de la laminación se extrajeron pequeñas secciones de la lamina final las cuales se analizaron empleando las técnicas descritas anteriormente.

3.5 Laminación en frío.

La laminación en frío se utiliza para producir laminas con acabados superficiales y tolerancias superiores a las obtenidas en laminas deformadas en caliente. Aún más, la dureza por deformación como un resultado de la reducción en frío puede utilizarse para incrementar la resistencia a la tensión del material. El por ciento total de reducción que se puede alcanzar por laminación en frío varía de 50 a 90%. Para establecer la reducción por paso, es deseable distribuir el trabajo tan uniforme como sea posible sobre todos los pasos sin caer muy por debajo de la reducción máxima para cada paso. Generalmente el por ciento de reducción más bajo, se lleva a cabo en el último paso de la laminación en frío para permitir un mejor control del espesor, superficie y lisura. Un procedimiento es ajustar la reducción en cada paso de tal manera que la reducción en cada paso produzca una carga constante de laminación.

Después de haber reducido de espesor el planchón de acero IF por medio de la laminación en caliente, el producto obtenido; laminas de aproximadamente 0.4 cm de espesor, fueron limpiadas con una solución decapante la cual se preparo con 100 mL de agua y 10 mL de H_2SO_4 , que nos permitió quitar de la lámina el oxido formado durante el proceso de laminado en caliente, debido a las imperfecciones de las laminas estas fueron desbastadas hasta obtener una superficie uniforme. La deformación alcanzada por medio de la laminación en frío fue de aproximadamente 90 %, dándonos un producto final, es decir, una lamina con un espesor de aproximadamente 0.033 cm, en 9 pasos de laminación en frío.

3.6 Tratamiento térmico de recristalización.

Debido a que en el proceso de laminación en frío lo que se obtiene es una estructura totalmente deformada, es necesario someter a los materiales a determinados tratamientos, fundamentalmente combinando temperaturas, tiempos de permanencia a esas temperaturas, enfriamientos y velocidades de enfriamiento; es decir, se da al material un tratamiento térmico, confiriéndole con estos tratamientos distintas propiedades.

Durante el tratamiento térmico se obliga al material a seguir dos procesos realmente simultáneos, pero diferenciados, que son: la recuperación y la recristalización.

La recuperación se produce por distintos mecanismos internos, que originan la liberación de la energía almacenada y que ocurren sin modificar el grano. Se eliminan vacíos y átomos intersticiales y se destruyen dislocaciones estables, formadas durante la deformación.

La recristalización es un proceso durante el cual se modifica la composición, la forma y el tamaño de los granos. Se inicia con la formación de núcleos primarios de recristalización (proceso de nucleación) que van creciendo para formar los nuevos granos, originando estructuras distintas, en ocasiones, a las originales.

3.6.1 Transformaciones de fase sólido-sólido.

Las transformaciones de fase sólido-sólido en aceros se clasifican, basándose en mecanismos de nucleación y crecimiento, en dos tipos: 1) térmicamente activadas o "civiles", y 2) atómicas o "militares". Las primeras son controladas por difusión de átomos que se agregan a un embrión original; la rapidez de transformación depende tanto de la temperatura como del tiempo transcurrido a una temperatura dada. Por otro lado, las transformaciones atómicas se caracterizan por un movimiento coordinado de átomos (de ahí que también se les conozca como "militares"): el frente de transformación se mueve a velocidades del orden de la velocidad del sonido y, consecuentemente, la fracción transformada no depende del tiempo transcurrido a una temperatura dada, sino solamente de la temperatura.

Durante el tratamiento térmico de aceros pueden ocurrir tanto transformaciones térmicamente activadas (austenita-ferrita, -perlita, -bainita) como transformaciones atómicas (austenita-martensita).

3.6.1.1 Cinética de Transformaciones Isotérmicas.

Transformaciones Térmicamente Activadas

En la Fig. 3.4 se muestra una gráfica esquemática de la fracción transformada como función del tiempo (a temperatura constante) para una transformación térmicamente activada. Como puede apreciarse en la figura, la transformación no comienza, inmediatamente; el tiempo transcurrido antes de que inicie la transformación se conoce como tiempo de incubación. La rapidez de transformación (la derivada de la fracción transformada con el tiempo) se incrementa rápidamente en las etapas iniciales, alcanza un valor casi constante y, finalmente, disminuye hasta cero. Esto resulta en la característica curva sigmoideal típica de la cinética de estas reacciones. Hay dos factores que contribuyen a que la rapidez de transformación disminuya a tiempos largos. Por un lado, los campos de difusión de dos frentes de transformación se traslapan, lo que causa una reducción en el gradiente de carbono en la intercara y, por lo tanto, una disminución de la fuerza motriz difusión; este fenómeno se conoce como choque suave y es característico de transformaciones controladas por difusión donde los átomos deben viajar distancias relativamente grandes. Por otro lado, el crecimiento de una región se detiene, independientemente del mecanismo de crecimiento, cuando se encuentra con la interfase en crecimiento de otra región; esto se conoce como choque duro.

Debido a las características de las transformaciones sólido-sólido térmicamente activadas, descritas arriba, no es posible representar a la cinética de transformación usando modelos típicos de reacciones químicas.



Figura 3.4. Representación esquemática de la cinética de transformación isotérmica para una transformación sólido-sólido térmicamente activada.

Johnson y Mehl incorporaron el fenómeno de choque duro en una ecuación cinética proponiendo el concepto de volumen extendido. Bajo este tratamiento se permite que la transformación ocurra tanto en la región aún no transformada. Como en la que ya se transformó. Haciendo las suposiciones siguientes:

- La nucleación ocurre aleatoriamente;
- La transformación es isotrópica, esto es, el producto es perfectamente esférico;
- Las rapidezces de nucleación y de crecimiento son constantes;
- El incremento de volumen extendido se forma por nucleación aleatoria, se deriva la ecuación cinética de Johnson-Mehl:

$$X = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} G^3 I (t - \tau)^4\right) \quad (1)$$

Avrami extendió este tratamiento para permitir variaciones en la rapidez de nucleación. Considerando que la mayoría de los sitios de nucleación se consumen en las etapas iniciales de la transformación, se obtiene la ecuación siguiente:

$$X = 1 - \exp\left(-\frac{4\pi}{3} N_0 G^3 t^3\right) \quad (2)$$

que puede generalizarse de acuerdo a:

$$X = 1 - \exp(-bt^n) \quad (3)$$

Donde b es función de la temperatura y está relacionada con la magnitud de las rapideces de nucleación y crecimiento, y n es prácticamente independiente de la temperatura y está relacionada con la geometría (dimensionalidad) y modo de crecimiento (lineal, etc.). La ec. 3 se conoce como la ecuación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov; los parámetros n y b se obtienen a partir de mediciones experimentales utilizando dilatometría.

De la lamina obtenida al final del proceso de laminado en frío, se tomaron muestras de las siguientes dimensiones: 2 x 1 cm, las cuales fueron sometidas a un calentamiento en condiciones de atmósfera controlada con argón, esto para evitar tanto la descarburización como la oxidación de las muestras durante el calentamiento a las dos distintas temperaturas de trabajo (800°C y 720°C). Las muestras fueron sometidas a este calentamiento a distintos tiempos (5 min, 3 min, 2 min, 1 min, 30 seg, 15 seg y 1 segundo) para de esta forma determinar mediante el análisis de la microestructura de las muestras el porcentaje de recristalización de cada una de estas a distintos tiempos de tratamiento térmico. La determinación de dicha fracción se determino mediante un paquete de computación llamado Quantimet. Para un mejor control de la temperatura y del tiempo de tratamiento a cada grupo de muestras se le coloco un termopar cromel-alumel el cual estuvo conectado a un graficador Linseis con el cual se obtuvieron gráficas de voltaje vs tiempo.

