



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

“EFECTO DE UN TRATAMIENTO DE ENVEJECIDO EN ACEROS MICROALEADOS PARA TUBERIAS TIPO X52”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA:

ADAIR JIMÉNEZ NIETO



Facultad de Química "UNAM"

MÉXICO, D.F.

2009



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: Dr. Bernardo Fabián Campillo Illanes

VOCAL: Ing. Arturo Alejandro Sánchez Santiago

SECRETARIO: Ing. Balbina Ojeda Ramírez

1er. SUPLENTE: Ing. José Guadalupe Ramírez Vieyra

2do. SUPLENTE: Dr. Marco Aurelio Ramírez Argaez

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.

FACULTAD DE QUÍMICA.

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA.

ASESOR DEL TEMA: Dr. Bernardo Fabián Campillo Illanes

Firma

SUPERVISOR TÉCNICO: Dr. Sergio Serna Barquera

Firma

SUSTENTANTE: Ing. Adair Jiménez Nieto

Firma

Agradecimientos:

En especial a mis padres y Hermana, los cuales son el pilar más importante para llegar a este punto y para los cuales decirle gracias se queda corto con todo lo que me han ofrecido, “mutatis mutandis”.

Al Dr. Bernardo Fabián Campillo Illanes, por su apoyo en la elaboración de este trabajo.

A todos los amigos, que por no restar importancia a cada uno, solo los mencionaré como tal, evitándome la molestia de poner un enlistado en el cual seguramente se me olvidaran nombres o sobrenombres en su caso, pero que han estado aquí, algunos ayudando directa o indirectamente en aspectos de escuela, deportivos como personales y sociales.

A Iván Puente Lee (USAI-FQ).

Pensamientos:

“la ciencia sin la iglesia es coja pero la iglesia sin la ciencia es siega” Isaac Newton.

“La mercancía es, ante todo, un objeto exterior, una cosa que por sus propiedades satisface las necesidades humanas de cualquier índole. Que esas necesidades hallen su origen en el estómago o en la fantasía, en nada desplaza la cuestión” Marx.

INDICE DE CONTENIDO

Resumen	1
CAPITULO I	
1.1 Hipótesis	3
1.2 Objetivos generales	4
1.3 Objetivos particulares	4
CAPITULO II	
Antecedentes	
2.1 Aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA)	5
2.1 Proceso de fabricación del acero microaleado	7
2.2 Tratamientos termomecánicos	9
2.2.1 Clasificación de tratamientos termomecánicos	9
2.3 Laminación controlada	10
2.3.1 Etapas de la austenita	12
2.3.2 Control de grano durante el laminado	14
2.4 Solubilidad	14
2.4.1 Solubilidad de microaleantes Carburos y Nitruros	15
2.5 Endurecimiento por solución sólida	18
2.6 Transformación por precipitación	18
2.7 Endurecimiento por envejecimiento o por precipitación	19
2.7.1 Envejecido en aceros al carbón	19
2.7.2 Efecto de la temperatura y el tiempo de envejecimiento	21
2.7.3 Requisitos para el endurecimiento por envejecimiento	21
2.8 Clasificación de la ferrita	22
2.9 Propiedades Mecánicas	23
CAPITULO III	
Desarrollo experimental	
3.1 Variables del proceso	24
3.2 Metodología	24
3.2.1 Análisis químico	24
3.2.2 Corte y maquinado de las probetas	24

3.2.3 Tratamiento térmico	26
3.2.4 Ensayos de tensión	27
3.2.5 Microdureza Vickers	27
3.2.6 Microscopia óptica	28
3.2.6.1 Medición de tamaño de grano	29
3.2.7 Microscopia TEM	30

CAPITULO IV

Resultados y discusión

4.1 Caracterización de los aceros en las condiciones de llegada	31
4.1.1 Composición química	31
4.1.2 Caracterización microestructural	32
4.1.3 Caracterización mecánica	35
4.1.4 Caracterización de la fractura	38
4.1.5 caracterización de las inclusiones	39
4.2 Caracterización de aceros con tratamiento térmico	41
4.2.1 Caracterización microestructural acero tipo A en la sección longitudinal	41
4.2.2 Caracterización microestructural acero tipo A en la sección transversal	43
4.2.3 Caracterización microestructural acero tipo B en la sección longitudinal	44
4.2.4 Caracterización microestructural acero tipo B en la sección transversal	46
4.2.5 Caracterización mecánica acero tipo A	48
4.2.6 Caracterización mecánica acero tipo B	53
4.2.7 Resumen de las propiedades mecánicas medidas	56
4.2.8 Caracterización microestructural por Microscopia electrónica de transmisión	60

CAPITULO V

Conclusiones	63
--------------	----

CAPITULO VI

Bibliografía	64
--------------	----

RESUMEN

Uno de los aspectos más importantes en los aceros microaleados es el mejorar sus propiedades mecánicas, y específicamente su resistencia y tenacidad. Estos aceros contienen elementos microaleantes en su composición, que juegan un papel determinante en el endurecimiento del acero por precipitación, tales elementos como V, Ti y Nb. Durante su procesamiento termomecánico se precipitan como carburos, nitruros y/o carbonitruros, que es bien conocido que endurecen la matriz del acero y evitan el crecimiento posterior de los granos, refinando los granos de ferrita. Durante su procesamiento llegan a quedar remanentes una cierta cantidad de estos elementos en solución sólida, con esto no se consigue explotar todo su posible potencial de endurecimiento en el acero. Recientemente se ha reportado diversos intentos para incrementar su resistencia a través de procesos posteriores a su fabricación, como intentos se mencionan cambios y/o modificaciones a los procesos termomecánicos variando las condiciones de enfriamiento posterior y controlando su deformación plástica en frío, otros intentos incluyen la realización de un pos-tratamiento térmico equivalente a un tratamiento de recristalización y de relevado de esfuerzos pero de forma isotérmica y controlada, sin embargo los reportes no mencionan del todo la efectividad de estos pos-tratamientos en las propiedades mecánicas. Por lo que en el presente trabajo se estudio en un acero microaleado grado API X-52, el efecto de un tratamiento de envejecido no común o un pos-tratamiento isotérmico, en relación a sus propiedades mecánicas.

Se estudió el comportamiento en dos distintos aceros X52 (tipo A y tipo B), que fueron obtenidos mediante distintos procesos termomecánicos, otra diferencia es que presentaron variantes en su composición química.

Se seccionaron las placas, tanto en el sentido longitudinal (L) en la dirección de su laminación, como en sentido transversal (T) a la dirección de la laminación. A partir de estos cortes se elaboraron probetas de tensión de cada acero en cada sentido (L y T), maquinándose de acuerdo a normas ASTM y API. De las probetas así obtenidas en ambos sentidos, se efectuó un tratamiento de envejecido no-típico, que consistió más bien es un tratamiento posterior isotérmico a 600 °C a distintos tiempos.

Posteriormente a los tratamientos, se realizaron ensayos mecánicos de tensión y de dureza. Los ensayos de tensión, se determinó su resistencia máxima, su tensión de fluencia, el % de elongación y el % de reducción de área. Así mismo se efectuaron ensayos de microdureza a todas las muestras, además realizando un estudio microestructural detallado en sus diferentes tiempos de tratamiento térmico.

Se estableció la relación del tratamiento térmico con los sentidos de los cortes realizados. Así como también se determinó cuál de estos aceros mostró un mejor comportamiento y su relación con las microestructuras obtenidas.

Capítulo I

1.1 Hipótesis

La literatura nos señala, que la mejora en propiedades mecánicas de materiales microaleados esta en función del tratamiento termomecánico, para un buen refinamiento de grano, así como la composición química [1, 2].

Al final de estos procesos termomecánico no han reaccionado en su totalidad los elementos microaleantes, quedando un soluto remanente en la matriz del acero, en consecuencia conforme pasan los años de servicio existe una solubilidad en la matriz a bajas temperaturas en conjunto con la interacción de dislocaciones, formando así la precipitación de una segunda fase coherente [1,3].

Con la ayuda de la temperatura se busca acelerar el proceso de solubilización de algunos de los elementos microaleantes remanente en la matriz del acero grado API X52; además de los microaleantes ciertos elemento como el Cu Mo y Cr pueden presentar alguna manifestación de precipitación y efectuar una contribución a el endurecimiento por precipitación de estos aceros ejemplo podría ser el vanadio por ser el elemento microaleante con solubilidad a mas baja temperatura [2-4], efectuando un tratamiento térmico de envejecido no común en el material, debido a interactuar este soluto tendremos un punto máximo en la propiedades mecánicas del acero por una mejora en la distribución de los co-precipitados y un anclaje en el limite de grano, obteniendo el punto óptimo de envejecido, esto traducido en una máxima resistencia del mismo.

1.2 Objetivos generales

- Estudiar un tratamiento térmico isotérmico del tipo envejecido no común en un acero microaleado.
- Interpretar los cambios microestructurales generados después de los tratamientos térmicos con respecto a sus propiedades mecánicas, así como comparar las propiedades mecánicas.

1.3 Objetivos particulares

- Determinar si hay algún cambio en las propiedades de un acero grado API X52, variando el tiempo de tratamiento a temperatura constante.
- Analizar si existe algún cambio significativo en el tamaño de grano y su relación con las propiedades mecánicas.
- Obtener el tiempo óptimo de envejecido para cada acero API X52.
- Establecer si existe algún parámetro entre estos aceros, en relación a las propiedades mecánicas.

Capítulo II

Antecedentes

2.1 Aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA-siglas en inglés, High strength low alloy).

Son aceros fabricados con pequeñas cantidades en su composición química de Nb, Ti y V (<0.1% en peso), también se puede encontrar Al. Estos aceros se desarrollaron por la necesidad de obtener mejores propiedades de resistencia y tenacidad o una combinación de ambas, que los aceros al C no poseen. Por otro lado y aun cuando es mas costosa la producción de estos aceros, estos se desempeñan mejor ante requerimientos de la industria, teniendo una gran aplicación como aceros estructurales para la industria de la construcción, transportación, petrolera y la automotriz.

Los aceros microaleados poseen mejores propiedades mecánicas como son: resistencia a la fluencia, tenacidad, ductilidad, formabilidad y soldabilidad. No obstante el desarrollo de estos, se ha logrado gracias a una cuidadosa adición de los elementos microaleantes y a los procesos termomecánicos, estos últimos tienen un gran impacto en la microestructura. En el perfeccionamiento de dichos aceros se han conjuntado una amplia gamma de conocimientos metalúrgicos, para poder tener el control de las microestructuras al final del proceso que nos proporcionaran un mejor desempeño por sus propiedades mecánicas. Los elementos adicionados se usan para formar carburos, nitruros y carbonitruros, siendo estas partículas, las precursoras de los cambios más importantes en la microestructura del material.

Recientemente se han desarrollado grados de aceros para aplicaciones tal como, la manufactura de una lámina para embutido profundo y extra profundo, fabricados por un proceso integrado de laminación directa.

Por otro lado, se ha fabricado tubería con diámetros grandes especialmente para trasportar gas a altas presiones, esto ha facilitado el desarrollo de los aceros grado API (American Petroleum Institute Standards por sus siglas en inglés). Estos aceros microaleados se fabrican mediante el proceso de colada continua con

velocidad de enfriamiento rápida y precipitación de fases finas durante el ciclo de enfriamiento, finalmente se procesan mediante un proceso termomecánico controlado de laminación en caliente.

La tecnología en los procesos de laminación, ha incorporado una serie de ajustes para obtener procesos termomecánicos más precisos y controlables, con sistemas de enfriamiento en línea, con controles de temperatura, todo esto para precisar la transformación. Lo anterior ha contribuido a un mejor y mayor manejo en el comportamiento de la precipitación durante el procesamiento termomecánico de estos aceros, lo que ha permitido un control y refinamiento del tamaño de grano austenítico, que es el factor microestructural más importante.

El proceso termomecánico en los aceros microaleados se efectúa en varias etapas, iniciándose con un recalentamiento del acero entre los 1200 a 1320°C, con el propósito de ablandar el acero y por consiguiente disminuir su resistencia mecánica, permitiendo: disminuir las cargas de trabajo en caliente en los molinos de laminación, una austenización completa y disolver la mayoría de las adiciones de microaleantes con la excepción del Ti retenido en forma de partículas finas de nitruros de Ti (TiN) [4].

Los aceros microaleados se pueden producir con un rango de tensiones de fluencia de entre 290-550 MPa, y un rango de resistencia máximas en tensión alrededor de los 415-700 MPa [6].

Los principales mecanismos de endurecimiento en este tipo de aceros son:

- Refinamiento del tamaño de grano
- Endurecimiento por precipitación
- Generación de subestructuras-dislocaciones
- Endurecimiento por solución sólida.

En relación a su resistencia, los aceros de bajo C laminados en caliente poseen tensiones de fluencia en el rango de los 275 MPa, mientras que los aceros aleados, templados y revenidos se encuentran en el rango de los 690 MPa, pero su mayor desventaja es que su producción es relativamente costosa. Mientras que los aceros microaleados, en la condición de laminación, se han diseñado con

el propósito de obtener tensiones de fluencia intermedias en el rango de entre los 550 y 700 MPa, esto a través del refinamiento del grano y un proceso de endurecimiento por precipitación [4,7-10].

La resistencia y la tenacidad se encuentran relacionadas; el endurecimiento asociado con la formación de una solución sólida con los elementos microaleantes, una sub-estructura con dislocaciones y una precipitación, puede dar como consecuencia una disminución en la tenacidad del acero. Sin embargo, el endurecimiento consecuencia del refinamiento de grano de ferrita, provoca un aumento simultáneo tanto en resistencia como en tenacidad. La disminución de la tenacidad por el incremento de la resistencia a través de la precipitación de los microaleantes se compensa al refinar el grano y esto hace que la tenacidad se incremente, logrando una óptima combinación de resistencia y tenacidad.

2.1.1 Proceso de fabricación del acero microaleado.

Los procesos de fabricación de aceros microaleados en México se describen a continuación de manera breve [11,12], el proceso descrito a continuación es para la obtención de los distintos aceros microaleados, que son aceros para barras de refuerzo y aceros para tubería microaleados.

El proceso se inicia desde el proceso primario de concentrado de mineral, el peletizado, reducción directa del pelet (HRD), proceso de acerería en horno de arco eléctrico, incluyendo la desgasificación en vacío y la metalurgia secundaria de la olla, finalizando con el proceso de colada continua. A continuación se describen genéricamente cada una de las distintas etapas del proceso de fabricación de los aceros.

La fabricación del acero se inicia basándose en la fusión del 100 % de HRD como carga metálica en un horno de arco, siendo la composición del HRD como sigue: hierro metálico 86%, hierro total 91%, metalización mínima de 94%, carbono mínimo 2.5 %, azufre máximo 0.010% y ganga máxima 4.0% [13]. Esto se añade de forma continua al horno eléctrico, esta práctica tiene grandes ventajas operativas, y a su vez elimina la posibilidad de que se incremente el contenido de los gases en el acero.

A diferencia de los procesos convencionales en donde el horno de arco eléctrico se tiene una situación distinta, porque ahí se requiere abrir la bóveda del horno para poder cargar la chatarra las veces que se requiera. También durante la operación de fusión se añaden tanto Ca(OH)_2 , carbón y oxígeno. En dichos hornos el acero se funde por el calor de un arco, y estos hornos no requieren ni combustible ni aire, y si en consecuencia, es factible controlar la cantidad de oxígeno que entra en él, de esta manera se puede mantener el contenido de oxígeno al mínimo. El nitrógeno se adiciona al baño del horno de arco eléctrico por medio de la carga, pero la mayoría es absorbido directamente de la atmósfera y entre mayor sea la temperatura, mayor será su velocidad de absorción. El nitrógeno es reducido como gas durante la fundición del carbono, lográndose cantidades de nitrógeno de 70-110 ppm. Al término de esta fase de refinación primaria se añaden desoxidantes tales como FeMn, FeSi y Al, así como otras ferroaleaciones para lograr la composición requerida del acero.

Después del proceso de fusión se realiza la operación de vaciado del acero del horno de arco eléctrico a un horno de olla en donde se realiza la refinación final, añadiendo Ca(OH)_2 , FeMn y FeNi. Posteriormente el acero es desgasificado al vacío y durante esta operación se añade escoria sintética, Al y CaF_2 . Posterior al proceso de desgasificado al vacío se añaden Cu, CaF_2 , FeCr, Ca(OH)_2 , FeNb, FeV, FeTi (estas adiciones de ferroaleaciones dependen del tipo de acero microaleado a fabricar), FeSi, FeMn y Al.

Por último, la operación final del proceso de fabricación de estos aceros microaleados concluye con la operación de colada continua, que consiste en vaciar acero líquido a un recipiente intermedio, denominado distribuidor, el cual posee la función de controlar la velocidad de vaciado (flujo del acero) a los moldes de colada continua. Los moldes se encuentran refrigerados y poseen un movimiento vibratorio para evitar que el acero durante la solidificación se adhiera a ellos. Estos moldes no tienen fondo, y cuentan con un dispositivo denominado inoculador, que consiste en una barra metálica con cabeza desmontable, cuyas dimensiones corresponden a las del lingote. Este inoculador tiene un movimiento descendente, con lo que se extrae poco a poco el lingote sólido.

Es necesario establecer un estricto control durante la fase de refinación secundaria, adiciones de ferroaleaciones y de los fundentes y de esta manera asegurarse que durante el proceso de colada continua, exista una protección completa del acero para reducir o evitar en lo posible incrementos en C y N dentro del molde en donde el acero solidificará en forma de planchón o de palanquilla cuadrada de aproximadamente 125 a 150 mm por lado. Posteriormente los planchones o palanquillas se transfieren a una zona en donde se les deja enfriar al aire hasta la temperatura ambiente.

2.2 Tratamientos termomecánicos.

Los procesos termomecánicos son una combinación de procesos térmicos, de una deformación plástica y de transformaciones de fases, y en un solo ciclo de proceso se establece un control en la microestructura (morfología, tamaño de grano, etc), más las interacciones entre dislocaciones y los finos precipitados (carburos y carbo-nitruros). Con el objetivo de lograr la mejor combinación en resistencia-tenacidad en el acero [14-15].