3.7 Obtención de las propiedades mecánicas.

El ensayo de tensión uniaxial es usado ampliamente en ingeniería para obtener información de diseño básico sobre la resistencia de los materiales y como una prueba de aceptación de calidad en la especificación de materiales para aplicaciones específicas. En este ensayo, una muestra adecuadamente seleccionada del material en evaluación es maquinada de acuerdo con las especificaciones establecidas en ASTM Designación E8-69 y sometida a una fuerza de tensión axial la cual se incrementa continuamente a medida que se deforma la probeta mediante un mecanismo adecuado, por ejemplo en una máquina universal electromecánica. Durante la aplicación de estas fuerzas, el cambio en dimensiones de la probeta (longitud y/o diámetro) debe medirse continuamente utilizando micrómetros, galgas, extensómetros o algún otro instrumento de medición adecuado. La curva esfuerzo, (S) deformación (e) ingenieril se puede construir a partir de las mediciones de fuerza, F, y deformación lineal promedio, e, mediante las siguientes expresiones:

$$S = \frac{F}{A_0}$$

$$e = \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda} = \frac{\Delta\lambda}{\lambda}$$

Donde A_0 y λ_0 son el área de la sección transversal y longitud inicial de la probeta y λ es la longitud instantánea. Este tipo de ensayo nos permite determinar, o estimar al menos, las propiedades mecánicas más importantes de un material metálico, por ejemplo:

- 1) El límite elástico se estima a partir de la región lineal inicial de la curva S-e.
- 2) La resistencia a la cedencia (S_y , en los aceros) plástica se estima a partir del esfuerzo necesario para causar una pequeña cantidad de deformación permanente en la probeta, usualmente 0.1 o 0.2%.
- 3) La capacidad del material para deformar homogéneamente se estima a partir de la deformación (e_u) y el esfuerzo (UTS) máximos observados. A este último esfuerzo se le conoce también como la resistencia a la tracción del material.

- 4) La capacidad del material para resistir la aplicación de fuerzas sin fracturarse se puede estimar a partir de la deformación y el esfuerzo observados al momento que ocurre la separación física de la probeta de ensayo. Estas cantidades sirven para estimar la ductilidad del material y se les conoce como el porcentaje de elongación a fractura y el esfuerzo de fractura.
- 5) La capacidad del material para absorber energía durante la deformación, es decir la resiliencia y la tenacidad, pueden estimarse integrando la curva S-e en el rango elástico (resiliencia) o en el rango plástico (tenacidad).

Resulta evidente que un simple ensayo de tensión permite la caracterización de las propiedades mecánicas de uso ingenieril más importantes de un material. Durante el ensayo de tensión se mide la deformación total de la probeta, es decir, al aplicar la fuerza la probeta se deforma elástica y plásticamente. La máquina de ensayos también se deforma elásticamente, aunque, en general, esta deformación puede despreciarse ya que estos instrumentos son diseñados y contruidos de tal forma que posean un alto módulo de rigidez. Por lo tanto, la deformación medida en el ensayo de tensión es la suma de las componentes de deformación elástica y plástica del material que se está ensayando.

$$\theta_{total} = \theta_{elástica} + \theta_{plástica}$$

3.7.1 Anisotropía de la Resistencia a la Deformación en Tensión.

En 1950 Lankford indicó por primera vez la estrecha relación entre la anisotropía plástica observada en aceros de bajo carbono laminados en frío y recocidos y la distribución de orientaciones de granos (textura) producidas por la deformación plástica y el tratamiento térmico. Posteriormente, en 1960, Whiteley demostró conclusivamente que la orientación preferencial de los granos en láminas de acero es la propiedad más importante del material ya que determina el comportamiento del metal durante las operaciones de estampado y llegó a la conclusión de que la formabilidad de láminas de acero con una orientación preferencial de granos es superior al de una lámina en la cual los granos están orientados en forma aleatoria.

A la dependencia de la resistencia a la cedencia o, en general, de una cierta propiedad mecánica, con la dirección de medición en la lámina se le denomina ANISOTROPIA. Así, la variación de σ_y con θ se conoce como ANISOTROPIA PLANA. En contraste, a la diferencia entre el valor de σ_y en el plano de la lámina y en la dirección del espesor se conoce como ANISOTROPIA NORMAL. Deberá ser claro que la determinación cuantitativa del grado de anisotropía normal en una lámina de acero requiere de la medición de la resistencia a la tensión en el plano de la lámina y en la dirección perpendicular a este plano, es decir, en la dirección del espesor de la lámina. Sin embargo, en la práctica es difícil de llevar a cabo una medición de la resistencia a la deformación de una lámina en la dirección paralela a su espesor. Alternativamente, se puede estimar la relación de resistencias en el plano de la lámina y perpendicular a él si se miden, en un ensayo de tensión uniaxial, las deformaciones verdaderas en las direcciones transversal ϵ_w , y normal ϵ_t . La relación de deformación plástica, r , está definida como:

$$r = \frac{\epsilon_w}{\epsilon_t} = \frac{\ln \frac{w_0}{w_f}}{\ln \frac{t_0}{t_f}}$$

Donde w y t son el ancho y el espesor de la probeta, respectivamente, y los subíndices 0 y f indican las condiciones inicial y final.

El parámetro r puede interpretarse físicamente como la capacidad del material a resistir adelgazamiento cuando es deformada en su plano, como en una operación de estampado o troquelado profundo, de aquí su importancia en la caracterización de la formabilidad. Como la resistencia a la deformación en el plano de la lámina puede variar con θ , es necesario considerar un valor promedio del parámetro r_m .

Este valor promedio se obtuvo midiendo los valores de r en la dirección paralela (r_0), transversal (r_{90}) y a 45° (r_{45}) de la dirección de laminado, es decir:

$$\bar{r}_m = \frac{r_{90} + r_0 + 2r_{45}}{4}$$

La obtención de las probetas para la determinación de r se muestra en la siguiente figura:

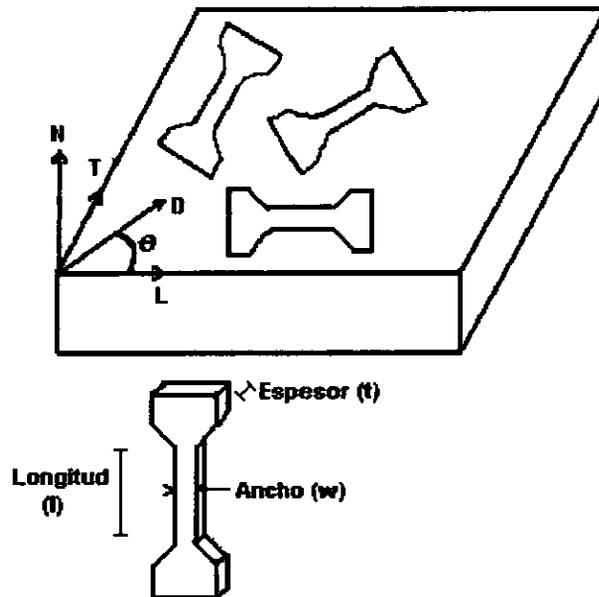


Figura 3.6. Obtención de las probetas de tracción para la determinación del valor de Lankford.

El significado físico del parámetro r puede apreciarse considerando los casos límites:

1) $r_m = 1$ implica que la resistencia a la deformación en el plano de la lámina y en la dirección del espesor son iguales, es decir, el material es isotrópico

2) $r_m > 1$ sugiere que la resistencia promedio en el plano de la lámina es menor que en la dirección del espesor y que el material tiene una buena resistencia al adelgazamiento. Desde el punto de vista práctico, una lámina de acero con un valor $r_m \gg 1$ será altamente resistente al adelgazamiento uniforme y, por lo tanto, será muy deseable cuando la lámina esté destinada al procesamiento posterior mediante operaciones de estampado.

Para la obtención de las propiedades mecánicas de la lamina de acero IF, se tomaron muestras de dimensiones 5.56 x 1.2 cm en las direcciones de 0°, 45° y 90° con respecto a la dirección de laminación, las cuales fueron recocidas en atmósfera controlada con gas argón, el tiempo de tratamiento fue de cinco minutos para tener la seguridad de que la pieza tenia una microestructura completamente recristalizada, es decir, libre de deformación.

El ensayo de tracción se llevo a cabo en una maquina de ensayo universal, la velocidad de avance del ensayo fue de 5 mm/s, se ensayaron para cada una de las diferentes direcciones de laminación 6 probetas, para obtener resultados confiables de las propiedades mecánicas del material; estas probetas fueron utilizadas después de haberlas ensayado para la obtención de la constante de Lankford.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSION

CARACTERISTICAS MICROESTRUCTURALES DEL ACERO IF.

4.1 En la condición de colada.

Microscopía óptica.

Las figuras 4.1a y 4.1b presentan fotomicrograffias de la estructura del acero IF en la condición de colada de la sección transversal (fig. 4.1a), y longitudinal (fig. 4.1b). Estas muestran principalmente una matriz compuesta de granos ferríticos, en los cuales se pueden observar precipitados. Como puede observarse, la cantidad de precipitados en los límites de grano es casi nula, por lo que puede asegurarse que los precipitados hallados se formaron durante la fusión del 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 (poliédrica, aparentemente) figuras 4.2(a y b). Obsérvese en la figura 4.1a, 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.

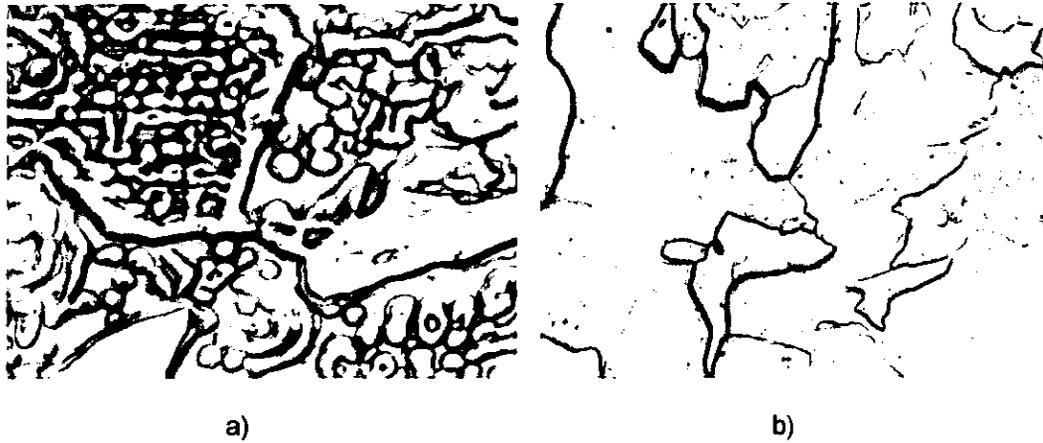


Figura 4.1. microestructura del acero IF en la condición de colada: a) sección longitudinal, 200X;
b) sección transversal, 200X.



Figura 4.2. microestructura del acero IF en la condición de colada: a) sección longitudinal, 2000X;
b) sección transversal, 1500X.

Microscopía de barrido (S E M).

Continuando con la caracterización de la microestructura del acero IF en su condición de colada, en las figuras 4.3a y 4.3b se muestran fotomicrografías de barrido de diferentes áreas de la superficie preparada. Así pues, en la figura 4.3a se aprecian brazos columnares de ferrita cuasi-poligonal, así como la presencia en matriz de precipitados con morfología poliédrica. El tamaño de estas partículas se encuentra entre $0.5 \mu\text{m}$ y $3.0 \mu\text{m}$.

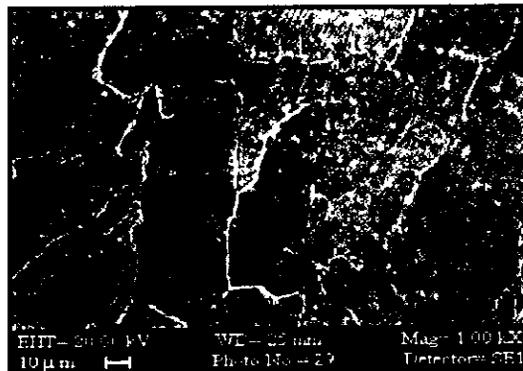


Figura 4.3. SEM, fotomicrografía del acero IF en la condición de colada: matriz

Microanálisis.

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

- 1) SEM microanálisis efectuados a cabo en matriz.

De acuerdo con la figura 4.4 del diagrama (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 poliédricos, en forma de rombos, segregados en matriz.

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

Los picos detectados en los microanálisis realizados sobre precipitados con morfología rómbica 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, fueron de 52.87 %Fe, 32.69 %Ti y 14.29 %N. En la figura 4.5, 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 % atómico de Ti y 50 % atómico de N, lo cual confirma que se trata de un precipitado de TiN.

3) Microanálisis de partículas con un tamaño entre $1.5 \mu\text{m}$ y $2 \mu\text{m}$, ($1.5 \mu\text{m} < pp < 2 \mu\text{m}$).

Los microanálisis efectuados en precipitados mayores a $1.5 \mu\text{m}$, pero menores de $2 \mu\text{m}$, 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. 4.6a). Esto sugiere la presencia de TiN, AlN, Al_2O_3 y MgO. La mayoría 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. 4.6b).

4) SEM, microanálisis llevados a cabo en precipitados de tamaño mayor a $2 \mu\text{m}$.

Los microanálisis realizados en precipitados cuyo tamaño era mayor a $2 \mu\text{m}$, presentaron la siguiente distribución de elementos Ti, N, Al, y S. La mayoría de las veces, como se presenta en la figura 4.7 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 4.7b. Tomando en cuenta que el principal compuesto es el TiN, las cantidades de elementos detectadas en cada caso fueron: 1.16 a 1.19 % atómico de Al y de 0.16 a 0.17 % atómico de S, para los picos presentados en la figura 4.7a. Finalmente para los picos presentados en la figura 4.7b, 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.

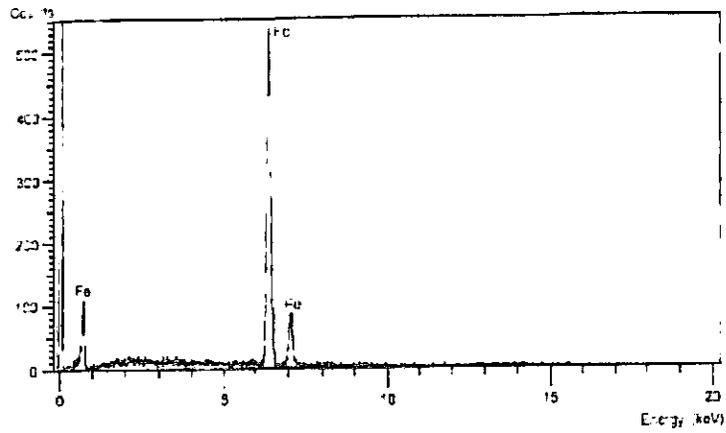


Figura 4.4. SEM, microanálisis de la matriz ferrítica.

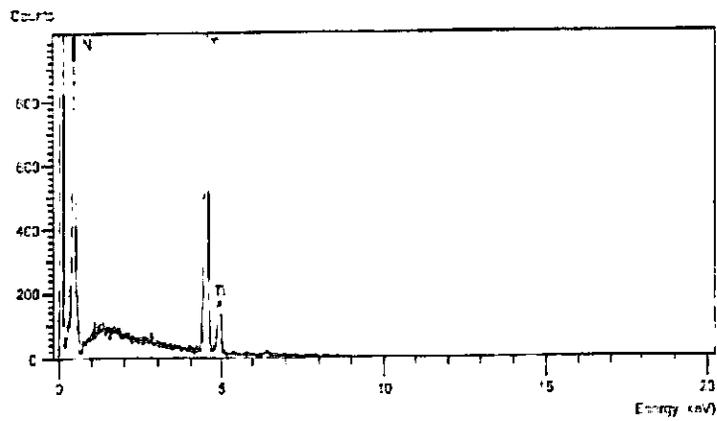
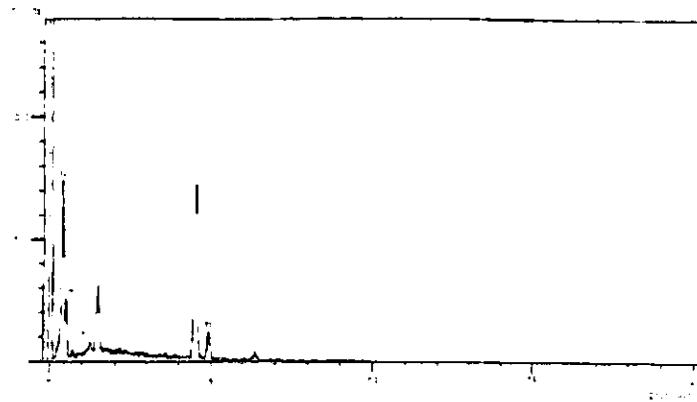
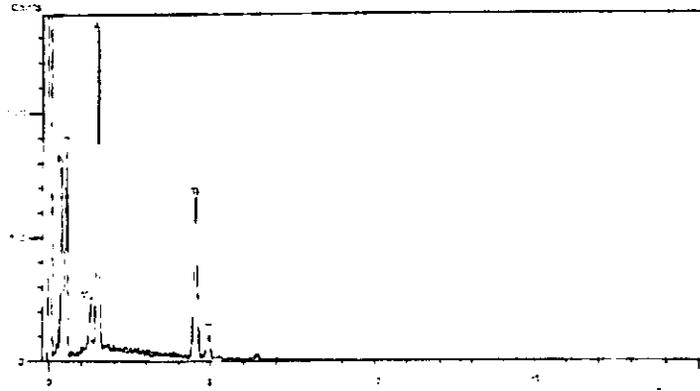


Figura 4.5. microanálisis de precipitados con un tamaño entre 0.5 μm y 1 μm .



a)



b)

Figura 4.6. microanálisis de precipitados con un tamaño de entre 1.5 y 2 μm : a)TiN; b)TiN/Al₂O₃.