2.2.1 Clasificación de tratamientos termomecánicos.

Según se ha reportado (Radcliffe y Kula [16,19]) estos tratamientos se clasifican en tres amplias categorías, dependiendo del inicio de la deformación: antes, durante o después de la transformación de fase [17,18].

1. Clase I: La deformación esta completa antes de la transformación de la austenita. Ejemplos son: tratamiento termomecánico alta temperatura (HTMT por sus siglas en ingles), laminación controlada, tratamiento termomecánico a baja temperatura (LTMT) a veces llamado *ausforming*. Los procesos HTMT y LTMT se aplican en aceros martensíticos (aceros de alta y baja aleación con un aumento en su templabilidad). El laminado controlado se a desarrollado para aceros con bajo contenido de perlita (con bajo contenido de C y con poca perlita), aceros microaleados, aceros con ferrita acicular (bajo C bainítico), aceros templados y revenidos [20].

2. Clase II.- La deformación ocurre durante la transformación de austenita. Ejemplo de esto: los procesos isoforming donde se forman carburos esferoidales dentro de una matriz ferrítica durante la deformación de la austenita metaestable; también para los aceros TRIP (por sus siglas en inglés transformación inducida por deformación plástica) en donde la austenita metaestable es inicialmente transformada por encima de la temperatura M_d , y finalmente trabajado en frío a temperatura ambiente para producir martensita[19].
3. Clase III.- La deformación ocurre después de la transformación de austenita.

2.3 Laminación controlada.

El principal propósito de un laminado controlado es lograr un refinamiento de grano ($< 0.1 \mu\text{m}$), y por lo tanto lograr una buena combinación de resistencia y tenacidad del aceros, a niveles equivalente o por arriba de aquellos acero de alta aleación templados y revenidos [20].

El procedimiento de la laminación controlada en aceros consiste en 5 pasos [15], que se muestran esquemáticamente en la figura 1.1:

1. Recalentar el planchón o placa de acero a las temperaturas de austenización, manteniendo a esta temperatura para formar granos pequeños y uniformes de austenita, aquí la austenita, recristaliza completamente y el tamaño de grano crece a un tamaño muy considerable.
2. Usar una serie de pasos de laminado a alta temperatura (laminación gruesa), lo cual permite una refinación continua de los granos de austenita, mediante una recristalización secuencial, aquí existen tres posibilidades: a) la recristalización no concluye, pero es confinada a los límites de grano de la austenita; b) la recristalización es completa y es seguida de un crecimiento del grano; y c) la recristalización es completa, pero no hay crecimiento de grano, y esto dará como resultado en un grano fino y uniforme, después de la transformación de la austenita.
3. Esta corresponde a una etapa con un tiempo de reposo de los componentes del acero a baja temperatura, para permitir una caída de

temperatura por debajo de la temperatura de recrystalización y así producir una recrystalización estática de los granos de austenita.

4. Realizar una serie de pasos de laminado a baja temperatura (acabado) esta entre el rango de $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ y A_{r3} , fuera de la zona de recrystalización de la austenita, con el objeto de romper y aplanar los granos recrystalizados, esta se termina por encima o por debajo de A_{r3} . Los granos de ferrita transformados serán pequeños y tendrán una baja densidad de dislocaciones, aún si la austenita ha sido severamente trabajada.
5. Finalmente enfriar controladamente, para formar granos de ferrita ultrafinos a partir de los granos deformados de austenita [24].

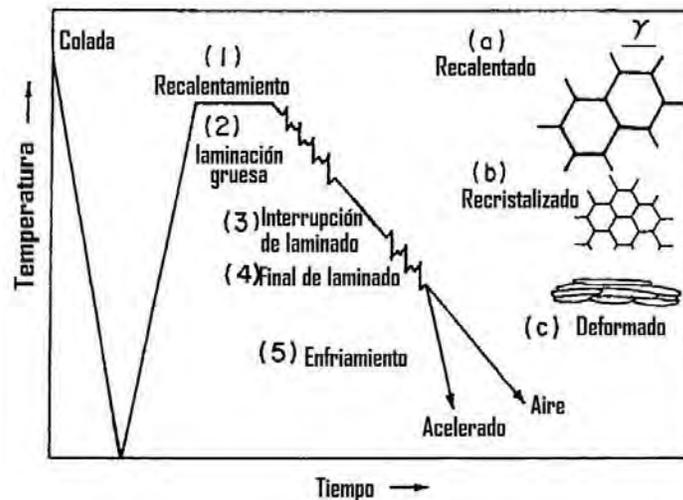


Fig. 1.1 Control del proceso de laminado [15].

Otras variaciones en este proceso, es incluir el uso de bajas temperaturas de recalentamiento. 1) Un primer recalentamiento, seguido de una laminación inicial, un rápido enfriamiento por debajo de A_{r1} , y 2) un segundo recalentamiento justo por debajo A_{c3} , seguido por un laminado final. Formando granos finos de ferrita a partir de los granos recrystalizados de austenita; y el uso de el enfriamiento acelerado seguido de la formación de granos de austenita deformados [15,22,23].

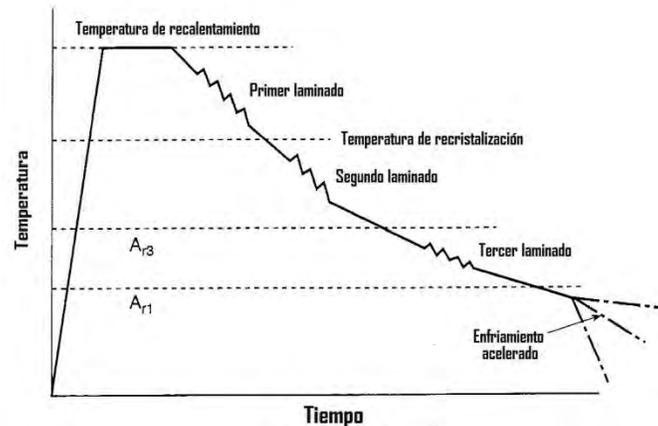


Fig.1.2 Secuencia en el laminado por etapas para una placa [4].

Como ejemplo en la laminación de una placa de acero HSLA se ha considerado, que se obtiene un endurecimiento subestructural, el cuál tal vez se pueda considerar como una etapa adicional al proceso, y esta es como sigue: Como se muestra en la figura 1.2, la temperatura final de laminación esta por debajo de A_{r3} y la ferrita se forma durante la laminación, por lo que habrá una subestructura con dislocaciones, que se desarrolla en la ferrita trabajada en caliente, y esto provocará un incremento en la resistencia.

2.3.1 Etapas de la austenita.

Se reconocen que hay tres etapas de la austenita que representan los tres regímenes de la laminación controlada figura 1.1.

1. Austenita recalentada. Se refiere a la austenita en la temperatura de solución (arriba de A_{c3}), lista para la operación de laminado en caliente. Esta austenita consiste de granos equiaxiales con límites de grano de alto ángulo y con algunos granos maclados.
2. Austenita recristalizada. El refinamiento del tamaño de grano de austenita a través de una recristalización secuencial durante la laminación en caliente, aumenta al incrementarse la suma de los porcentos de reducción por paso. Alcanzando un valor límite, y una disminución en la temperatura de laminación [24].
 - Granos recristalizados, estos se refieren a los de austenita formados durante la operación de laminación en caliente. Este proceso de

recristalización se le llama recristalización dinámica siendo el primer mecanismo de refinamiento de grano, así mismo la recristalización de un grano de austenita fino que ocurre durante el periodo de reposo entre pasos se le a denominado recristalización estática. El que suceda la recristalización dinámica durante el laminado controlado es favorecida por las siguientes condiciones: una relativa alta temperatura y bajos esfuerzos de deformación; una gran acumulación de deformación; reduce concentración de soluto y una reducción de la precipitación dinámica de las partículas de carburos, nitruros y/o carbonitruros [25].

El tiempo para la recristalización dinámica o estática, tiene lugar dependiendo del contenido de microaleantes debido a: 1) Efecto retardante en la recristalización, y 2) anclaje de los precipitados (carburos, nitruros y carbonitruros), para evitar el movimiento de los límites de grano.

En la figura 1.3 se muestra esquemáticamente el resumen de la metalurgia de los granos de austenita (tamaño y forma) durante las etapas de laminación en caliente.

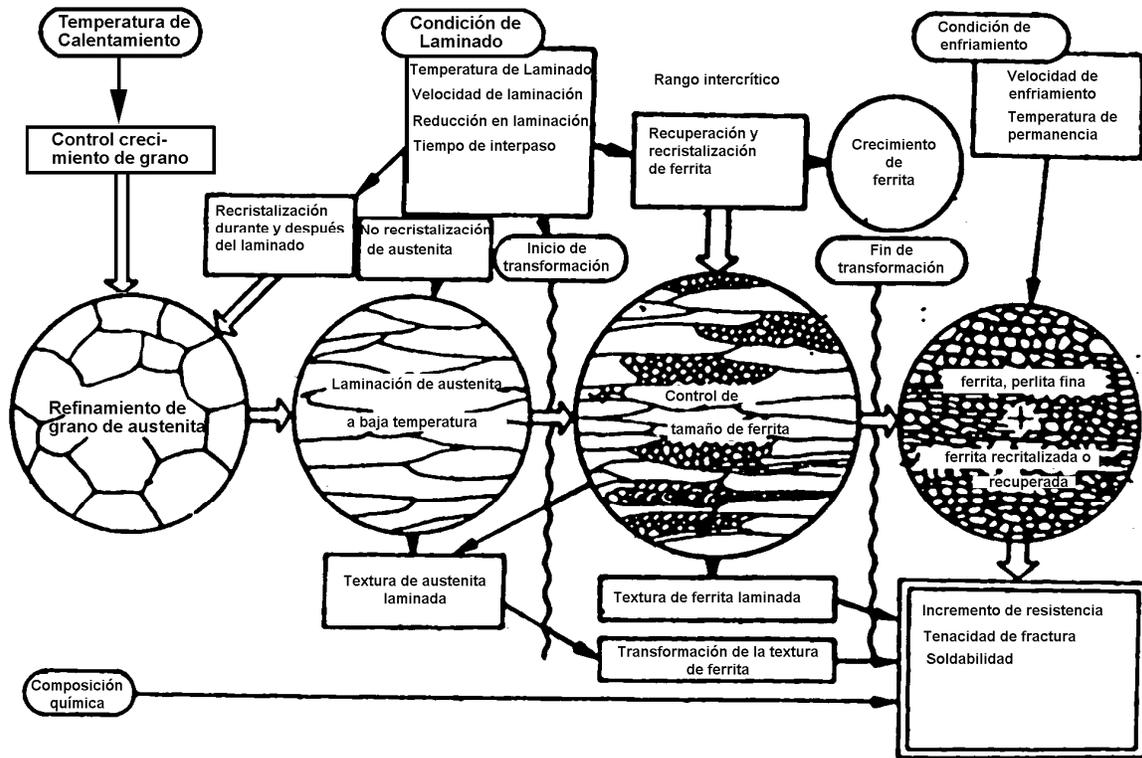


Figura 1.3 La metalurgia de la laminación intercrítica en aceros de bajo carbono

2.3.2 Control de grano durante el laminado.

El control de tamaño de grano a altas temperaturas de austenización requiere una fina precipitación en el límite de grano, la interacción de los precipitados no disueltos y/o los precipitados formados a alta temperatura suprimen el crecimiento de grano de la austenita, estos precipitados no se deben disolver completamente en austenita a elevadas temperaturas (1200-1300 °C). El tamaño de grano resultante es determinado por la fracción en volumen de los precipitados, el tamaño de la partícula precipitada y por los tipos de precipitados. Los mejores refinadores de grano son los formadores de carburos y nitruros, tal como el niobio, titanio, vanadio y aluminio que forman solo un nitruro.

2.4 Solubilidad.

Es de gran importancia conocer el grado de solubilidad de los precipitados (compuestos estables) en austenita. Es primordial que haya suficiente solubilidad

sólida a las más altas temperaturas de austenización, para permitir que ocurra una fina precipitación durante la laminación controlada, la cual disminuye mediante el proceso de laminación continua.

Todos estos componentes tienen un pequeño incremento de solubilidad en un rango de temperaturas críticas que van de los 900 a 1300 °C [26].

Mientras el engrosamiento puede estar restringido a altas temperaturas de austenización por dispersión residual, el principal refinamiento es alcanzado cuando la temperatura cae progresivamente, precipitando finas partículas de carburos y nitruros. Estos nuevos precipitados contribuyen de la siguiente forma:

1. Incrementan el esfuerzo, para una temperatura dada, en la que iniciará la recrystalización.
2. Restringe el movimiento de recrystalización en los límites de grano.

En las fases de deformación de austenita a bajas temperaturas, la recrystalización puede no ocurrir, austenita deformada por el laminado puede ser transformada directamente a ferrita [27].

2.4.1 Solubilidad de microaleantes, Carburos y Nitruros.

Adiciones pequeñas de Nb, V y Ti son efectivas para retardar la velocidad de recrystalización de austenita. A temperatura mas bajas de acabado, la precipitación inducida por deformación de carbonitruros de Nb y Ti, tienen el efecto de anclar los límites de grano austenítico, y la estructura resultante es austenita de granos alargados a lo largo de la dirección de laminación.

El endurecimiento como efecto de adición de microaleados puede ocurrir por la dispersión de muchas partículas finas precipitadas, o por la refinación de grano, he inhibición de crecimiento de grano por una segunda fase o por la combinación de estos dos efectos. Para entender estos efectos es necesario entender el control de la disolución de varios carburos y nitruros.

El tamaño fino en los granos de ferrita en el producto final está por lo general relacionado como una función de los granos finos en austenita antes de la transformación, aunque la inhibición del crecimiento de ferrita después de la transformación puede decidir el tamaño de grano final. Aunque la solubilidad de

estos componentes en austenita es primordial, habrá que poner cuidado en la solubilidad en el líquido y en fases ferríticas donde esta información toma importancia para obtener la metalurgia final y de las propiedades mecánicas del producto.

Los fragmentos de las fases formadas por microaleados pueden estar presentes en un simple constituyente o componentes complejos. Cuando se considera la formación de nitruros con elementos microaleados, tales como de titanio, vanadio, niobio, se consideran una mutua solubilidad y complejos carbonitruros, estos elementos podrían existir en una sola fase.

La solubilidad de los carburos y nitruros se muestran en la figura 1.4.

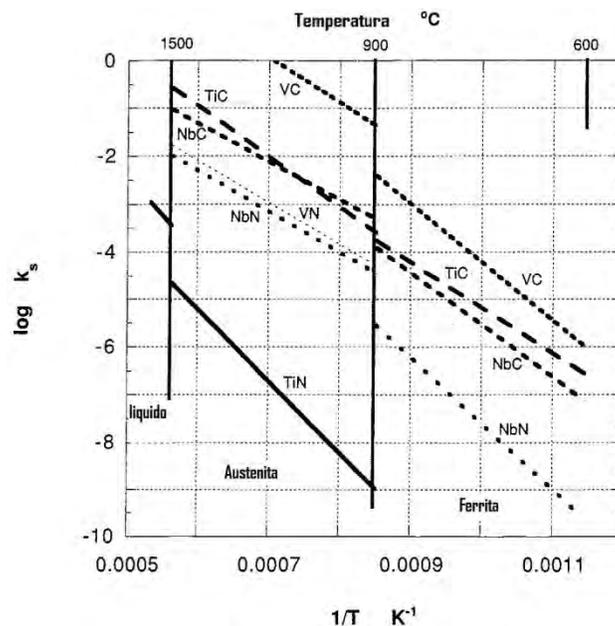


Fig. 1.4 Solubilidad de los carburos y nitruros [3].

Uno de los avances de niobio o vanadio en la colada esta en que tiene una baja afinidad con el oxígeno. La adición de titanio y aluminio puede hacer una fuerte desoxidación de acero. Los elementos microaleantes tienen algunos efectos característicos en aceros, que son comunes en todos ellos. Otros tienen efectos particulares.

a) Vanadio

La solubilidad del carburo de V es extensa a bajas temperaturas, mientras que su nitruro presenta una menor solubilidad. El producto de solubilidad para VN en austenita incrementa pobremente como incrementa el contenido de manganeso en el acero.

La alta solubilidad de componentes de V asegura una adecuada disolución en la interface de precipitación, procedentes de las condiciones de transformación austenita-ferrita. Esta característica particular del vanadio ha encontrado aplicación no solo en aceros al V, si no también en interfaces de precipitación en aceros al niobio y titanio; El contenido en aceros de vanadio 0.15 por ciento en peso V como máximo. La característica sobresaliente en la solubilidad de carburo de V es que tiene la más alta, entre los carburos y nitruros de otros microaleados a bajas temperaturas.

b) Niobio

El carbonitruro de Nb no es soluble a bajas temperaturas de austenización, promueve su precipitación a temperaturas por debajo de 1000°C, actúa como un efectivo refinador de grano así como retardando la recristalización. El carburo de Nb es más soluble en austenita que en ferrita. La solubilidad del nitruro de Nb es considerablemente más baja que el carburo de Nb y del complejo de carbonitruro.

c) Titanio

Como microaleante es el único que logra iniciar la formación de sulfuros y carbo-sulfuros. Además puede producir una solución sólida dura, con él sulfuro de Mg existente en la matriz de aceros microaleados en forma de inclusiones, reduciendo así la deformación plástica durante el trabajado en caliente.

Indicado por Matsuda [28] solo 0.01% en peso Ti estaría en equilibrio con 0.004% en peso N en solución austenítica a 1400°C. En cambio a 900°C, la solubilidad del producto decrece por un factor de 100, equivalente a decir 0.001% en peso Ti y 0.004% en peso N. Los niveles convencionales de Ti microaleado esta en el orden 0.03%-0.10% en peso. Los nitruros de Ti se llegan a observar en microscopia electrónica en forma de cubos, con

tamaños en un orden de micras, estos precipitan durante la fabricación del acero. Una de las características es que la solubilidad del carburo de Ti está relacionada con la presencia de nitrógeno en el acero.

d) Aluminio

Este es comúnmente usado como desoxidante de los aceros. Pero a causa de este tratamiento en el acero, podemos encontrar aluminio residual formador de nitruros de aluminio, muy estables a bajas temperaturas de austenización, aun cuando su solubilidad es baja [3].