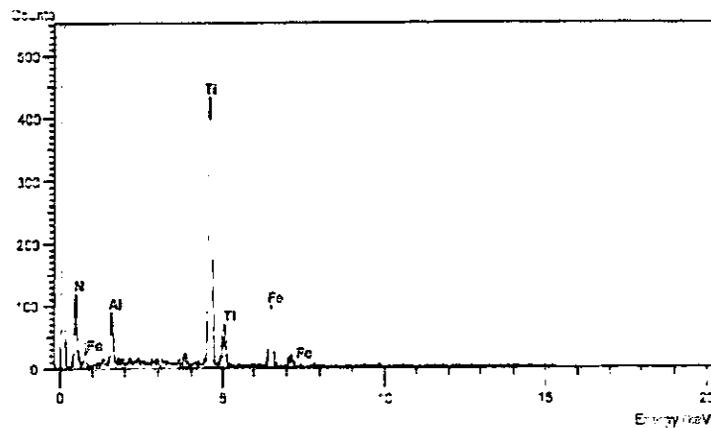
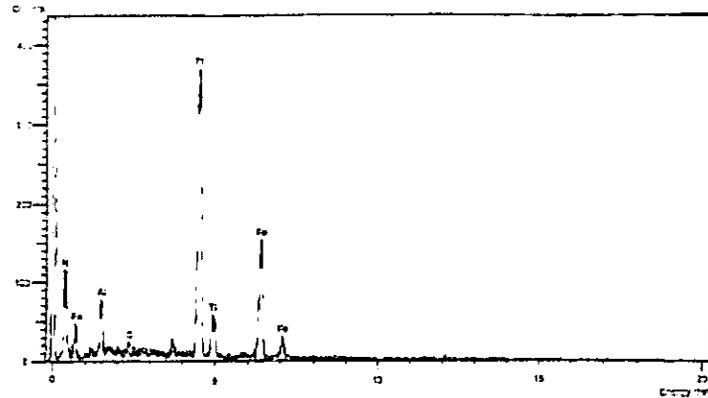


Figura 4.7. SEM, microanálisis de precipitados mayores a 2 μm (TiN)

(Acero IF en la 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 ($Fe-\alpha$) y precipitados de nitruro de titanio (TiN) en matriz. 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, éste 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 BCC, 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 fcc, 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.

La cantidad de precipitados se incremento a medida que el contenido de titanio incremento, sin embargo cuando las muestras se sometieron a la temperatura de austenización, la cantidad de precipitados disminuyo a niveles menores al 1% en volumen. Adicionalmente, se observó la presencia de $Ti_4C_2S_2$ en muestras austenizadas a 1250°C .

En las muestras con tratamiento térmico, se observaron tres tipos de precipitados, cuya morfología fue: esférica (fig. 4.8); elongada (fig. 4.8b) y rómbica (fig. 4.8b). 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 $1\mu\text{m}$ se detecto 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 liquido antes de que el Ti sea añadido en forma de ferroaleación.

Además de la matriz ferrítica, se detectaron mediante patrones de difracción, partículas de TiN. En precipitados mayores a las 2 μm , se presenta nuevamente la posibilidad de que el TiN este nucleando en precipitados de AlN. Se llego a esta conclusión, después de que se analizaron los patrones de difracción obtenidos, donde se determino 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 interatómica de 2.695 Å, que corresponde al AlN.

Como ya se menciona, esta consideración permite la posibilidad de que se presente una nucleación del TiN sobre el AlN, partícula que crece epitaxialmente. Las muestras austenitizadas poseen precipitados del tipo TiN y $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$, lo cual esta de acuerdo con lo reportado por N. Yoshinaga.

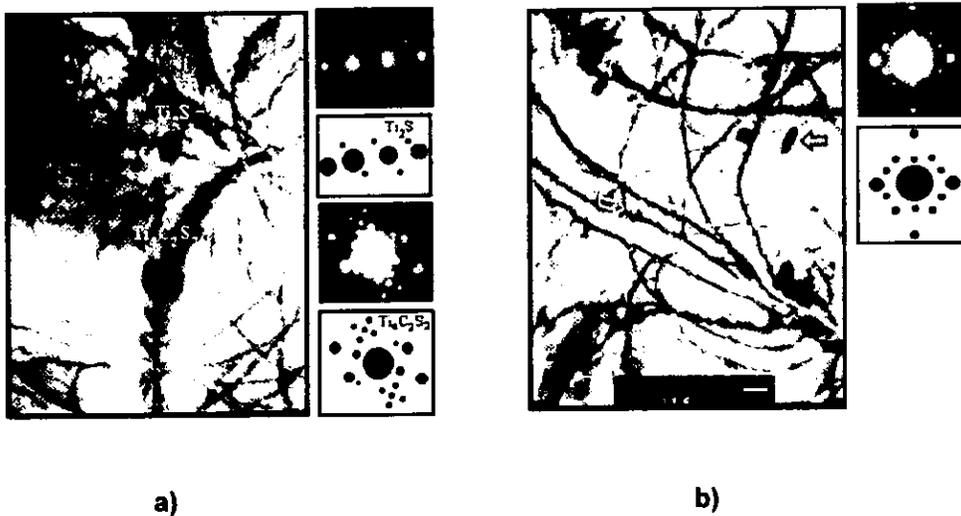


Figura 4.8. TEM, fotomicrografías de precipitados con morfología: a) esférico (Ti_2S), y hexagonal ($\text{Ti}_4\text{S}_2\text{C}_2$);
b) rómbica (TiN), y elongada (no identificado)

4.2 Laminación en caliente.

Microscopía óptica

La figura 4.9 muestra la microestructura que posee en su sección longitudinal, el espécimen laminado en caliente, cuya temperatura final de laminación fue dentro de la zona ferrítica como se puede observar en el esquema del proceso de laminación en caliente del capítulo III.



Figura 4.9. Microestructura del acero IF laminado en caliente

En esta fotomicrografía se puede observar que la morfología del grano es 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. En las fotografías mostradas en la figura 4.10 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.4.10a), 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 el tamaño de los precipitados se puede apreciar en la figura 4.10b.

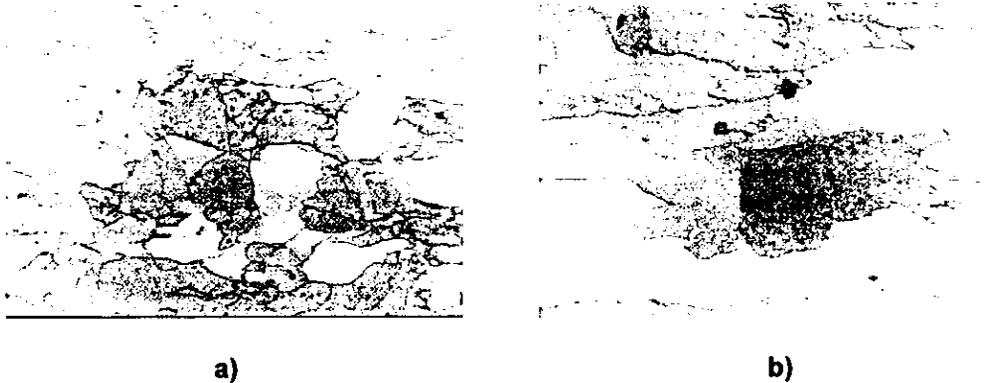


Figura 4.10. fotomicrograffías de la estructura del acero IF laminado en caliente: a) morfología de granos ferríticos; b) partículas de TiN.