2.5 Endurecimiento por solución sólida.

Al agregar a la red de los aceros microaleados elementos de distintas características atómicas, se crean distorsiones en la matriz que impiden el movimiento de las dislocaciones. La desventaja asociada con el endurecimiento por solución sólida en la ferrita, se localiza con los elementos de importancia, estos se hallan limitados para ejercer una mayor influencia por su limitada solubilidad, por ejemplo el C y el N. Al aumentar la velocidad de enfriamiento y la temperatura, provocan un incremento en la cantidad de aleantes que se conservan en solución, quedando sobresaturada.

2.6 Transformación por precipitación.

El requisito básico para la reacción de precipitación, es el de una menor solubilidad a temperaturas más bajas. Teniendo un interés comercial en la reacción de precipitación, por su utilidad como mecanismos de reforzamiento. Este mecanismo es el que ha hecho posible el uso de aleaciones de aluminio ligeras en aviación como un uso más amplio en nuevas aleaciones.

Habitualmente se da como resultado de permitir que exista una intercara matriz-precipitado, como una intercara de baja energía. Se esperaría que tal intercara de baja energía tenga una orientación cristalográfica específica entre la matriz y el precipitado [29,30].

La resistencia de un metal se controla por la generación y la movilidad de las dislocaciones. El crecimiento de resistencia de una aleación endurecida por envejecimiento se debe a la interacción de la fase precipitada dispersa con las dislocaciones. Por consiguiente, la precipitación de una segunda fase coherente ofrece al metalurgista el mecanismo de refuerzo quizá más versátil de que pueda disponer. Con ello entender la naturaleza de este mecanismo de refuerzo, se debe examinar la interacción de las dislocaciones con una segunda fase dispersa [5,29].

2.7 Endurecimiento por envejecimiento o por precipitación.

El descubrimiento de este proceso precursor de refuerzo es atribuido a A. Wilm, quien intentó el endurecimiento de una solución sólida en una aleación Al-Cu-Mn, descubierto formalmente en 1906 [5].

La precipitación de partículas es un proceso de transformación de fase en estado sólido, en la cual una solución sólida llega a ser inestable a través de la sobresaturación y descomposición parcial en una fase cristalina de equilibrio. Cuando la transformación está completa y el equilibrio es alcanzado, la microestructura consiste, en una matriz con una composición y parámetros de red diferentes a la matriz original, más una nueva fase formada. El proceso de precipitación comprende la nucleación de crecimiento y una segunda etapa de esferoidización. Para entender el envejecido se tiene que seguir la evolución microestructural en la secuencia de las transformaciones de fase, necesarias para el endurecimiento [5,29,30].

2.7.1.- Envejecido en aceros al carbón.

Se divide en dos categorías:

- Envejecimiento por templeado; es consecuencia de la precipitación del carbono, nitrógeno o ambos, desde una solución sólida de ferrita sobresaturada. El carbono como el nitrógeno solubilizan ocupando un lugar en la red de hierro alfa, decreciendo precipitadamente conforme disminuye la temperatura. Debido a una mayor concentración de carbono que nitrógeno en este tipo de aceros, el carbono es el principal agente del envejecido por templeado.

Si el carbono es retenido en solución sólida por el rápido enfriamiento este puede precipitar en forma subsecuente a temperaturas un poco elevadas o ambiente, como finas partículas de carburos. Las consecuencias de esta precipitación se manifiestan en incrementos por ejemplo, en dureza, en el esfuerzo de deformación, decremento en la elongación y reducción de área, aumentando la temperatura de transición de fractura dúctil a frágil.

En las siguientes figuras 1.5 se muestra un ejemplo del comportamiento común de la dureza en el envejecido así como el comportamiento clásico de propiedades tensiles.

Durante el proceso de precipitación, las partículas de carburos nuclean, crecen e incrementan en número, con una cierta combinación de tamaños de partícula y espaciamiento entre partículas.

- Envejecimiento por deformación a diferencia del anterior la deformación plástica es necesaria antes que el proceso de envejecimiento pueda iniciar. Además la solución sobresaturada de carbono y nitrógeno en ferrita no es esencial. Sin embargo si la sobresaturación esta presente, la velocidad y grado de envejecido por deformación puede incrementar. Esta puede ocurrir simultáneamente con el envejecido antes mencionado. Debido a su mayor solubilidad en Fe a bajas temperaturas, en comparación con el carbono, el nitrógeno es el elemento por lo general responsable del envejecimiento por deformación en los aceros, pero el carbono es eficaz siempre que el envejecimiento se de a temperatura alta o cuando la concentración de carbono en solución es alto [31].

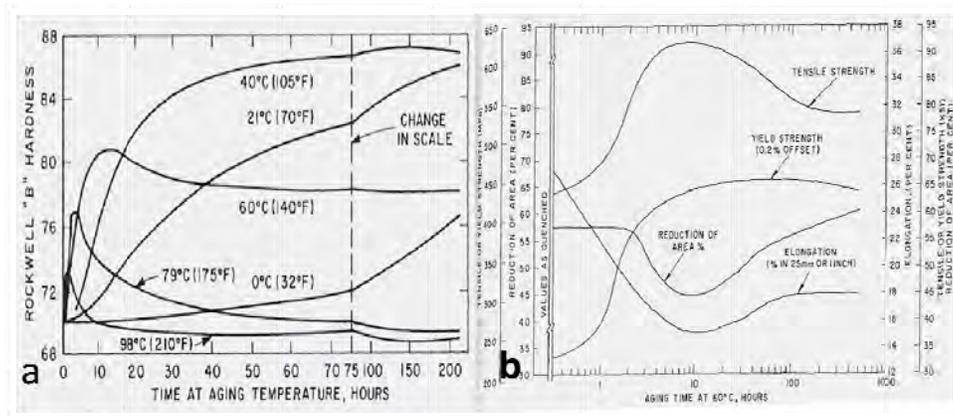


Fig. 1.5 a) Comportamiento de la dureza y b) Comportamiento de los ensayos de tensión, después de un envejecido [23].

2.7.2.- Efecto de la temperatura y el tiempo de envejecimiento

Las propiedades de una aleación endurecible por envejecimiento dependen tanto de la temperatura como del tiempo de tratamiento térmico en la pieza.

El endurecimiento se produce por efecto de la temperatura del material y manteniéndola un tiempo del tratamiento térmico, para producir en primer lugar una difusión y solubilización entre las fases presentes, originando la precipitación o una simple aglomeración de estos, ha esto se le conoce como envejecimiento artificial, puesto que aleaciones tratadas por solubilización y templadas envejecen a la temperatura ambiente; eso se conoce como envejecimiento natural. El envejecimiento natural requiere de largos periodos, para alcanzar la resistencia máxima teniendo la ventaja de no padecer sobre-envejecimiento en el metal.

Una ventaja de los materiales metálicos envejecibles, es que se pueden envejecer mediante tratamientos térmicos relativamente simples y sin causar cambios importantes de densidad. Un inconveniente asociado con este mecanismo es el hecho de que las aleaciones endurecidas por envejecimiento sólo pueden ser utilizadas en un rango limitado de temperaturas.

2.7.3 Requisitos para el endurecimiento por envejecimiento.

No todas las aleaciones pueden ser endurecidas por envejecimiento. Deben satisfacer cuatro condiciones para que una aleación tenga una respuesta de endurecimiento por envejecimiento durante el tratamiento térmico:

1. El sistema de la aleación debe mostrar una solubilidad sólida decreciente al reducirse la temperatura. En otras palabras, la aleación debe formar una sola fase al ser calentada por arriba de solvus y después pasar a una región de dos fases durante el enfriamiento.
2. La matriz deberá ser relativamente blanda y dúctil; el precipitado, duro y frágil. En la mayoría de las aleaciones endurecibles por envejecimiento, el precipitado es un compuesto intermetálico duro y frágil.
3. La aleación debe poder templarse. Algunas aleaciones no pueden enfriarse con rapidez suficiente para suprimir la formación del precipitado. El templado puede, sin embargo, introducir esfuerzos residuales que causan distorsión en la pieza. Para minimizar esfuerzos residuales.
4. Deben formarse un precipitado coherente [5].

2.8 Clasificación de la ferrita.

Siguiendo la evolución microestructural resultantes en la transformación de austenita a ferrita, encontramos que la ferrita por debajo de la temperatura eutectoide sujeta a condiciones fuera del equilibrio en aceros, puede producir diferentes morfologías, como resultado de esto Dube propuso la siguiente clasificación morfológica de ferrita:

Ferrita Alotriomórfica: El término “alotriomórfico” significa que es ordenada en su estructura interna pero no en sus bordes exteriores. Esto es porque los límites de grano son irregulares y no demuestran la simetría presente en su interior. De este modo, la ferrita que tiende a nuclearse en los bordes de grano de la austenita, tiende a crecer a lo largo de las paredes de la austenita a niveles mayores de lo que lo hace en la dirección normal. Aunque la ferrita alotriomórfica no necesariamente debe formarse justo en los bordes de la austenita, en la práctica lo hace, presumiblemente debido a que no existe otro sitio heterogéneo de nucleación bi-dimensional como la austenita. La definición para la ferrita alotriomórfica se aplica a escala óptica, en que sus caras se ven aleatorias y amorfas, y no a su estructura cristalina interna que es ordenada.

Ferrite Widmastatten primaria o secundaria: Estas placas crecen bien definidas a lo largo de planos de la austenita y no crecen en todo el límite de grano austenítico .

- La ferrita Widmastatten primaria se forma directamente en los bordes del grano de Austenita y crece en forma perpendicular a dichos bordes, hacia el interior de la austenita.
- La ferrita Widmastatten secundaria es la ferrita que nuclea a partir de los bordes de la ferrita alotrópica que ya se ha formado en el borde del grano de austenita. Este tipo se produce generalmente en granos pequeños de austenita cuando el proceso de enfriamiento ha sido relativamente lento.

Ferrita idiomórfica: estos son cristales equiaxiados con nucleación dentro los granos de austenita, usualmente presentan inclusiones no metálicas

Placas de ferrita intergranulares: Estas placas son similares al crecimiento de granos desde las fronteras, pero la nucleación se da en los granos de austenita [30].

2.9 Propiedades Mecánicas.

El comportamiento mecánico de los aceros microaleados está en función de la composición y la evolución de la microestructura durante su procesamiento. El tipo y la cantidad de elementos en solución sólida, la precipitación, el tipo de microestructura, la densidad de dislocaciones y el tamaño de grano, todos estos factores son importantes para el endurecimiento, además estos no son necesariamente independientes o sus mecanismos son sólo aditivos. En esta sección se presentan en lo posible de manera cuantitativa, los efectos relativos de cada uno de los factores arriba mencionados.

En general, se puede decir que la resistencia de un metal está acorde con la dificultad que tiene una dislocación en moverse a través de la red, en una red perfecta sin modificaciones por endurecimiento, posee una resistencia inherente, a esta se le conoce como la tensión de Peierls-Nabarro [32].

CAPITULO III

Desarrollo experimental

En este capítulo se muestran el marco experimental usado en la caracterización de los aceros con y/o sin pos-tratamiento térmico, para determinar la relación entre los cambios microestructurales con respecto a las propiedades mecánicas en estos aceros microaleados.

3.1 Variables del proceso

Para caracterizar el material de una forma crítica como evaluar la propiedades mecánicas se escogieron tres variables en la experimentación: a) el tipo de acero grado API X52-A y X52-B, b) el comportamiento de cada uno de estos en sus cortes longitudinales y trasversales al sentido de la laminación [33], y c) el tiempo de tratamiento térmico isotérmico del tipo envejecido no común a temperatura constante.

3.2 Metodología.

3.2.1 Análisis químico.

En ambos materiales se cortaron piezas en forma rectangulares de 2X3 cm, para realizar los análisis químicos en un espectrómetro de chispa modelo ESPECTRO M-8 de la marca Analytical Istrument.

Las superficies de las piezas cortadas, fueron preparadas con un ligero desbaste para liberarlas de óxidos, evitando así la contaminación en el análisis y un buen contacto del arco eléctrico.

3.2.2 Corte y maquinado de muestras

Caracterizados los dos tipos de acero mediante el análisis químico, a uno se le denominó acero tipo A y al otro tipo B; posteriormente se realizaron cortes en el sentido longitudinal (L) como en el sentido transversal (T) con respecto al sentido de laminación como lo muestra la figura 2.1.

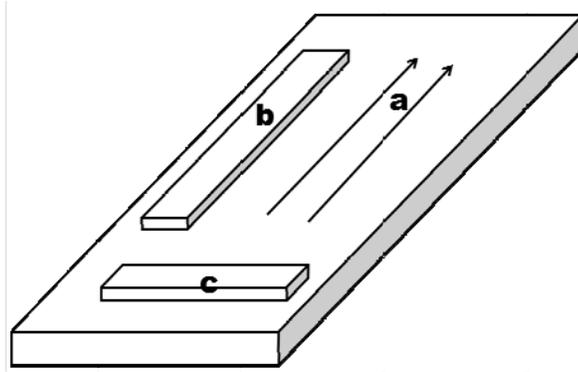


Fig. 2.1 Cortes de la placa, a) Sentido de laminación, b) Corte longitudinal y c) Corte transversal.

Obteniendo los cortes en ambos sentidos de las placas, se maquinaron 6 probetas de tensión de cada acero en cada sentido (L y T), estas se maquinaron de acuerdo a la subnorma ASTM E 8M-04 [34]. En la figura 2.2 se muestra la geometría de la probeta y en la tabla 2.1 se muestran las dimensiones de acuerdo a la subnorma ASTM E 8M-04.

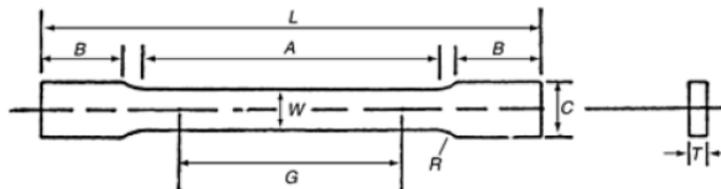


Fig. 2.2 Geometría de la probeta de tensión [34].

Dimensiones	mm
G - Longitud	25
W - Ancho	6
T - Espesor	Del material
R - Radio de la placa	6
L - Longitud total	100
A - Longitud de la sección reducida	32
B - Longitud de la sección de agarre	32
C - Ancho de la sección de agarre	10

Tabla 2.1.- Dimensiones de la probeta de tensión según la SubNorma ASTM E 8M-04 [34].

3.2.3 Tratamiento térmico

Maquinadas las probetas para el ensayo de tensión (ver figura 2.3), procedemos a realizar el tratamiento térmico a 5 de las 6 las probetas maquinadas en cada sentido de laminación, limpiando el exceso de grasa dejado por el maquinado con alcohol y acetona, y 1 muestra que sirvió de testigo en su condición de llegada del material.

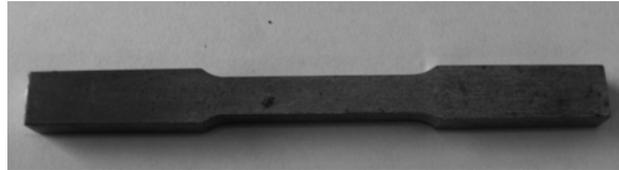


Fig. 2.3 Probetas de tensión maquinadas.

Regularmente para efecto de un cambio estructural por efecto de un tratamiento térmico se necesita llevar el material a temperatura de austenización, homogenizar la microestructura en esta fase y a partir de ahí trazar nuestro mecanismo de enfriamiento, según el tipo de material y la microestructura que se desea al final de el tratamiento térmico.

Para este “envejecido no común” se homogenizó el metal a una temperatura de 600 °C dentro de una mufla LINDBERG 51894 de la marca Sola Basic, no alcanzando así la temperatura de austenización, solo ayudando a la solubilización de los elementos microaleantes remanentes en la matriz del acero en cuestión, ha sido reportada que es en esta temperatura los carburos y/o carbonitruros de V pueden co-precipitar [3].

La temperatura de la mufla se mantuvo como constante en el tratamiento térmico, se varió los tiempos de tratamiento, seleccionando: 3, 6, 8, 10 y 20 horas.

Una vez concluido el tiempo de tratamiento térmico, se continuó con un enfriamiento de la pieza en agua, agitando vigorosamente, para extraer el calor de forma rápida y parar así el cambio microestructural.

3.2.4 Ensayos de tensión

En este método se aplica una fuerza unidireccional a una probeta de tensión, mediante una cabeza móvil, hasta la ruptura, con la ayuda de un capturador de datos que tiene el mismo equipo nos proporciona la carga instantánea aplicada al material (ver figura 2.4).

Los ensayos de tensión se realizaron, utilizando una máquina de ensayos de tensión marca MTS modelo 661.23B, siguiendo la SubNorma ASTM E 8M-04, a partir de los ensayos se determinó la resistencia a la fluencia (σ_0 (MPa)), esfuerzo máximo (σ_{\max} (MPa)), resistencia a la ruptura (σ_{rup} (MPa)), porcentaje de elongación (% E) y porcentaje de reducción de área (% RA). Siendo estos datos los más relevantes en el presente trabajo para evaluar los cambios en sus propiedades mecánicas respecto al efecto del tratamiento.

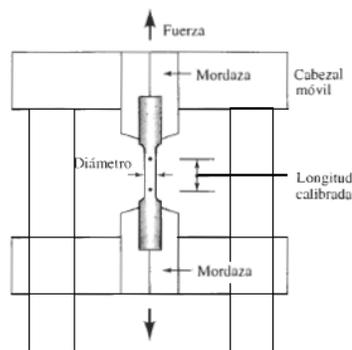


Fig. 2.4 Ensayo de tensión.