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 Kundielka¹⁴ y Lui¹⁵ se cree que tal partícula es un precipitado en transformación, posiblemente de TiN a Ti_2S , o tal vez es una triple transformación es decir de TiN a Ti_2S y éste a su vez a $Ti_4C_2S_2$. Esto no se sabe, ya que aun es desconocida la velocidad de las transformaciones y el momento en que se dan.

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 4.11a y 4.11b. Los microanálisis efectuados en el centro de las partículas con morfología romboédrica mostraron la información presentada en la figura 4.12. La figura 4.13 presenta los picos principales, encontrados durante el análisis de precipitados mostrados en la figura 4.14, lo cual indica que se tratan básicamente de carburos de hierro.

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 dentro de la zona bifásica 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 4.15, y los microanálisis efectuados sobre éstos son mostrados en la figura 4.16, el cual se presume es una partícula de carbosulfuro de titanio, $Ti_4C_2S_2$.

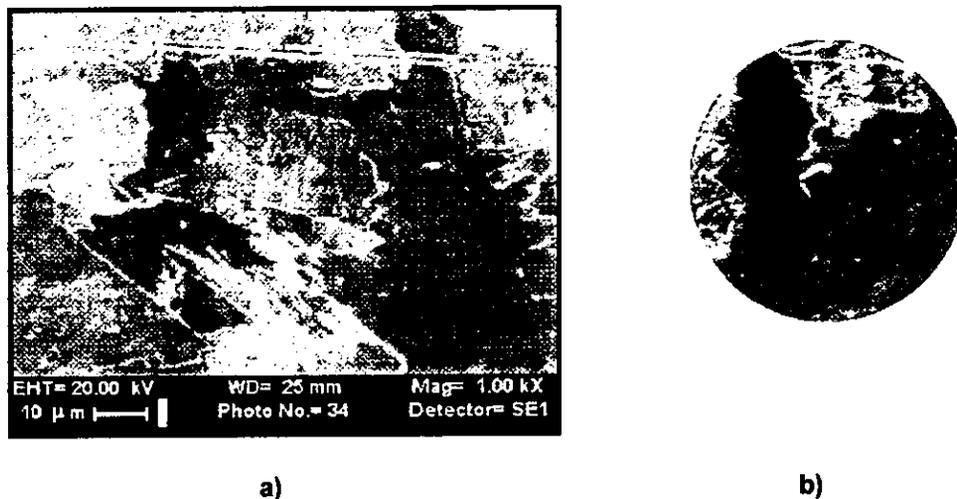


Figura 4.11. SEM, fotomicrografía de la estructura de granos elongados a); y de una partícula de TiN pura b).

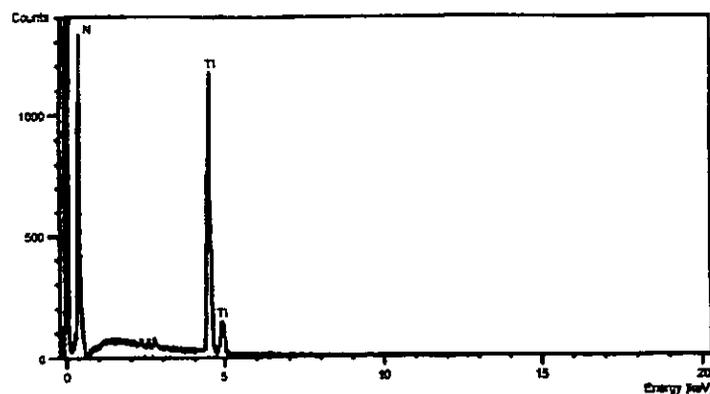


Figura 4.12. SEM, microanálisis del centro de partículas con morfología rombohédrica

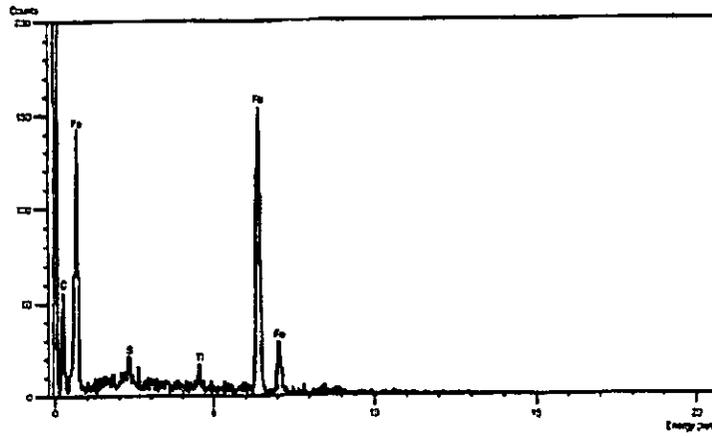
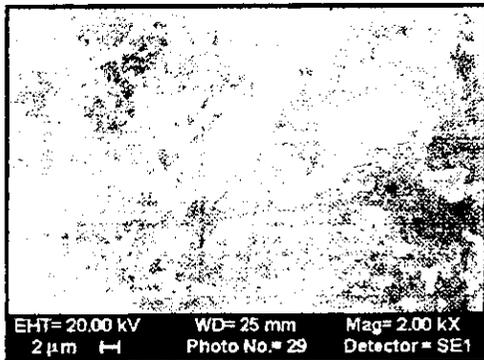
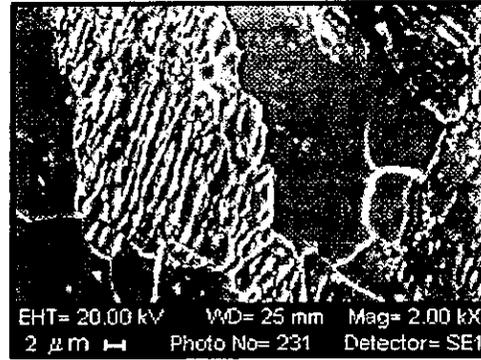


Figura 4.13. SEM, microanálisis del centro de los precipitados de carburo de hierro

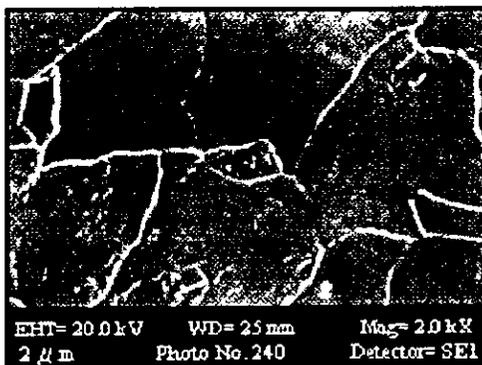


a)



b)

Figura 4.14. SEM, fotomicrografías de precipitados de carburo de hierro



a)



b)

Figura 4.15. SEM, fotomicrografías ricas en azufre.

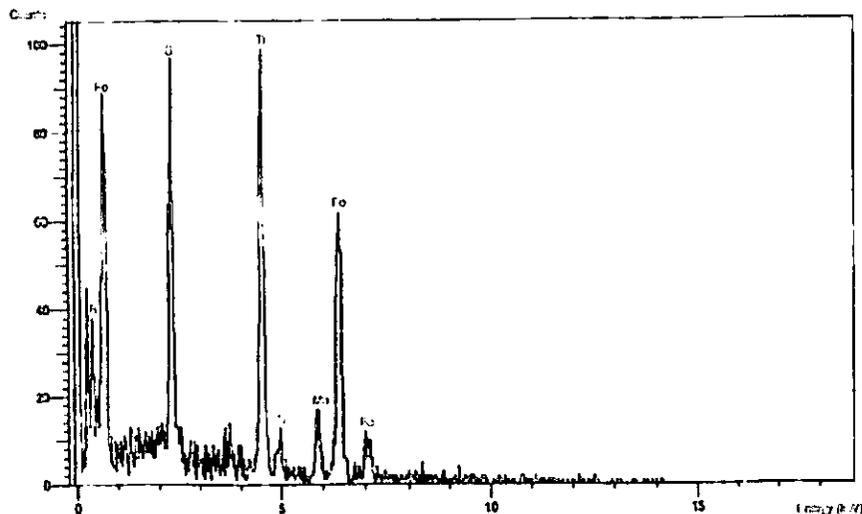


Figura 4.16. SEM, microanálisis de un precipitado de Carbosulfuro de Titanio.