3.2.5 Microdureza Vickers

Para este ensayo se seccionaron muestras en forma de cubos de 1cm^3 aproximadamente, tanto las de llegada como las tratadas térmicamente.

Antes de determinar la microdureza Vickers de cada muestra, fue preparada la superficie de cada muestra a ensayar, realizando un desbaste desde lija 120 a 800, con el propósito de tener siempre una superficie con el mismo acabado, disminuyendo así variantes en las lecturas, a su vez reducir los errores de medición por una superficie rugosa, un error común en este tipo de ensayos por ser un análisis muy puntual.

La evaluación de la microdureza Vickers (HMV), se realizó utilizando un microdurómetro modelo HMV-2 ASSY de la marca SHIMADZU, utilizando una carga de 0.5Kgf (kilogramos fuerza), realizando el ensayo a cada muestra al menos cinco veces en promedio.

3.2.6 Microscopia óptica.

La metalografía óptica, es una de las tres categorías de metalografía, esta implica la examinar materiales usando luz visible para proporcionar una imagen de micro o macro estructura. El microscopio electrónico se usa para la caracterización de estructuras a través de revelar los límites de grano, fases, distribución de inclusiones y evidencia de deformación mecánica.

La microestructura de los metales y aleaciones son determinadas por la composición, proceso de solidificación y tratamientos termomecánicos. Por lo tanto estas variables de proceso determinan la respuesta de los materiales.

Preparación de muestras:

1. Se eligió una parte representativa del material ensayado (que es fundamental para el estudio).
2. Fue cortada una porción de la probeta, usada en el ensayo de tensión.
3. El corte se montó en baquelita para un mejor manejo de la pieza como muestra la figura (2.5).

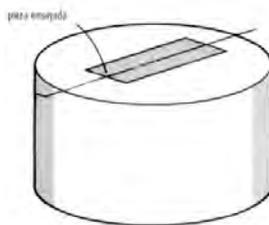


Fig. 2.5 Corte de la pieza montada en baquelita.

4. Seguido con un proceso de desbaste para la pieza, pasando progresivamente por las lijas 240, 320, 400 y 600 de granulometría.
5. Se inicia el pulido grueso con la ayuda de alúmina y agua como lubricante.
6. Posteriormente se pule en paño fino con la alúmina de 1, 0.5 y 0.3 μm , y agua, hasta obtener una superficie tipo espejo.

7. Terminado con un ataque a la superficie preparada metalográficamente, con una mezcla de Nital 3%, por un tiempo aproximado de 20 a 30 segundos.

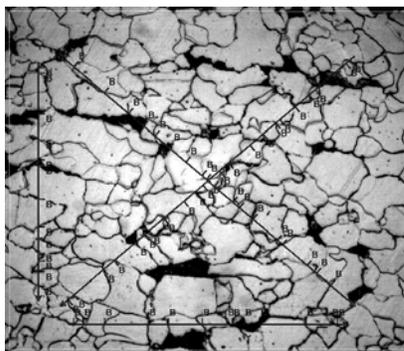
El procedimiento anterior es realizado para cada una de las probetas, en sentido longitudinal como en sentido transversal, tratadas o no tratadas térmicamente.

Para el análisis metalográfico se usó un Microscopio óptico Olympus pmg-3, utilizando como analizador de imagen Image-pro plus, The proven solution, versión 4.5.0.19.

3.2.6.1 Medición de tamaño de grano.

Una de las mediciones microestructurales cuantitativas más comunes es la de medir el tamaño de grano en metales y aleaciones. Los principales métodos para la determinación del tamaño de grano recomendados por la ASTM (American Society for Testing and Materials) son: a) Método de Comparación, b) Método de Planimétrico y c) Método de Intersección. En este caso se usó el proceso de Intersección que se encuentra descrito en la norma ASTM E112, utilizando un software incluido Image-pro plus, The proven solution, versión 4.5.0.19, que nos proveía el tamaño promedio de grano.

El método de intersección es uno de los más rápidos; la medición del tamaño de grano se realizó sobre las fotomicrografías de cada acero, contando el número de granos interceptados por una o más líneas rectas, esto se hacen por lo menos entres posiciones distintas para lograr un promedio razonable (ver figura 2.6).



2.6 Análisis del promedio de tamaño de grano.

3.2.7 Análisis en el microscopio electrónico de transmisión.

Por último, se realizó la microscopía electrónica de transmisión (TEM), que consiste en hacer pasar un haz de electrones a través de una muestra muy delgada, el análisis de la transmisión del haz da información estructural, se puede examinar los arreglos, estructuras así como otras estructuras no observables mediante metalografía óptica.

El análisis de microscopía electrónica de transmisión es la única técnica de caracterización del material, que permite examinar simultáneamente características microestructurales por la alta resolución, la adquisición de composición química y cristalográfica de pequeñas regiones de la muestra.

Para este análisis se cortaron pequeñas probetas de 3 mm de diámetro, de un espesor menor a la hoja de papel, perforándolas en el centro de la pieza, usando la técnica de electro pulido, con una solución de ácido perclórico al 10% a una temperatura menor a los 0°C. Para poder observar los precipitados, utilizando una técnica de campo claro en un microscopio electrónico de barrido (MET) JEOL-2000 EX, trabajando a un voltaje de 200 kV.

CAPITULO IV

Resultados y discusión

Este capítulo se divide en dos secciones, en la primera se presenta la caracterización de los dos aceros, en su condición de llegada en ambas direcciones cortes (longitudinal (L) y transversal (T)), la caracterización microestructural y mecánica.

En la segunda presenta la caracterización microestructural y mecánica de los aceros microaleados tratados térmicamente en ambas secciones, la secuencia de la presentación de resultados es similar con el propósito de seguir la evolución y/o cambios microestructurales y mecánicos.

4.1 Caracterización de los aceros en las condiciones de llegada.

4.1.1 Composición química

En el presente trabajo los aceros microaleados utilizados son de tipo de aceros grado de tubería los cuales de acuerdo a las normas API (American Petroleum Institute Specification por sus siglas en inglés). Estas normas se rige más por su resistencia mecánica máxima que por su composición química, para lo cual es fundamental y básico que el contenido en por ciento en peso de los microaleantes sea conocido, para poder relacionarlos con sus propiedades mecánicas. Estos contenidos por lo general se reportan que deben encontrarse por debajo de 0.1 % en peso en el total de los elementos microaleantes (V, Ti, Nb principalmente). Siendo necesario determinarlos.

A continuación se muestran los resultados de los análisis químicos efectuados por espectrometría de chispa los aceros microaleados tipo A y tipo B ver tabla 4.1 y 4.2.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Pb	Ni
0.0798	0.2012	1.0790	0.0095	0.0019	0.0169	0.0053	0.0195
Al	Co	Cu	Mo	Ti	V	Nb	Fe
0.0344	0.0045	0.018	0.0427	0.0036	0.0536	0.0416	98.4

Tabla 4.1 Composición química de acero tipo A

C	Si	Mn	P	S	Cr	Pb	Ni
0.0630	0.1954	1.0607	0.0075	0.0008	0.0153	0.0052	0.0170
Al	Co	Cu	Mo	Ti	V	Nb	Fe
0.0274	0.0032	0.2557	0.0422	0.0082	0.0422	0.0457	98.2

Tabla 4.2 Composición química de acero tipo B

La tabla 4.1 y 4.2 analizando las composiciones se observa que entre el acero tipo A y tipo B existe una diferencia en el contenido de C de aproximadamente 0.01%, esta diferencia es significativa sobre todo que es el elemento activador de los microaleantes, en la formación de precipitados (carburos, nitruros, etc.). Otro elemento que resalta en una gran diferencia entre ambos tipos de acero es el elemento Cu el cual en el acero tipo B es sustancialmente mayor al acero tipo A, este elemento se ha reportado que contribuye al mejoramiento en las propiedades de resistencia a la corrosión atmosférica, soldabilidad y como un endurecedor en solución sólida [26], sin embargo también se ha reportado que este elemento contribuye a un incremento en el endurecimiento de estos aceros mediante la precipitación de finas partículas de cobre del tipo (ϵ -Cu) [34].

No existe una diferencia importante del total de los elementos microaleantes en ambos tipos de acero.

4.1.2 Caracterización microestructural

Se realizó el análisis microestructural de las placas de llegada comparando el corte longitudinal y transversal de ambos aceros, con el propósito de buscar diferencias características en las microestructuras.

En la figura 4.1a en la sección longitudinal del acero tipo A observamos una matriz compuesta principalmente de granos de ferrita relativamente equiaxiada acompañada de granos ferrita parcialmente acicular. Se observan pequeñas regiones de perlita localizada en los límites de grano, la figura 4.1b es la microestructura encontrada en el sentido transversal del mismo acero, indicando la presencia de ferrita y perlita. La microestructura presenta un tamaño de grano de mayor tamaño y más homogéneo, aparentemente con menos perlita que el corte longitudinal del acero tipo B figura 4.2a, en esta se ve mas claramente el sentido del trabajado mecánico.

Con lo que respecta al los cortes transversales para estos aceros (ver figura 4.1b y figura 4.2b), se presenta una microestructura compuesta de granos equiaxiales y aciculares de ferrita, sin embargo a estos aumentos es difícil percibir estas variaciones de microestructura.

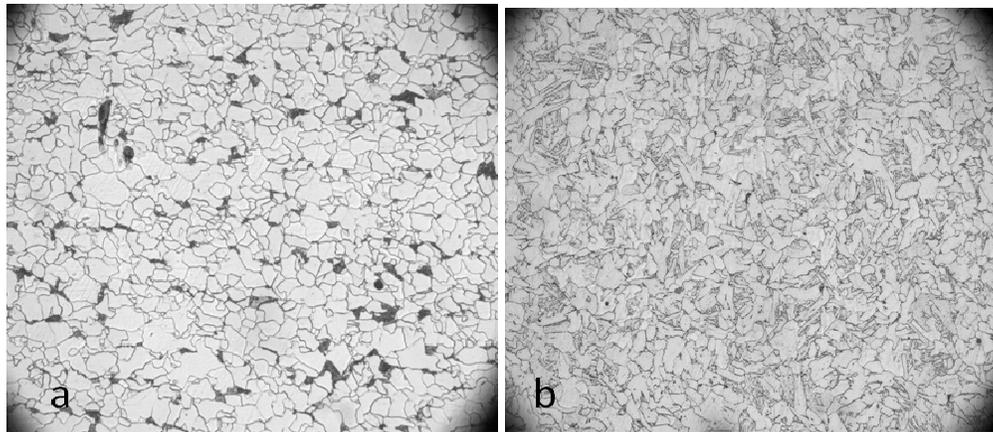


Fig. 4.1 Fotomicrografías de acero tipo A a) corte longitudinal y b) corte transversal, con Nital al 3%, 500X.

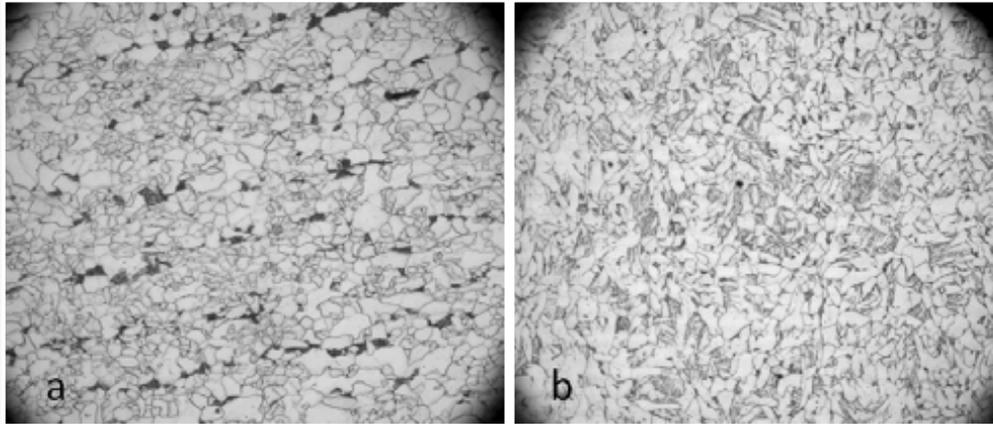


Fig. 4.2 Fotomicrografías de acero tipo B a) corte longitudinal y b) corte transversal, con Nital al 3%, 500X.

A mayores aumentos se puede identificar con más facilidad el cambio microestructural entre los dos aceros, tomando esta como base para las siguientes caracterizaciones, cuando los aceros fueron tratados térmicamente. En estas fotomicrografías podemos ver mas claramente las diferencias microestructurales de ambos aceros. Por ejemplo, la característica morfológica de la perlita como una huella digital es apreciable (ver Figura 4.3a y 4.4a). En relación a la ferrita en el sentido longitudinal (ver Figura 4.4a y 4.4b) es claro que en ambos aceros se observan granos de ferrita equiaxial y algunos aciculares, también se observa una mezcla de granos de la ferrita. Sin embargo el tamaño promedio de grano de la ferrita es mas fino en el acero tipo A y se ve mas recristalizado.

En cortes transversales se ve un cambio en el tamaño de grano relativo donde la figura 4.4 que corresponde al acero tipo B presenta los de mayor tamaño. En este sentido transversal no se logra apreciar la diferencia en la microestructura correspondiente a la perlita, sin embargo la ferrita presenta una microestructura más acicular-basáltica y algunas regiones se pueden ver indicios de ferrita tipo Widmanstätten, y tal vez trazas de bainita (inferior-superior).

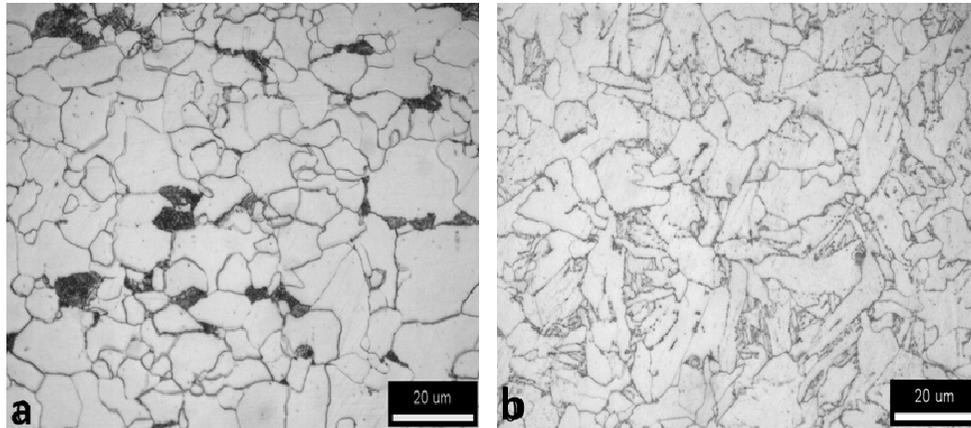


Fig. 4.3 Fotomicrografías de acero tipo A a) corte longitudinal y b) corte transversal, con Nital al 3%, 1000X.

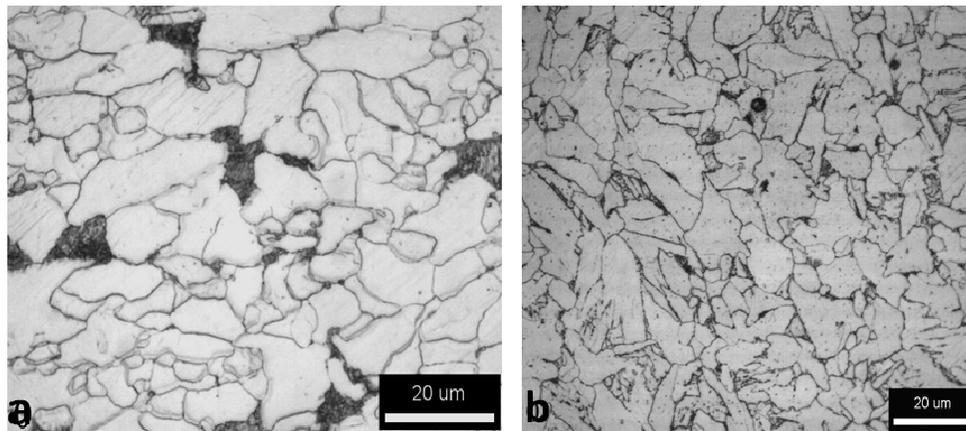


Fig. 4.4 Fotomicrografías de acero tipo B a) corte longitudinales y b) corte transversal, con Nital al 3%, 1000X.

4.1.3 Caracterización mecánica

A continuación se muestra los resultados obtenidos en los ensayos de tensión en donde se determinó la resistencia a la fluencia (σ_0 (MPa)), esfuerzo máximo (σ_{\max} (MPa)), resistencia a la ruptura (σ_{rup} (MPa)). También se presentan con los resultados obtenidos de los ensayos de microdureza Vickers (HMV) efectuados en ambos tipos de acero en la condición de llagada, esto con el propósito de ver las diferencias entre ambos sentidos L y T.

En la figura 4.5 muestra las curvas esfuerzo-deformación de acero tipo A en ambas direcciones en las condiciones de llegada longitudinal y transversal. Observamos que en ambas direcciones los cambios en las propiedades mecánicas de tensión son apenas perceptibles presentando una mayor resistencia tanto a la fluencia como a su resistencia máxima en el sentido transversal.

La tabla 4.3 muestra los valores obtenidos del ensayo de tensión y también se anexan los valores de microdureza promedio obtenidos, presentando una diferencia de valores en las dos direcciones de aproximadamente 10 y 12 unidades Vickers lo cual representa un diferencia no determinante.