Microscopía de transmisión (T E M).

Las figuras 4.17 y 4.18, presentan la morfología observada tanto en matriz como en precipitados. Aquí se pueden observar los precipitados de nitruro de titanio (figura 4.17a), carburos (figura 4.17b), granos elongados de bainita (figura 4.18a) y posibles carbosulfuros (figura 4.18b).

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.

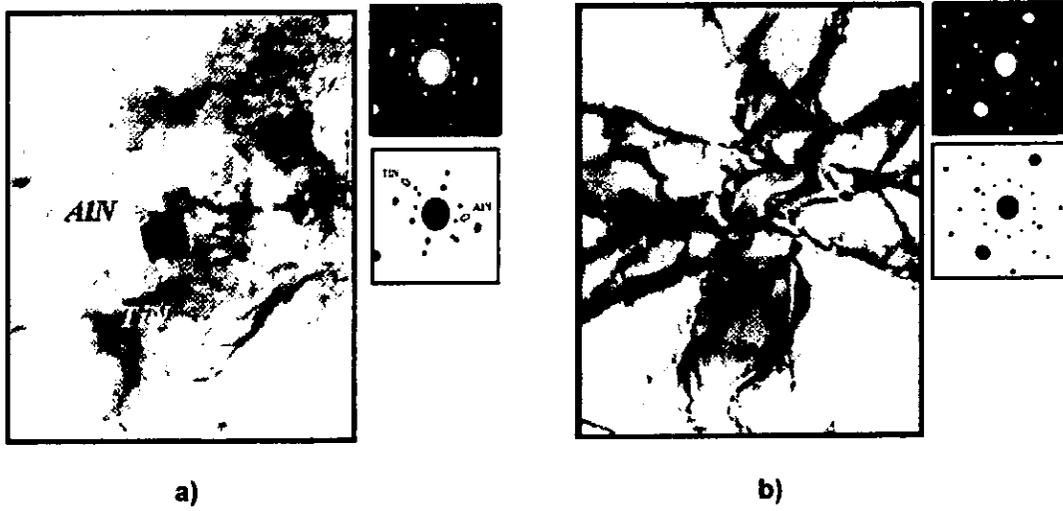


Figura 4.17. TEM, fotomicrografías de dos tipos de precipitados: a) Nitruro de Titanio; b) Carburos.

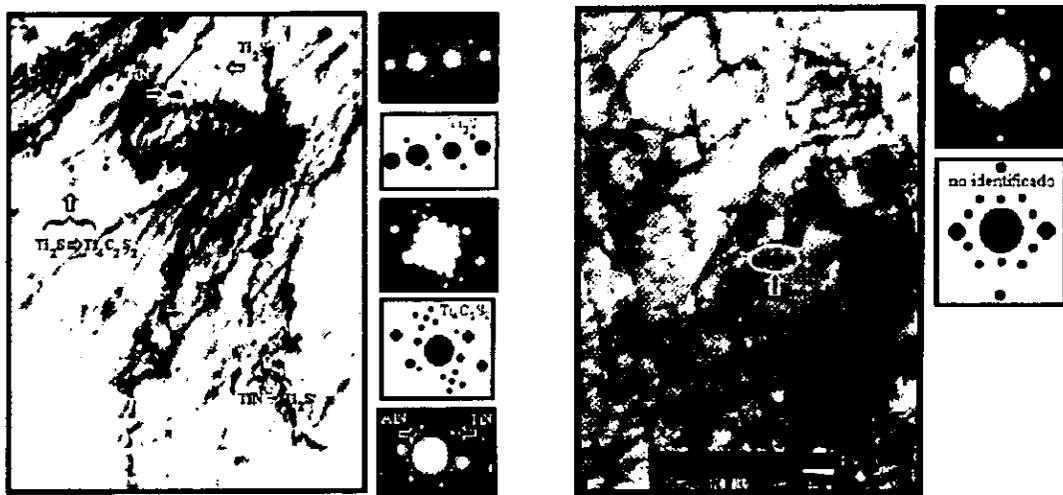


Figura 4.18. TEM, fotomicrografía de un área con precipitación masiva de partículas de: a) TiN, TiN a Ti_2S , Ti_2S a $Ti_4C_2S_2$, y $Ti_4C_2S_2$; b) elongadas, (no identificadas).

4.3 Cinética de recristalización.

En la figura 4.19 se puede apreciar el estado de deformación del acero IF después de la laminación en frío. Como se puede apreciar la estructura esta completamente deformada, por lo que en este estado las propiedades de la lamina son las más bajas en cuanto a ductilidad pero son elevadas, por ejemplo, en dureza y en la resistencia a la cedencia, debido al endurecimiento por deformación del metal; sin embargo, estas propiedades no son las que se buscan en este tipo de laminas, por lo que es necesario el recocido de estas.

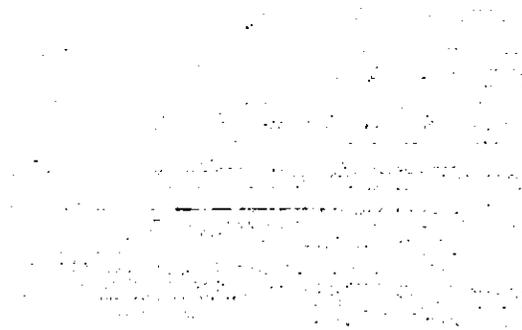


Figura 4.19. estructura deformada del acero IF después de la laminación en frío.

Las figuras 4.20 (a, b) y 4.21 (a, b) muestran la evolución de la microestructura del metal desde la condición de deformación, variando el tiempo de tratamiento térmico y la temperatura del tratamiento; en la figura 4.20 b) se puede apreciar como a un mismo tiempo de tratamiento la fracción recristalizada en el metal es diferente, siendo mayor para la tratada a 800°C.

De aquí la importancia de cuantificar la fracción recristalizada del metal ya que para propósitos de optimización del proceso es necesario el conocimiento de esta, para lograr las mejores propiedades en el menor tiempo posible.

En la figura 4.22 se presentan los diagramas de recristalización obtenidos a las dos temperaturas de tratamiento térmico (800 y 720°C).

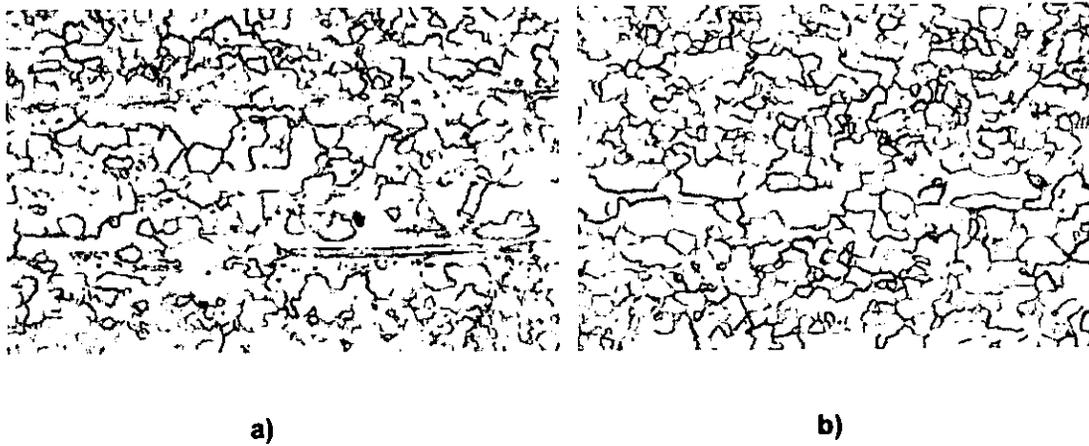


Figura 4.20. evolución microestructural durante el tratamiento térmico, a una temperatura de 720 °C,
a) 15 segundos, b) 3 minutos