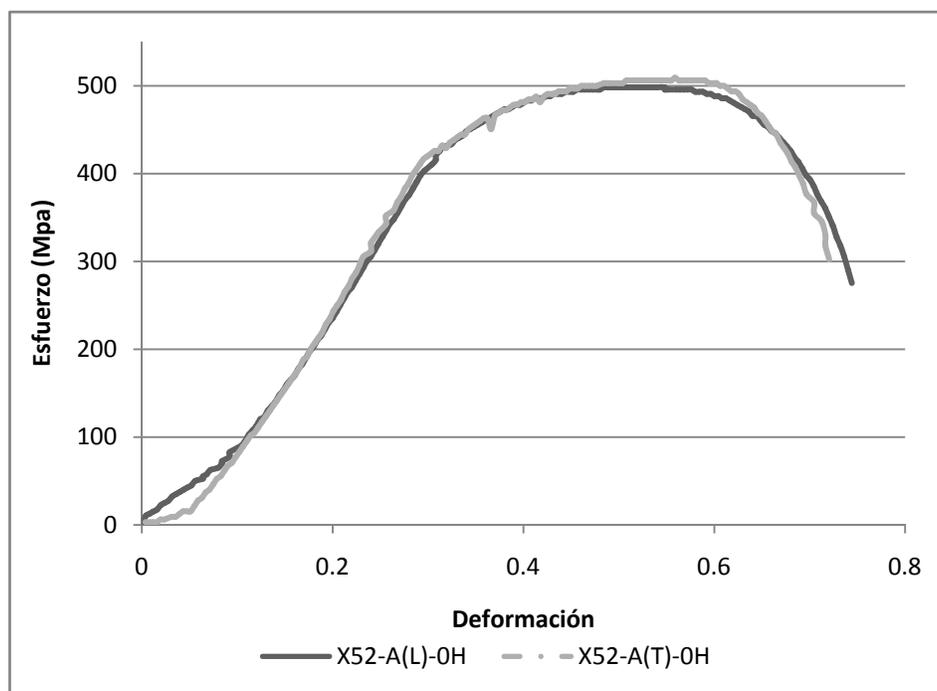


Fig. 4.5 Curvas de esfuerzo-deformación para el acero tipo A en sentido longitudinal y transversal en condición de llegada.

Acero	σ_0 (MPa)	σ_{\max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	HMV	%
Tipo A(L)	411	498	275	432	36
Tipo A(T)	417	506	302	408	38

Tabla. 4.3 Resultados de ensayos de tensión y microdureza Vickers, acero tipo A, en condición de llegada.

En ambos sentidos este acero en cuanto a su elongación se refiere no presenta variaciones. En la figura 4.6 se muestran los resultados de los ensayos de tensión en el acero tipo B. Se observa claramente una diferencia en sus curvas en uno y otro sentido; en relación al acero tipo A este presenta sus mejores propiedades mecánicas en sentido longitudinal a diferencia del acero tipo A, con una resistencia a la tensión de 513 MPa, mientras en sentido transversal su valor es de 469 MPa. Los resultados de microdureza Vickers también muestran la misma tendencia.

Los resultados mostrados en la elongación (ver tabla 4.4) muestran que el acero en sentido transversal es más dúctil que en sentido longitudinal lo cual está de acuerdo con los resultados de resistencia de este acero en las dos direcciones.

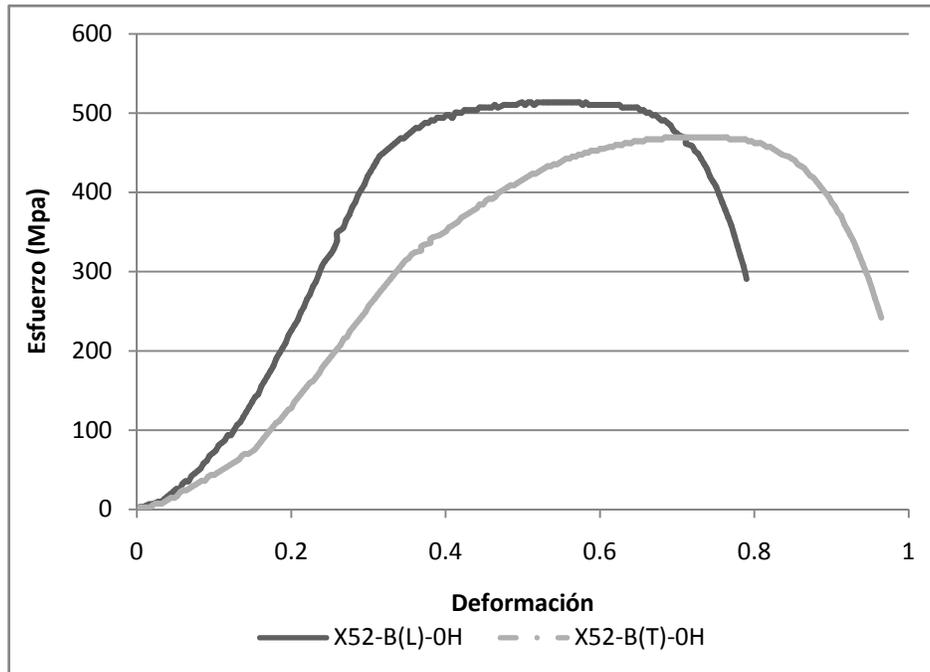


Fig. 4.6 Curvas de esfuerzo-deformación para el acero tipo B en sentido longitudinal y transversal en condición de llegada.

Acero	σ_0 (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	HMV	% E
Tipo B(L)	446	513	291	439	36
Tipo B(T)	344	469	242	389	46

Tabla. 4.4 Resultados de ensayos de tensión y microdureza Vickers, acero tipo B, en condición de llegada.

4.1.4 Caracterización de la fractura

Observando las superficies fractura de las muestras ensayadas por tensión en ambos tipos de acero microaleado a simple vista, se puede decir que son fracturas parcialmente más dúctiles por la forma de la fractura (semi-copa); Sin embargo para poder observar a detalle las superficies de fractura es necesario utilizar microscopia electrónica de barrido (MEB) y solo así se puede dilucidar el tipo de fractura que persiste.

La figura 4.7 muestra las superficies de fractura típicas obtenidas de los dos tipos de acero después de los ensayos de tensión. La fractura que se observa es clásica de una fractura tipo dúctil figura 4.7a.

El mecanismo de formación de poros en la fractura es inducido por la alta deformación plástica que presentan los materiales dúctiles, la figura 4.6a se observan claramente un sin número de coalescencia entre los bordes de los microporos, derivadas de una deformación plástica. Los bordes definidos son producto de la gran cantidad de energía que puede absorber el acero antes de fracturarse.

En la Figura 4.7b se muestra unas estructuras globulares, estas son muestra un grupo de inclusiones desgarradas de sus cavidades en presencia cierta coalescencias a su alrededor.

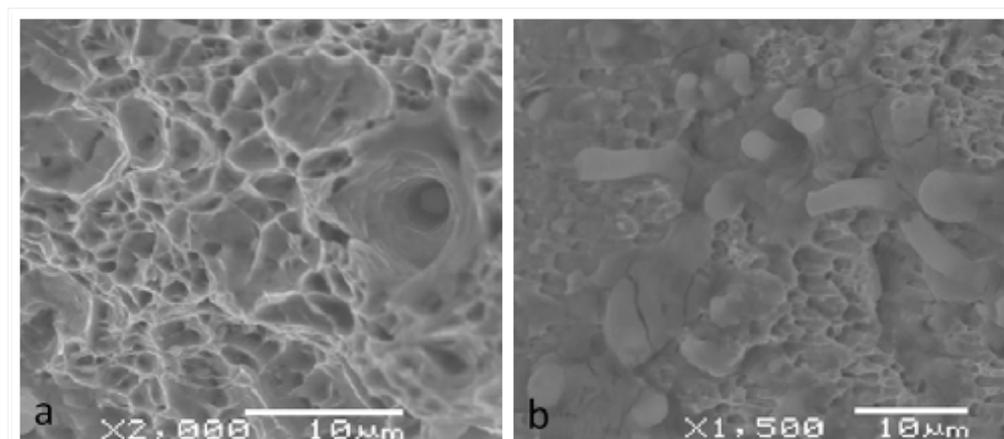


Fig. 4.7 Fractografías obtenidas MEB acero tipo B de la muestra de llegada, a) superficie de la fractura a 2 000X en la muestra de tensión en sentido longitudinal tipo B, b) superficie de la fractura 1 500X en sentido transversal.

4.1.5 Caracterización de las inclusiones.

La absorción de energía y características llamativas en la fractura en tuberías son asociados con efectos de inclusiones, estos deben estar controlados, en contenido, forma, distribución, etc. [3].

En la figura 4.8 tenemos unas inclusiones dentro de sus cavidades, en la cual podemos observar que la inclusión es mas chica que la cavidad contenedora, este esta dado por el efecto de contracción del acero al cambiar de estado liquido a estado solido, dejando una cavidad mayor que la inicial.

También se observa coalescencia alrededor de las inclusiones efecto característico en fracturas dúctiles con partículas de segunda fase.

En relación a la morfología de las inclusiones presentes en este tipo de acero microaleado se puede decir que todas las inclusiones observadas mediante MEB son de forma redondeada lo cual indica que durante el proceso de fabricación de estos acero se utilizó desoxidantes como Ca, Si, Al y tierras raras principalmente, el tamaño promedio de las inclusiones observadas oscilo entre las 3 y las 8 μm .

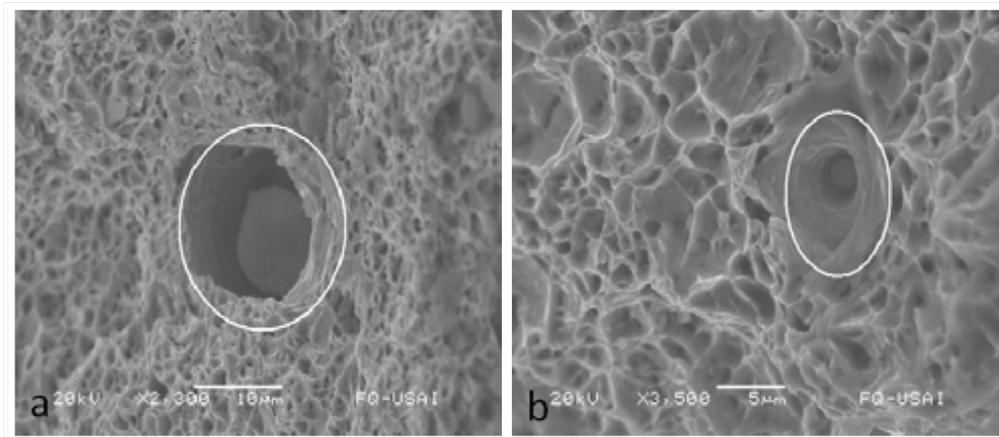


Fig. 4.8 Fractografías obtenidas por MEB del acero de llegada, a) superficie de la fractura con una inclusión central a 2 300X, b) superficie de la fractura con inclusión a 3 500X.

No distinguiendo entre las posibles variaciones de morfología y de tamaño en las inclusiones, se prosiguió a realizar unos análisis puntuales mediante el detector de microanálisis EDS acoplado a MEB con el propósito de conocer su composición química aproximada.

En las figuras 4.9a y 4.9b se muestran los espectros determinados en algunas de las inclusiones encontradas en uno de nuestros aceros microaleados.

La evidencia en el espectro es que la inclusión esta formada principalmente por Ca y O se puede observar trazas de alúmina que pueden inducir a pensar que estas inclusiones tienen aluminio, los picos de Fe y Mn son obtenidos por la señal del detector de la matriz de estos aceros, ya que estos aceros el Mn esta por arriba de 1% en peso es fácilmente detectable.

Se observa presencia de S por el cual podría decirse que tienen algo sulfuros de Mn sin embargo es muy poco probable ya que el contenido de S en este tipo de aceros por lo general debe mantenerse por debajo de 0.02% en peso.

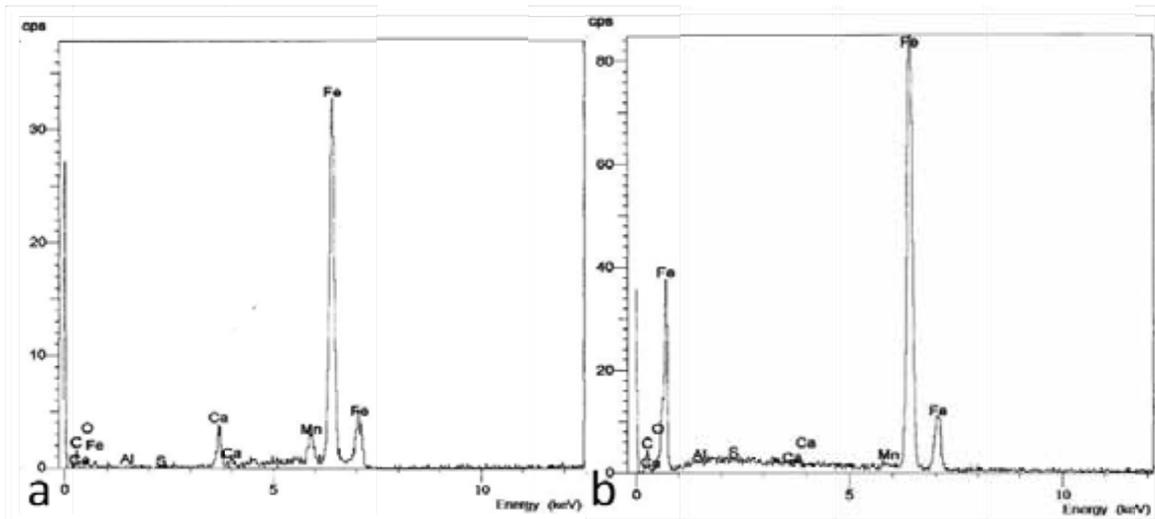


Fig. 4.9 Espectro EDS obtenido para una de las inclusiones típicas encontradas.

4.2 Caracterización de aceros con tratamiento térmico.

4.2.1 Caracterización microestructural acero tipo A en la sección longitudinal.

La secuencia micrográfica del acero tipo A se presenta figura 4.10. Se puede percibir un ligero cambio en los tamaños y distribución en los granos ferrita así como, en la estructura de perlita a los diferentes tiempos de tratamiento térmico.

En principio microestructura se mantiene similar entre la condiciones de llegada y 3 horas de tratamiento (ver figura 4.10a y 4.10b), en la figura 4.10c a 6 horas de tratamiento se observar que la ferrita no presenta un crecimiento debido a que los precipitados de Nb, ti, V y las partículas ϵ -Cu [3,25,34] anclan los límites de grano, por otro lado la perlita tiende a esferoidizarse a este tiempo de tratamiento dentro y a lo largo de los límites de grano, a las ocho horas de tratamiento se observan regiones de ferrita mas heterogénea (ver figura 4.10d) la perlita es similar a los tiempos de seis horas, en la figura 4.10e, a diez horas de tratamiento, la microestructura en general no sufre cambios significantes con respecto a 8 horas, esto es se observan, regiones de ferrita compuesta de granos grandes y pequeños, el promedio de tamaño de grano muestra un ligero crecimiento (ver tabla 4.5).

En la figura 4.10f se observa la microestructura obtenida a 20 horas de tratamiento se mantiene una ligera tendencia de crecimiento relativo de los granos de ferrita principalmente en la regiones de mayor deformación plástica localizada.

El ligero incremento mostrado en el promedio de tamaño de grano es explicable en base a que, a esta temperatura de tratamiento, es suficiente para permitir que los procesos de recuperación y recristalización, han actuado en conjunto aunados a un ligero crecimiento promedio de los granos de ferrita.

Los valores obtenidos del promedio de los tamaños de grano de ferrita se muestran en la tabla 4.5 conforme el tiempo de tratamiento incrementa.

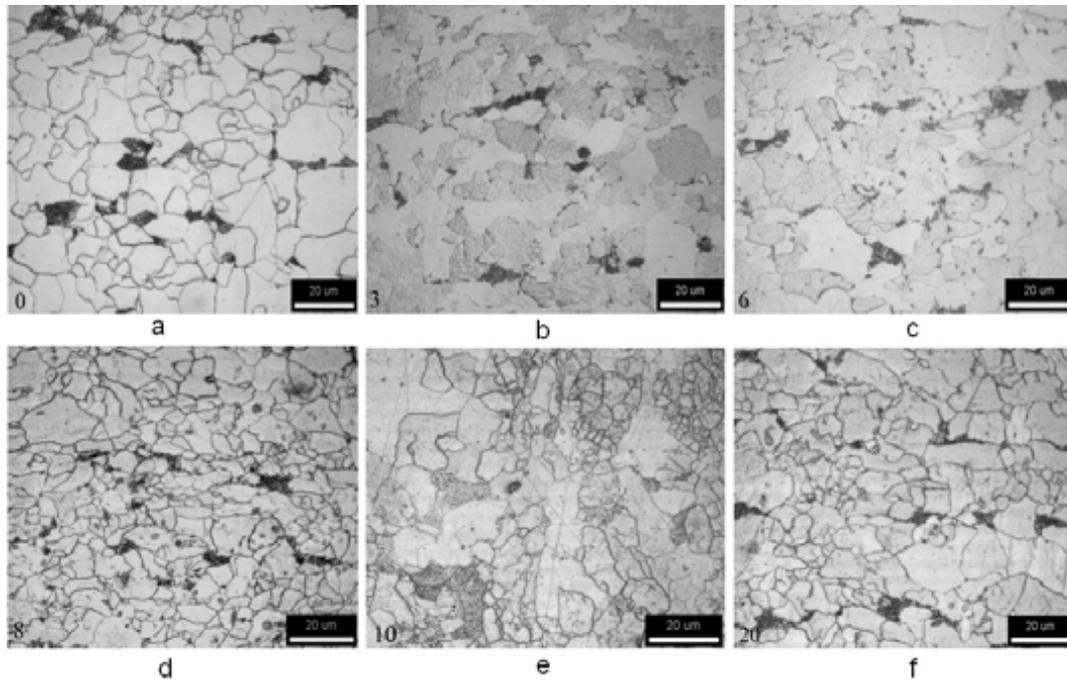


Fig. 4.10 Micrográficas de acero tipo A corte longitudinal, con Nital al 3%, 1000X, a) 0 b) 3 c) 6 d) 8 e) 10 f) 20 horas.