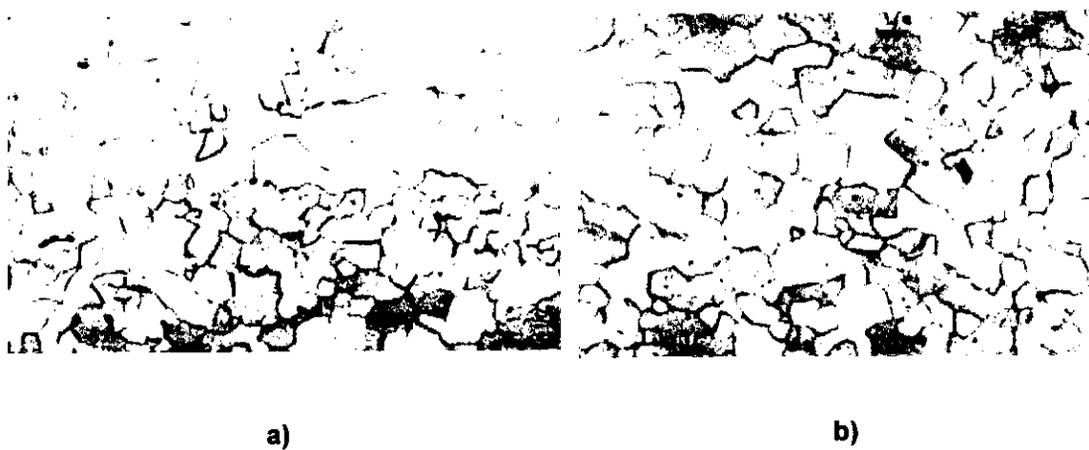


Figura 4.20. evolución microestructural durante el tratamiento térmico, a una temperatura de 800 °C,
a) 15 segundos, b) 3 minutos

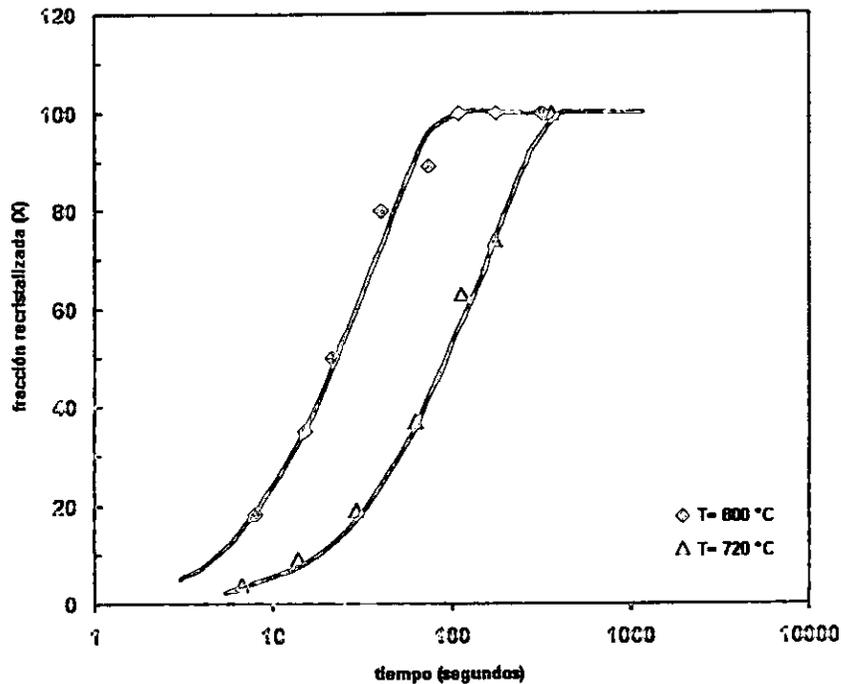


Figura 4.22. diagrama de recristalización del acero IF bajo estudio.

En el diagrama de recristalización del acero IF se puede apreciar, que a temperaturas mayores se requieren tiempos más cortos de tratamiento, logrando con esto las mejores propiedades alcanzadas a un 100% de recristalización del acero.

Con el estudio de este tipo de diagramas por medio de la ecuación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolomogorov, podemos obtener parámetros cinéticos del metal, estos parámetros, n y b son dependientes de la temperatura y están relacionados con la geometría de los granos recristalizados (n) y con la rapidez de nucleación y crecimiento (b) de estos.

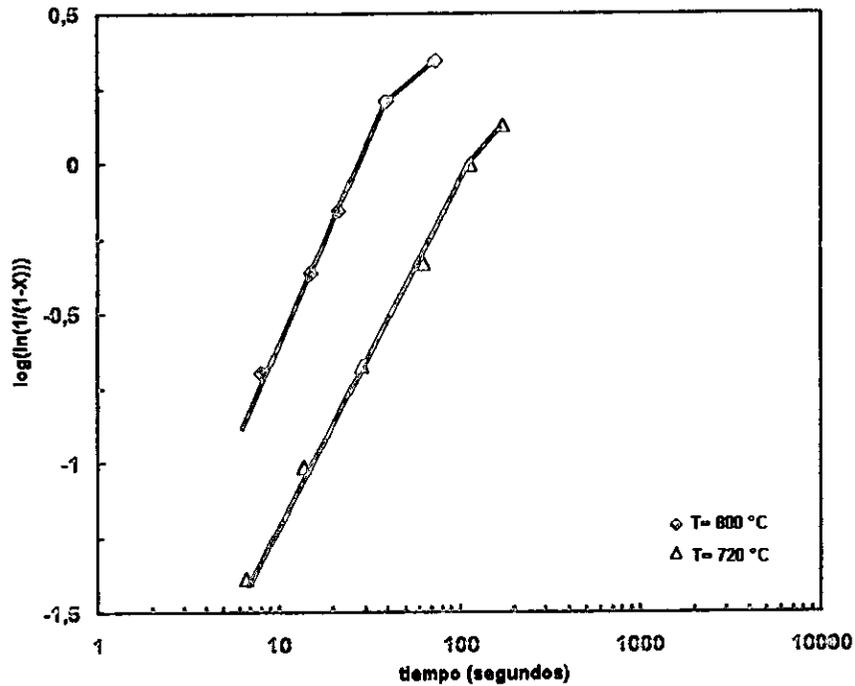


Figura 4.23. Diagrama KJMA para el acero IF con un 90% de deformación y recocido a dos diferentes temperaturas.

Los valores de n , obtenidos mediante la ecuación de KJMA, son listados en la tabla 4.1, los cuales caracterizan a las primeras etapas del recocido y que varían en el acero IF estudiado de 1.08 a 1.3, los valores de n para las etapas posteriores de recocido son caracterizadas por su bajo valor de n .

Tabla 4.1. Valores de n a las distintas temperaturas de estudio.

Temperatura de tratamiento (°C)	n primeras etapas del recocido	n en el cambio de pendiente de la curva
800	1.30	0.5078
720	1.08	0.73

ESTA TESIS NO DEBE SALIR DE LA BIBLIOTECA

4.4 Propiedades mecánicas

Con respecto a las propiedades mecánicas de las placas laminadas en frío, las tablas 4.2, 4.3 y 4.4, muestran los valores de resistencia máxima a la tensión, límite de fluencia y él por ciento de elongación.

Se puede observar que los valores de tensión para valores del 0.02% de elongación están entre los 181.8 y los 153.5 Mpa; de última resistencia a la tensión entre los 384 y los 337.8 Mpa y de por ciento de elongación entre los 70.09 a los 41.

La matriz ferrítica de laminas de aceros IF fuertemente deformados en frío recristalizan durante el recocido a estructuras policristalinas con texturas de recristalización $(111) \langle \bar{1}10 \rangle$, dando como resultado altos valores de la relación promedio de deformación plástica, \bar{r}_m , la cual está asociada con la alta formabilidad de los aceros de ultrabajo carbono. Las características de estampado profundo de las laminas de aceros IF, en términos del valor medido de la constante de Lankford a partir de una prueba de tensión, son fuertemente dependientes del desarrollo de la textura $\{111\}$ durante el recocido.

Los diagramas de tensión vs deformación obtenidos arrojaron los siguientes resultados que corresponden a muestras orientadas a 0°, 45° y 90° a la dirección de laminación y recocidas a 800 y 720°C por 5 minutos.

Tabla 4.2. Propiedades mecánicas de aceros ultralimpios estabilizados con titanio en la dirección transversal a la de laminación (0°), recocidos a 800 y 720°C por 5 minutos.