Acero (Hrs)	No ASTM
TIPO A(L)-0H	10.9
TIPO A(L)-3H	10.9
TIPO A(L)-6H	10.8
TIPO A(L)-8H	11.3
TIPO A(L)-10H	11.6
TIPO A(L)-20H	11.5

Tabla 4.5 Tamaño de grano ASTM promedio en cada tiempo de tratamiento, para el acero tipo A(L).

4.2.2 Caracterización microestructural acero tipo A en la sección transversal

La secuencia micrográfica del acero tipo A en esta dirección se presenta en la figura 4.11.

En general se observa pocos cambios en relación a los tamaños de grano de ferrita promedio obtenidos (ver tabla 4.6). Sin embargo lo mas evidente son los cambios que se observan tanto en la morfología de los granos de ferrita.

La figura 4.11 es en la condición de llegada, en donde se presenta una microestructura muy acicular tipo basáltica, y regiones que se pueden observar indicios de ferrita Widmanstatten, y tal ves trazas de perlita poco laminar con fuerte tendencia a pasar a ser bainita (superior). Sin embargo estas microestructuras dependen principalmente de grado de subenfriamiento durante los procesos termomecánicos y es muy difícil establecer diferencias mediante solo microscopia óptica.

Al pasar de las 3 horas de tratamiento se observa como la ferrita acicular y la ferrita tipo Widmanstatten muestra cambios (ver figura 4.11b), principalmente la acicularidad se modifica y la ferrita Widmanstatten ya no es muy evidente, sin embargo mantiene parte de su morfología hasta las 6 hrs como se observa en la figura 4.11c, en la figura 4.11d tenemos que a desaparecido los basaltos de ferrita así como la ferrita Widmanstatten, esto es un claro indicio de disolución de estas faces a las 8 horas de tratamiento térmico.

En las figuras 4.11e y 4.11f se muestran las microestructuras obtenidas a 10 y a 20 hrs de tratamiento, lo que ya es evidente es que la ferrita es acicular y sin indicios de ferritas basálticas y la ferrita Widmanstatten ya no se observan. Aquí es claro que existe una recuperación y una recristalización de granos a estos tiempos de tratamiento, sin embargo los tamaños promedios de ferrita casi no varían conforme el tiempo este efecto se vió mas claramente en el sentido de longitudinal de laminación del mismo acero ver figura 4.10.

Aun cuando la microestructura presentó cambios más perceptibles que el sentido longitudinal, el promedio en el tamaño de grano se mantiene casi constante como lo muestra la tabla 4.5. Es importante resaltar la dificultad para medir los granos en el corte transversal.

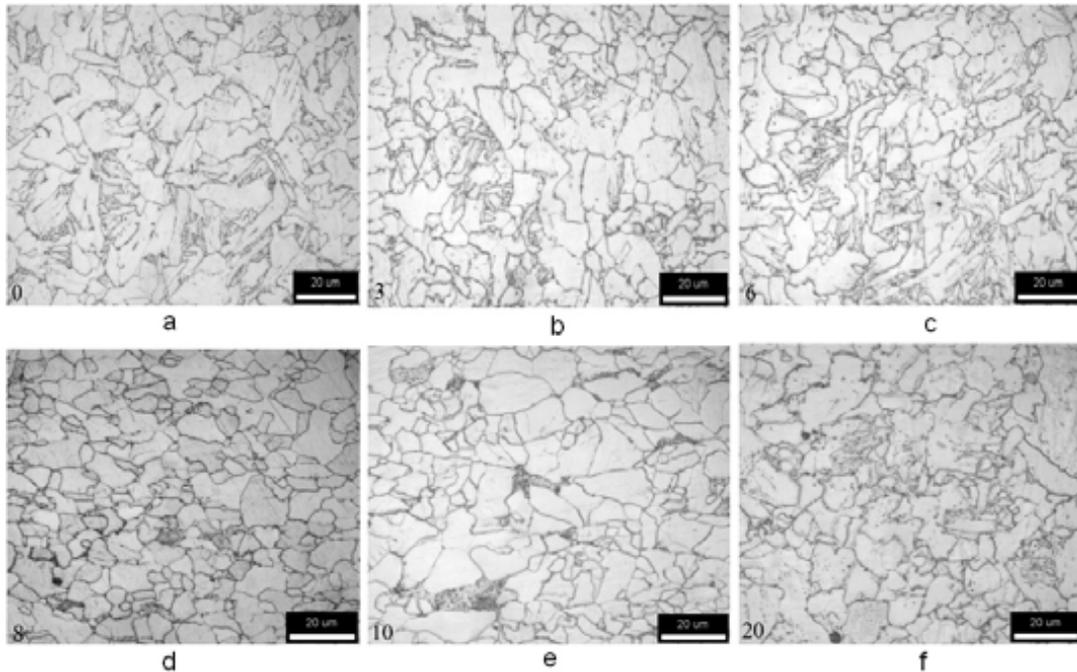


Fig. 4.11 Micrografías de acero tipo A corte transversal, con Nital al 3%, 1000X, a) 0 b) 3 c) 6 d) 8 e) 10 f) 20 horas.

Acero (Hrs)	No ASTM
TIPO A(T)-0H	11.5
TIPO A(T)-3H	11.8
TIPO A(T)-6H	11.6
TIPO A(T)-8H	11.7
TIPO A(T)-10H	11.4
TIPO A(T)-20H	11.9

Tabla 4.6 Tamaño de grano ASTM promedio en cada tiempo de tratamiento, para el acero tipo A(T).

4.2.3 Caracterización microestructural acero tipo B en la sección longitudinal.

En la secuencia de fotomicrografías mostradas en la figura 4.12, se observa cambios en la microestructura de este acero en sentido longitudinal. Se logra identificar que hay ligeros cambios a medida que el tiempo de tratamiento térmico aumenta, esto es, se llegan a observar regímenes con ligeros cambios en los tamaños de grano pequeño, esto tal vez se deba a una menor recristalización en las regiones donde aun se acumulaba deformación plástica.

En la figura 4.12a se muestra de probeta de llegada en el sentido longitudinal donde se ve claramente las banda formadas por el tipo de proceso termomecánico, los granos de ferrita son principalmente aciculares y una estructura de perlita y/o bainita relativamente fina.

Las figuras 4.12b y c no muestran cambios en relación a la muestra de llegada. Es evidente que no se observa cambios en los tamaños de grano en ferrita.

A partir de las 8 horas de tratamiento en adelante (ver figura 4.12 d, e y f) se observan cambios en la ferrita acicular, hay cierta tendencia de la misma a ser equiaxial, y se observan regiones donde hay una mayor cantidad de granos de ferrita totalmente recrystalizada. También es claro que se observan granos de ferrita dúplex, lo que está sucediendo es el avance de los procesos de recuperación y de recrystalización siendo tal vez las regiones aledañas a la fase de ferrita y/o bainita donde esto sucede a medida que el tiempo de tratamiento es mayor.

Esto parece ser un típico comportamiento de recrystalización secundaria, donde el crecimiento se da solo en algunos granos en la matriz, de manera preferencial en el sentido de trabajado mecánico. Este tipo de recrystalización es común en aceros con un gran número de vacancias [40], en este acero además del número de vacancias existentes como en cualquier acero los defectos en la red cristalográfica aumentan por la cantidad de microaleantes y hay que sumarle los defectos de la precipitación [40].

En la tabla 4.7 se presentan las mediciones de los tamaños de grano obtenidos en este acero. La variación del tamaño de grano de ferrita es mínimo, lo cual quiere decir que los precipitados están actuando sobre los límites de grano de la ferrita ya que se anclan en los límites de grano retardando así la recrystalización de la matriz ferrítica, inhibiendo su posible crecimiento por efecto del pos-tratamiento realizado.

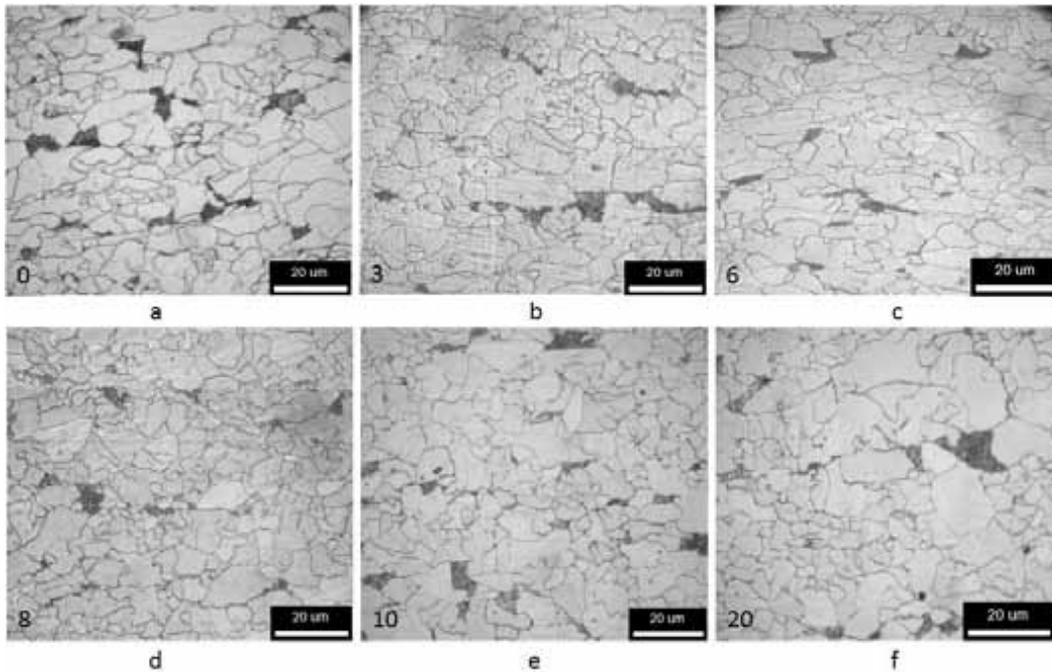


Fig. 4.12.- Micrografías de acero tipo B corte longitudinales, con Nital al 3%, 1000X, a) 0 b) 3 c) 6 d) 8 e) 10 f) 20 horas.

Acero (Hrs)	No ASTM
TIPO B(L)-0H	12
TIPO B(L)-3H	12.8
TIPO B(L)-6H	13
TIPO B(L)-8H	13.1
TIPO B(L)-10H	12.9
TIPO B(L)-20H	12.4

Tabla 4.7 Tamaño de grano ASTM promedio en cada tiempo de tratamiento, para el acero tipo B(L).

4.2.4 Caracterización microestructural acero tipo B en la sección transversal

La figura 4.13 la serie de micrografías del acero tipo B se observa en todas ellas granos de ferrita acicular, en algunos una ferrita basáltica con ciertas regiones en donde se manifiesta una ferrita Widmanstätten, con trazas de perlita y/o bainita. En las primeras fotomicrografía (ver figura 4.12 a, b y c) la morfología en general no cambia en relación a lo antes comentado. Sin embargo a partir de las 8 hrs de tratamiento la morfología de ferrita tipo Widmanstätten o basáltica no se observa lo cual nos indica que a partir de estos tiempos de tratamiento esta

morfología se recupera y existen partículas muy finas en límites de grano, y junto se observa partículas parcialmente redondeadas que son muy probablemente carburos de hierro de la perlita y/o bainita presente.

Esta tendencia se conserva en las siguientes tiempos de tratamiento, en los tiempos de 10 y 20 horas esta apariencia de finos carburos de hierro en los límites de grano es un poco mas evidente ver figura 4.13 e y f,

El tamaño de grano promedio de ferrita se muestra en la tabla 4.8 y no obstante la recuperación como los cambios de morfología en la ferrita tipo Widmanstatten y ferrita en forma de basaltos, no tienen influencia sobre el promedio de tamaño de grano que en este corte, de manera similar al corte transversal del acero tipo A.

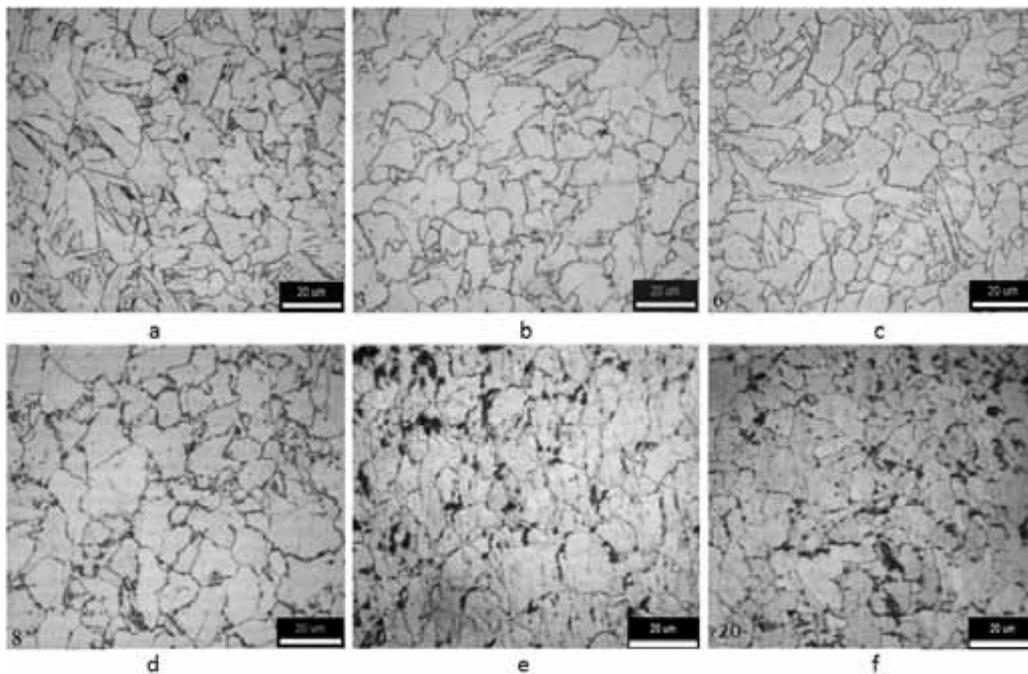


Fig. 4.13.- Micrografías de acero tipo B corte transversales, con Nital al 3%, 1000X, a) 0 b) 3 c) 6 d) 8 e) 10 f) 20 horas.

Acero (Hrs)	No ASTM
TIPO B(T)-0H	11.1
TIPO B(T)-3H	11.4
TIPO B(T)-6H	11.1
TIPO B(T)-8H	11.2
TIPO B(T)-10H	11.2
TIPO B(T)-20H	11.4

Tabla 4.8 Tamaño de grano ASTM promedio en cada tiempo de tratamiento, para el acero tipo B(T).

4.2.5 Caracterización mecánica acero tipo A

La figura 4.14 muestra las curvas de los ensayos de tensión obtenidos para el acero tipo A en el sentido longitudinal esto es en la dirección de laminación de estos aceros, se observa en general un comportamiento similar en las curvas y es evidente que no se logra diferenciar con claridad los cambios en su comportamiento mecánico contratamiento térmico.

Por lo que en la figura 4.15 se muestran las curvas de esfuerzo-deformación de solo los resultados obtenidos en la muestra de llegada, y en aquellas muestras en donde como resultado presentaron la mayor y la menor resistencia.

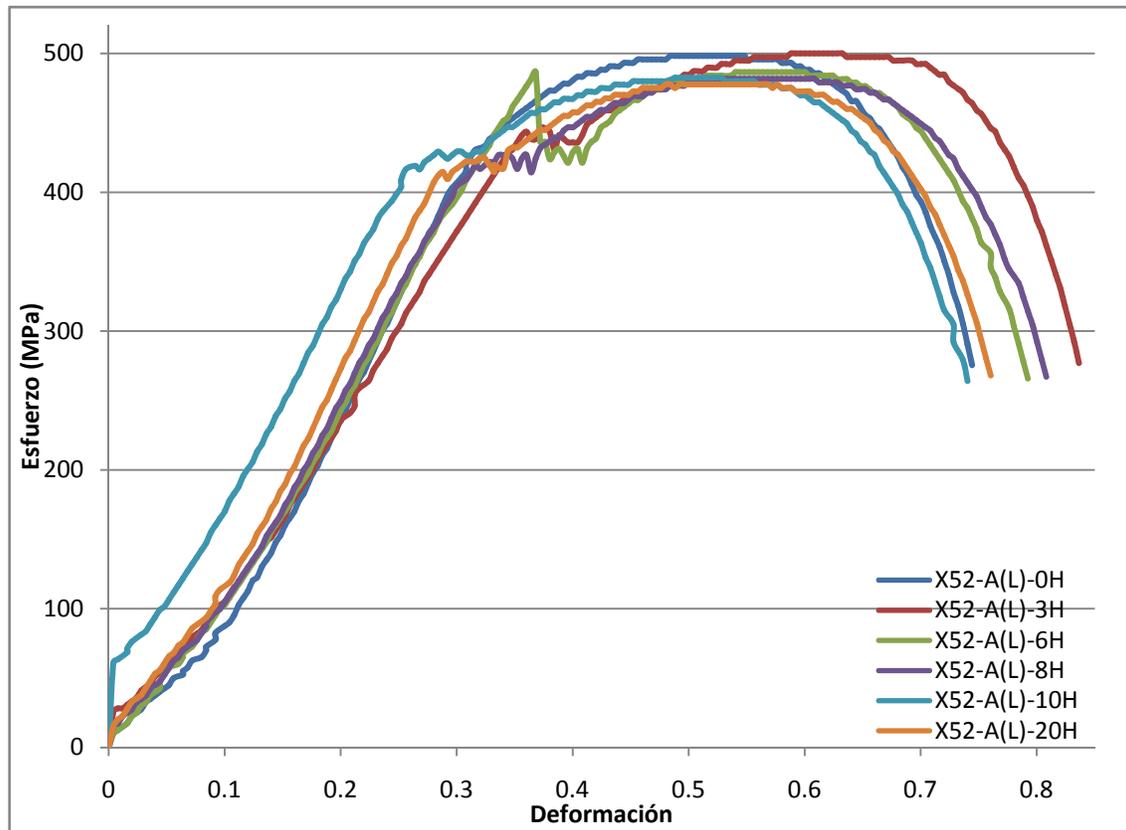


Fig. 4.14 Curvas esfuerzo deformación del acero tipo A cortes longitudinales.

En esta Fig. 4.15 aun cuando muestra un comportamiento cerrado es mas claro observar el cambio en propiedades mecánicas. La probeta con 3 horas de tratamiento térmico [X52-A(L)-3H], es la que mejores propiedades mecánicas mostró, se puede observar un incremento en la resistencia a la fluencia y un insignificante aumento en la resistencia máxima en comparación con la condición de llegada.

La muestra tratada a 6hrs de tratamiento se observó un incremento de resistencia a la fluencia sin embargo la resistencia máxima disminuyo ver tabla 4.9, en la misma figura se presentan los resultados obtenidos de la muestra obtenida a 20 horas, aquí hay un disminución de la resistencia a la fluencia como un disminución en la resistencia máxima.

Si tratamos de establecer una relación de las propiedades obtenidas en estas condiciones, con respecto a el promedio de tamaño de grano medido en estas muestras (ver tabla 4.5) del acero tipo A en el corte longitudinal, observamos que no hay una relación evidente entre ambas. Lo cual pudiera ser que estos cambios poco significativos están en relación directa con la posibilidad de que el post-tratamiento realizado induce la formación de pequeños precipitados muy finos a nivel nanométrico que están co-precipitando en el rango de 3-6 horas de post-tratamiento.

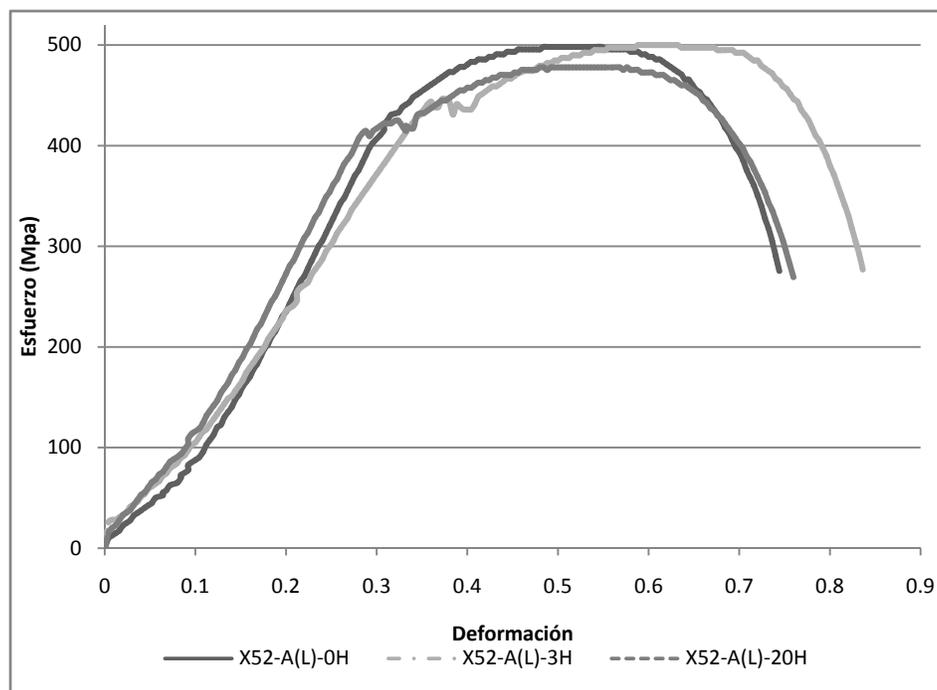


Fig. 4.15 Curvas esfuerzo deformación del acero tipo A(L), 0, 3 y 20 horas de tratamiento.

Los cambios en las propiedades mecánicas del acero tipo A en el sentido transversal presentan diferencias mas claras que en el corte longitudinal mostradas en la figura 4.15 del mismo acero. Esto se puede ver en las curvas esfuerzo deformación de las figura 4.16 y 4.17; estas diferencias no concuerdan con los promedios de tamaño de grano mostrados en al tabla 4.6, en donde no hay variación clara.

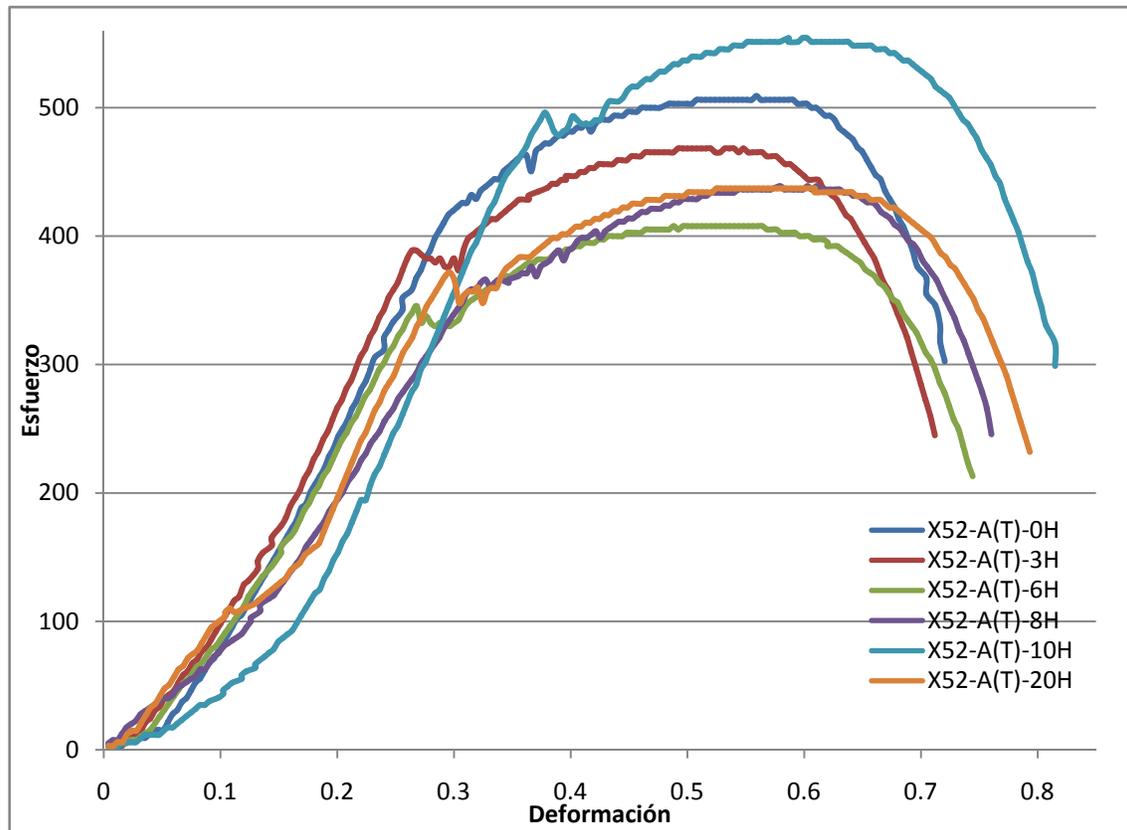


Fig. 4.16 Curvas esfuerzo deformación del acero tipo A cortes transversales.

Podemos ver que el comportamiento de las curvas a medida que el tiempo se incrementa hasta las 8 horas de pos-tratamiento hay una disminución de la resistencia a la fluencia y a la tensión en comparación con el acero de llegada. Sin embargo a partir de las 8 horas hasta las 10 horas de pos-tratamiento esta variación sufre un incremento en la resistencia que es máximo a las 10 horas de pos-tratamiento. Alcanzándose valores de 551 MPa de resistencia a la tensión, en la figura 4.17 se muestran los extremos encontrados en las propiedades mecánicas en tensión de este acero observándose claramente este efecto del pos-tratamiento.

Este comportamiento es probable que se deba a que el acero entre las 3-6 horas de pos-tratamiento se manifiesta un proceso de relajación-recuperación por lo que muestra una disminución los valores de resistencia, pero es a partir de las 8-10 horas en donde es probable que haya una co-precipitación de carburos o

nitruros de V principalmente que inducen al endurecimiento relativo de este tipo de acero.

Posteriormente a tiempos mayores (20 horas) el efecto endurecedor disminuye (ver figura 4.16), esto se debe al aglutinamiento de estos nanoprecipitados de vanadio que migran a los límites de grano, lo cual provoca una anclaje de los mismo, sin embargo la distribución al interior de los granos se modifica y esto causa una disminución en las propiedades mecánicas.

Estas variaciones en propiedades no se logran evidenciar al observar las microestructuras y con sus promedios de tamaño de grano medidos (ver tablas 4.5 y 4.6 y figuras 4.10 y 4.11). Esto se debe a que no es posible en microscopía óptica poder evidenciar estos cambios, ya que las magnificaciones empleadas son una limitante para realizar un análisis del comportamiento de los precipitados en este tipo de acero en ambas direcciones.

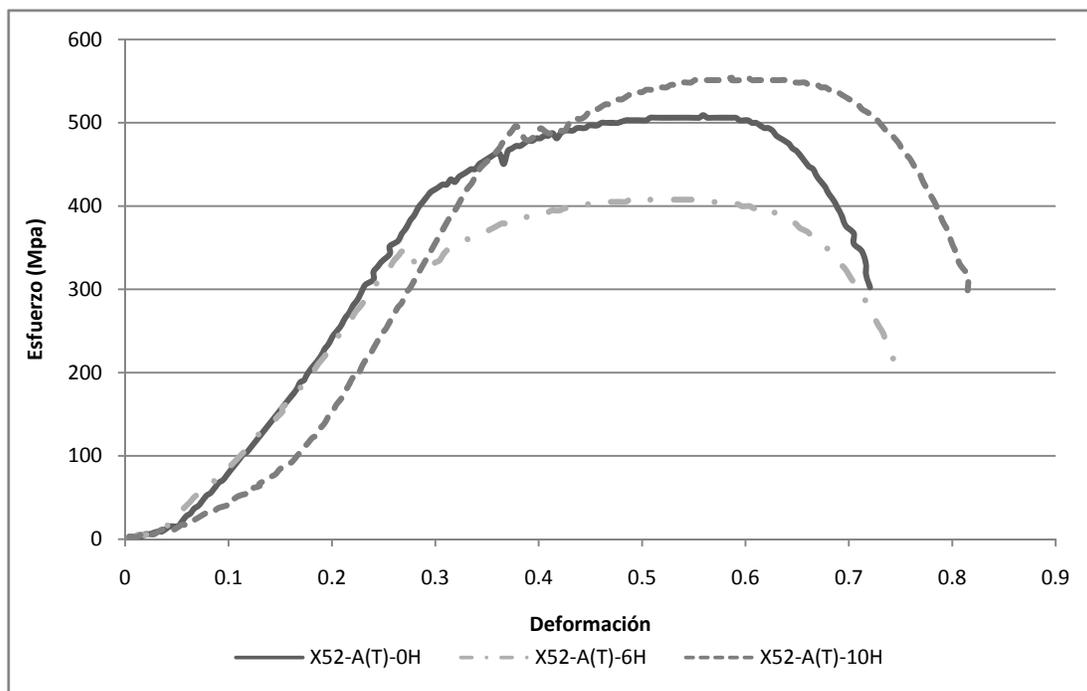


Fig. 4.17 Curvas esfuerzo deformación del acero tipo A(T), 0, 6 y 10 horas de tratamiento.

4.2.6 Caracterización mecánica acero tipo B

La figura 4.18 presenta los resultados obtenidos en los ensayos de tensión realizados en el acero tipo B en el sentido de laminación. El grupo de curvas presentadas muestra un set de curvas entre las 3-8 horas de pos-tratamiento que presentan propiedades mecánicas distintas en comparación con la muestra de llegada y las tratadas a 10 y 20 horas. En el rango de 3-8 horas la resistencia a la fluencia y a la tensión máxima es mayor, a tiempos mayores esta tendencia se reduce.

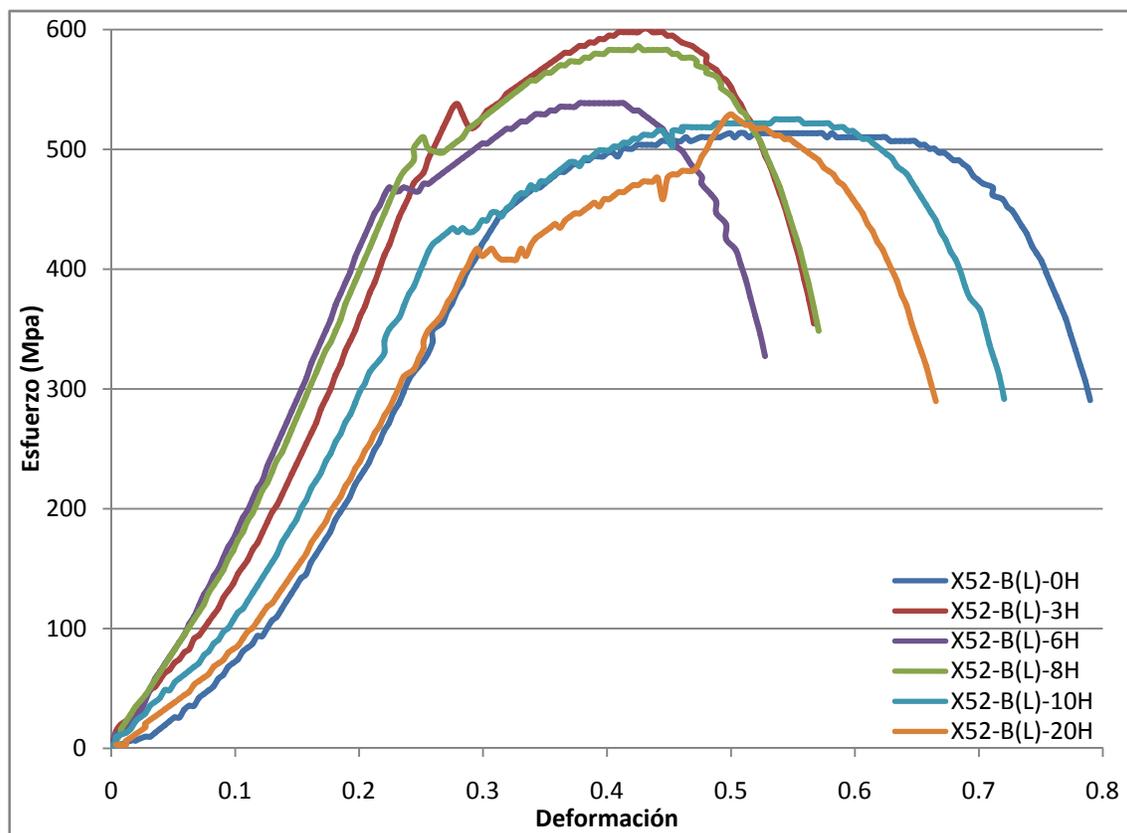


Fig. 4.18 Curvas esfuerzo deformación de acero tipo B cortes longitudinales.

Este comportamiento se asemeja a un clásico efecto de un envejecido artificial [11], en donde en este rango de tiempo de pos-tratamiento las propiedades se incrementan, esto como consecuencia de una eficaz distribución de los co-precipitados en la matriz apoyado de un anclaje en el límite de grano, por efecto de la temperatura, pero al seguir estimulando la difusión a mayor tiempo de pos-

tratamiento, se forman aglomeraciones y/o crecimientos de estas fases secundarias, así las propiedades mecánicas decaen derivado de un posible sobrevejecido [5,11]. Además es posible que durante el rango de tiempos de pos-tratamiento se este evidenciando procesos de recuperación-recristalización los cual al ver los tamaños de grano promedio obtenidos ver tabla 4.7, se muestra un ligero aumento en el valor del tamaño promedio de los granos. Esto es que el tamaño tiende a ser más fino y por consecuencia un incremento en sus propiedades de resistencia.

La figura 4.19 muestra solo comparación de las muestras en sus extremos, esto es la que presentó una mayor y menor resistencia en comparación con las de llegada.

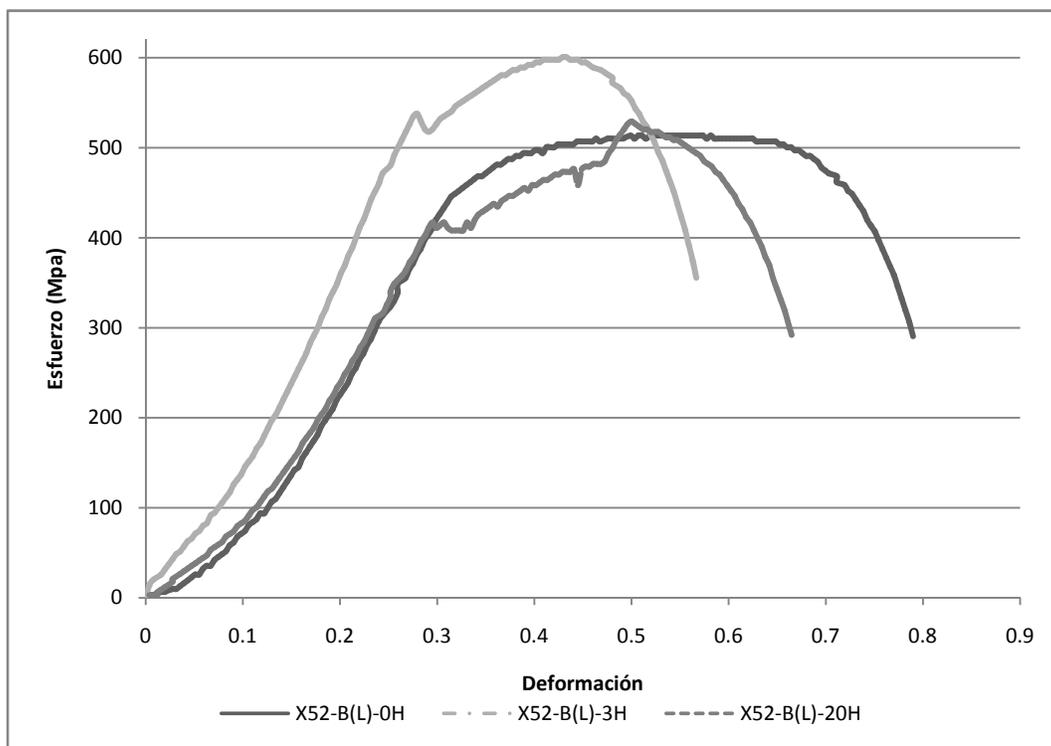


Fig. 4.19 Curvas esfuerzo deformación del acero tipo B(L), 0, 3 y 20 horas de tratamiento.