Temperatura de tratamiento °C	0.2% Límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
800	167.1	337.8	52.4
720	181.8	384.0	45

Tabla 2. Propiedades mecánicas de aceros ultralimpios estabilizados con titanio en la dirección longitudinal de laminación (90°), recocidos a 800 y 720°C por 5 minutos.

Temperatura de tratamiento °C	0.2% Límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
800	153.5	340.6	66.57
720	172.0	373.0	41.0

Tabla 3. Propiedades mecánicas de aceros ultralimpios estabilizados con titanio en la dirección longitudinal /transversal de laminación (45°), recocidos a 800 y 720°C por 5 minutos.

Temperatura de tratamiento °C	0.2% Límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
800	156.5	363.6	70.09
720	162.0	357.0	43.0

De acuerdo con los resultados obtenidos de las muestras ensayadas mecánicamente por tensión, se derivó la constante de Lankford para probetas de tensión maquinadas a 0°, 45° y 90° a la dirección de laminación de acuerdo con la ecuación:

$$r = \ln(w / w_0) / \ln(t / t_0)$$

donde: t_0 y w_0 son el espesor original y ancho original, respectivamente, y después de deformación son denotadas por t y w . La constante de Lankford promedio \bar{r}_m se cálculo de acuerdo con la relación:

$$\bar{r}_m = (r_0 + 2r_{45} + r_{90}) / 4$$

Tabla 4.5. Valor de la constante de Lankford para laminas de acero recocido a 800 y 720°C por 5 min.

Valor de Lankford	0° a la Dirección de laminación		45° a la Dirección de laminación		90° a la dirección de laminación	
	800	720	800	720	800	720
Temperatura de tratamiento (°C)	800	720	800	720	800	720
r	1.91	1.307	1.86	2.092	2.01	1.759
\bar{r}_m	Para 800°C la constante de Lankford fue de 1.91 y para 720°C de 1.8125					

Tabla 4.6. Clasificación de aceros ultralimpios de acuerdo a sus propiedades mecánicas.

Propiedades	Calidad Comercial	Calidad de estampado	Calidad de estampado profundo	Calidad de super estampado profundo.
% Elongación	36.9 a 42.2	40.0 a 45.0	42.7 a 47.5	46.1 a 50.5
\bar{r}	1.0 a 1.41	1.23 a 1.51	1.42 a 1.84	1.73 a 2.12

Las propiedades mecánicas de los aceros ultralimpios fabricados en Imexsa y procesados termomecánicamente, mecánicamente y recocidos, presentaron excelentes propiedades en términos del por ciento de elongación y la constante de Lankford, comparándolos con los valores reportados en la literatura. Estos aceros presentan buenas propiedades para el rango de aplicaciones de estampado extra profundo.

En lo que respecta a las demás propiedades obtenidas de este acero, la resistencia a la cedencia y la resistencia máxima, se observa que estas propiedades son mayores para la lamina recocida a 720 °C que para la recocida a 800 °C, esto se debe a que la recristalización para la recocida a 800°C se a completado, por lo que comienza el crecimiento de los granos recristalizados, dando lugar a una caída en estas propiedades, no siendo así para la lamina recocida a 720°C, ya que a esta le toma más tiempo para completar el 100 % de recristalización; este crecimiento de grano a su vez provoca que el porcentaje de elongación aumente y con esto se obtiene una constante de Lankford mayor.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

La estructura ferrítica de colada muestra una cantidad considerable de precipitados con forma rómbica. Los principales elementos que lo conforman son nitrógeno y titanio. Por lo que se establece la presencia de precipitados de nitruro de titanio en la estructura ferrítica.

Las condiciones de temperatura a las que se somete la placa durante la laminación en caliente proporcionaron las condiciones necesarias para propiciar la expulsión, o segregación del carbono remanente en solución sólida con la ferrita, formando nuevas partículas o transformando las ya existentes.

El retardo en la recristalización esta correlacionada a una gran cantidad de partículas finas introducidas durante la laminación en caliente.

La recristalización se inicia a tiempos mayores a los 100 segundos y se obtiene una recristalización del 100% a los 5 minutos. La microestructura de recristalización está conformada por granos de ferrita cuyo tamaño en promedio es de 50 μm aproximadamente y con precipitados en matriz, principalmente.

Las muestras laminadas en frío y recocidas durante 5 minutos a una temperatura de 800°C mostraron valores de la constante de Lankford cercanos a 2.0, lo cual hace que este material pueda ser utilizado para estampado extraprofundo.

REFERENCIAS.

- 1.- R. I. L. Guthrie and J. J. Jonas. Steel Processing Technology; McGill Metals Processing Center, McGill University. Metals Handbook, Vol. 2, 1997.
- 2.- 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.
- 3.- H. Takechi, ISIJ International, 34 (1) (1994), 1-8.
- 4.- Technology of Continuously Annealed Cold-Rolled Sheet Steel: R. Pradhan, Editor, TMS, Warrendale, Pennsylvania, 1992.
- 5.- R. G. Blosssey, 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.
- 6.- M. Nadif, D. Brachet: Production of Ultra Low Carbon Steel at Sollac, Durkirk, Steelmaking Conference Proceedings, 72 (1989), 227-233.
- 7.- T. Obara and D. Tsunoyama: Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel, ISIJ, Tokio, (1987), 149.
- 8.- H. Takechi, O. Akisue and T. Yakushiji: Tsetsu-to-Hagané, 74 (1988), 1617.
- 9.- L. Meyer et al, International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels, The Iron and Steel Institute of Japan, Tokio, 1994, pp. 203.
- 10.- The Iron and Steel Institute of Japan, International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels-94, Volumen I, Volumen 2.
- 11.- N. Takahashi, M. Shibata, Y. Furuno, H. Hayakawa, T. Asai and Y. Yamashita: Tsetsu-to-Hagané, 68 (1982) S588.
- 12.- R. Yoda, I. Sukatani, T. Inoue and T. Saito, ISIJ International, 34 (1994) 70.
- 13.- H. Takechi, O. Akisue ISIJ International, ISIJ International, 34 (1991) 1.
- 14.- H. Kudielka and H. Rohde, Z. Krist., 111 (1960) 447.
- 15.- W. J. Lui, S. Yue and J. J. Jonas, Metall. Trans., 20A (1989) 1907
- 16.- T. Miyoshi and S. Hashimoto, Tetsu-to-Hagane, 76 (1992) 862.
- 17.- I. Tsukatani et al; Tetsu-to-Hagane, 74 (1988) 1501

- 18.-T. Ohara and K. Tsunoyama: Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel, ISIJ, Tokio, 1987, 149
- 19.-S. Hashimoto and T. Yakushiji, *Tetsu-to-Hagane*, 74 (1988) 1617.
- 20.- A New Era of Pneumatic Steelmaking, *Iron and Steelmaker* 10(8) August, 1993.
- 21.- R. J. Fruehan, *Ironmaking and Seelmaking*, 1 (1976) 33-38.
- 22.- Xiaohong YANG, Dirk VANDERSHUEREN: 'Solubility Products of Titanium Sulphide and Carbosulphide in Ultra – Low Carbon Steel', *ISIJ International*, Vol.36 (1996).
- 23.- Ken INOUE, Ikuo OHNUMA, Hiroshi OHTANI: 'Solubility Product of TiN in Austenite', *ISIJ International*, Vol. 38 (1998).
- 24.- 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 Metallwiewerarbeitung*, Vol. 24, No 10, 1986.
- 25.-H. Tanaka, Y. Ogura, K. Yoshiota, T. Hiroshi, H. Yamana, M. Sako: "Development of Ultra Low Carbon Seels with Excellent Formability", *Nippon Kokan Technical Report (Overseas)*, No 48, 1987, pp 21-26.
- 26.-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.
- 27.- 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.
- 28.- RWK Honeycombe and HKDH Bhadeshia, "Steels, Microstructure and Properties", Second Edition, Ed. Arnold, 1995.
- 29.- Imao Tamura, Hiroshi Sekine, Tomo Tanaka, Chiaki Ouchi; 'Thermomechanical Processing of High-strength Low-alloy Steels', Butterworths 1988.
- 30.- J.G. Byrne; 'Recovery, Recrystallization, and grain growth', *Macmillan Series in Materials Science* 1965.
- 31.- R. W. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer. 'Materials Science and Technology, A comprehensive Treatments'. *Constitution and Properties of Steels*, Vol. 7, New York 1992.