En la figura 4.20 se presentan las curvas obtenidas en los ensayos de tensión para el acero tipo B en el sentido transversal. En este sentido es muy evidente que hay un cambio en las propiedades en todos los tiempos de pos-tratamiento en comparación con la muestra de llegada.

En este caso el efecto del pos-tratamiento en iniciar una co-precipitación se logra desde las 3 horas y sigue su efecto hasta las 20 horas no logrando observar una disminución aparente en las propiedades mecánicas después de este tiempo.

El sentido transversal de este tipo de acero presenta un tamaño de grano mayor sin grandes cambios (ver tabla 4.8), es muy probable que los fenómenos de recuperación-recristalización estén interactuando desde los tiempos iniciales de pos-tratamiento y que inducen un incremento en la densidad de límites de grano lo cual por consecuencia aumenta las propiedades de resistencia aunado al efecto endurecedor de la co-precipitación.

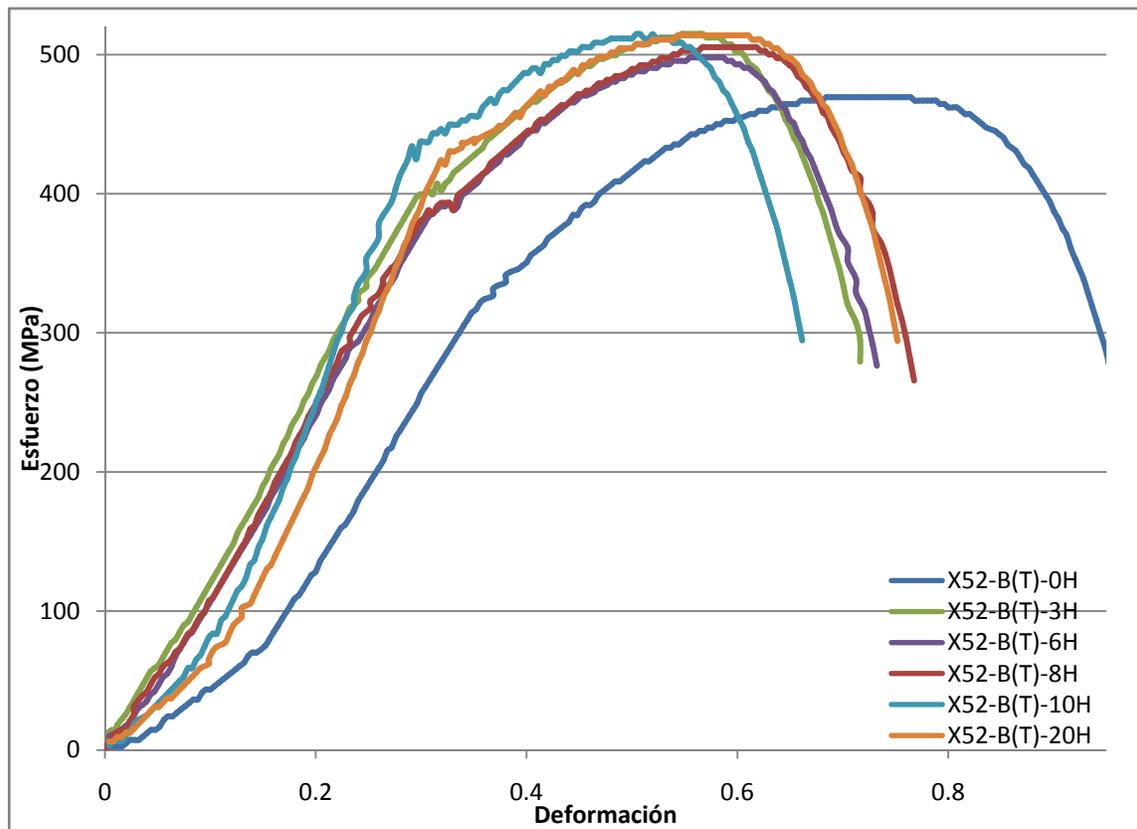


Fig. 4.20 Curvas esfuerzo deformación de acero tipo B cortes transversales.

La figura 4.21 se muestra las curvas para solo comparar con relación al acero de llegada y los tratamientos que presentaron una mayor y menor resistencia.

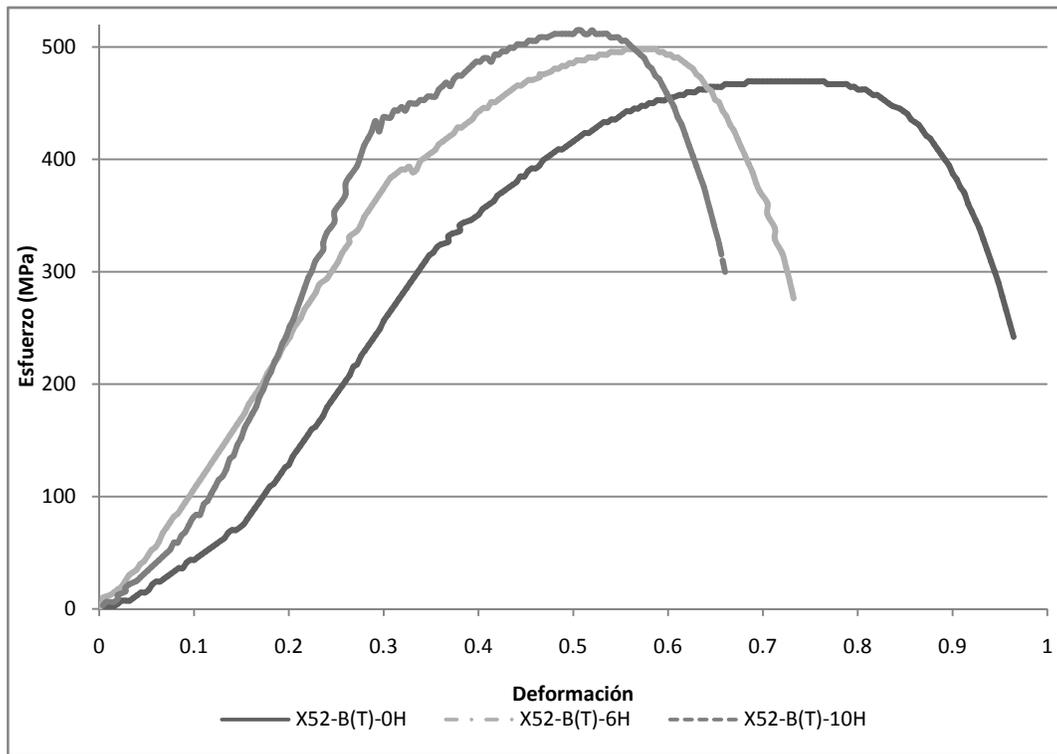


Fig. 4.21 Curvas esfuerzo deformación de acero tipo B(T), 0, 6 y 10 horas de tratamiento.

4.2.7 Resumen de las propiedades mecánicas medidas.

En las tablas 4.9 y 4.10 se muestran en forma resumida los resultados integrados de las propiedades mecánicas obtenidas para el acero A en sentido longitudinal y en el sentido transversal respectivamente. En las tablas además de los valores del ensayo de tensión (ver figuras 4.14 y 4.16) se muestran los valores de los ensayos de microdureza efectuados en este tipo de acero, así como también se muestran los resultados de la elongación y su reducción de área. La variación en dureza concuerda con los resultados ya discutidos en relación a su resistencia máxima y a la fluencia de este tipo de acero en ambas direcciones (ver gráfico 4.22).

En cuanto a su elongación y reducción de área en este tipo de acero no hay variaciones sustanciales lo cual indica que el acero no pierde su tenacidad con el tiempo de tratamiento.

Probetas	σ_0 (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	HMV	% RA	% E
X52-A(L)-0H	411	498	275	443	78	36
X52-A(L)-3H	444	500	277	441	74	41
X52-A(L)-6H	453	486	266	405	75	40
X52-A(L)-8H	422	482	267	395	74	44
X52-A(L)-10H	419	477	264	400	73	42
X52-A(L)-20H	415	478	268	407	75	44

Tabla 4.9 Propiedades mecánicas del acero tipo A en el sentido longitudinal.

Probetas	σ_0 (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	HMV	% RA	% E
X52-A(T)-0H	417	506	302	408	74	45
X52-A(T)-3H	389	468	245	377	75	47
X52-A(T)-6H	345	408	213	384	77	40
X52-A(T)-8H	356	436	246	423	74	39
X52-A(T)-10H	496	551	299	434	70	48
X52-A(T)-20H	372	437	232	370	73	43

Tabla 4.10 Propiedades mecánicas del acero tipo A en el sentido transversal.

Las tablas de 4.11 y 4.12 muestran los resultados obtenidos en los ensayos de tensión realizados en el acero tipo B en ambas direcciones. Estos resultados ya fueron discutidos previamente para este tipo de acero. Ahora bien en cuanto a los resultados mostrados de dureza, estos muestran la misma tendencia en relación los resultados obtenidos de resistencia máxima y esfuerzo de cedencia en las dos direcciones de corte (L y T) ver figura 4.22.

En cuanto los parámetros de elongación y de reducción de área estos muestran muy poca variación con relación a los tiempos de tratamiento. Estas variaciones es muy común observarlas en estos ensayos así pues la forma en que se determinan es muy azarosa y es muy posible insertar errores de medición y es por lo general un método relativamente arcaico. Descontando estas implicaciones, podemos decir que la tenacidad de este tipo de acero varía muy poco, y relativamente no se modifica con el tiempo de tratamiento térmico.

Probetas	σ_0 (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	HMV	% RA	% E
X52-B(L)-0H	446	513	291	439	69	36
X52-B(L)-3H	538	601	355	686	68	35
X52-B(L)-6H	468	539	327	537	71	32
X52-B(L)-8H	510	583	349	543	69	34
X52-B(L)-10H	428	525	292	462	71	30
X52-B(L)-20H	417	529	290	474	71	31

Tabla 4.11 Propiedades mecánicas del acero tipo B en el sentido longitudinal.

Probetas	σ_0 (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{rup} (MPa)	HMV	% RA	% E
X52-B(T)-0H	344	469	242	389	77	46
X52- B(T)-3H	400	515	279	373	77	32
X52- B(T)-6H	391	498	276	360	76	36
X52- B(T)-8H	388	505	266	356	78	34
X52- B(T)-10H	434	515	295	482	70	36
X52- B(T)-20H	424	514	294	412	71	40

Tabla 4.12 Propiedades mecánicas del acero tipo B en el sentido transversal.

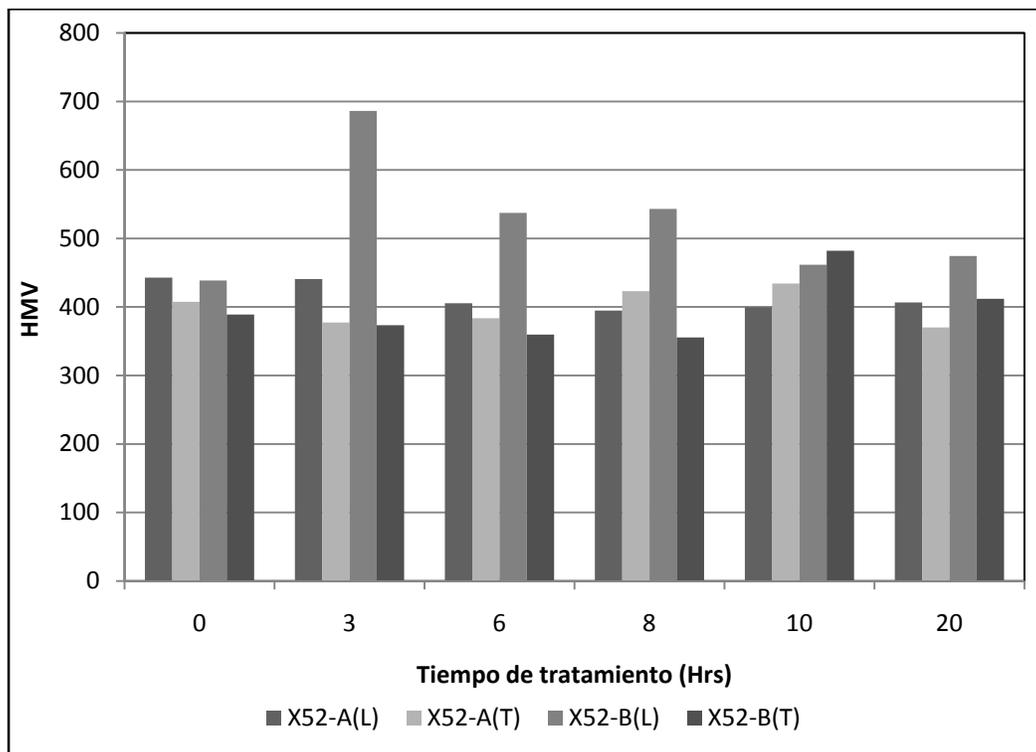


Fig. 4.22 Valores de microdureza Vicker obtenidos en los dos tipos de acero en ambas direcciones en función del tiempo de tratamiento térmico.

Por otro lado en las figuras se muestran tipos de fractura típicas encontradas en estos aceros en la cual es evidente que la fractura es esencialmente dúctil con lo cual corrobora que estos acero no pierden ductilidad por defecto del tiempo de pos-tratamiento térmico realizado.

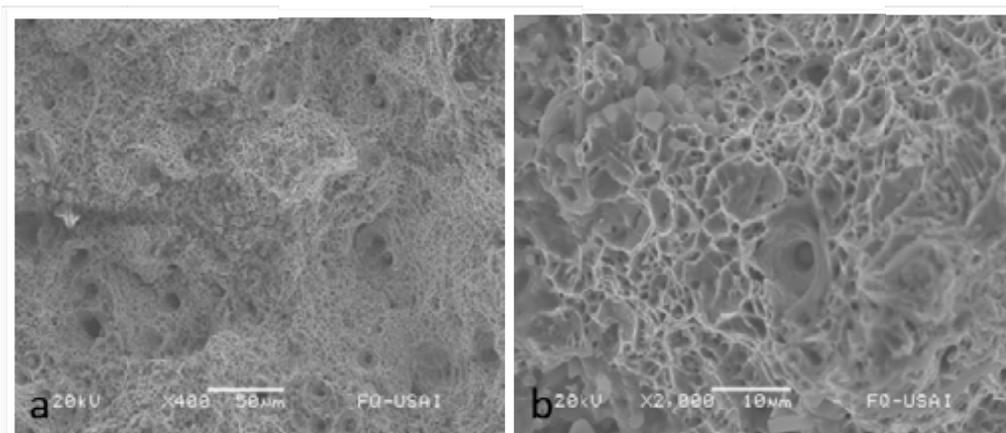


Fig. 4.23 Micrografía de las fracturas típicas obtenidas en dos magnificaciones en el acero tipo B.

La tabla 4.14 muestra los incrementos en resistencia máxima y resistencia a la fluencia en ambos tipos de acero en sus dos direcciones. Estos valores es meramente una comparación efectuada para enmarcar que existe un tiempo de tratamiento térmico que afecta más estos valores. Citando que el acero tipo A en sentido transversal muestra un incremento a las 10 horas de tratamiento y en sentido longitudinal esto no se observa.

En el acero tipo B longitudinal el tiempo esta entre 3 y 8 horas de tratamiento, en el sentido transversal presenta un cambio sustancial a partir de las 10 horas de tratamiento sin embargo hay un incremento desde el inicio del tratamiento (ver tabla 4.14), estas variaciones en la resistencia se atribuyen muy específicamente a que hay una co-precipitación por efecto del tiempo y de temperatura de los elementos microaleantes que están en solución sólida y que se manifiestan precipitando a partir de los precipitados existentes y de los carburos de Fe localizados, formando parte en tanto la matriz de ferrita como de la fase de perlita y/o bainita superior de la microestructura original producida por el procesamiento termomecánico de origen.

Otra de las fuentes de contribución que se han establecido es que el acero tipo B en su composición química contiene una mayor porcentaje en peso de concentración de Cu (ver tablas 4.1 y 4.2). Lo cual es una fuente reconocida de fases ricas en Cu [37,39] que en dúrese por precipitación la matriz de un tipo de aceros microaleados diseñados para incrementar su resistencia a la corrosión atmosférica [11,39, 40].

tiempo (hrs)	Acero tipo A(L)		Acero tipo A(T)		Acero tipo B(L)		Acero tipo B(T)	
	Δf (Mpa)	ΔR (Mpa)						
3 hrs	33	2	-28	-38	92	87	56	46
6 hrs	42	-12	-71	-98	23	25	47	29
8 hrs	11	-16	-61	-70	64	69	45	36
10 hrs	8	-21	80	45	-18	12	91	45
20 hrs	4	-20	-45	-69	-29	16	81	45

Tabla 4.14 Incrementos comparativos de los esfuerzos de fluencia y de la resistencia máxima con respecto a las muestras de llegada.

Mas representativos se encuentran en el acero tipo B esto se puede deber al aumento del Cu en porciento en peso en la composición química el cual produce precipitados que ayudan al reforzamiento en el material a partir de los 500 °C de tratamiento térmico [34].

4.2.8 Caracterización microestructural por Microscopia electrónica de transmisión.

En un intento por realizar una caracterización inicial de la microestructura a mayor detalle en este tipo de acero a ciertas etapas del pos-tratamiento térmico. Se realizaron algunas observaciones en microscopía electrónica de transmisión usando mayores aumentos con el propósito de poder evidenciar la precipitación existente, que es la causante del incremento de la resistencia en este tipo de aceros.

La figura 4.24 muestra una región obtenida del acero tipo B de llegada la cual se observan (ver marca) precipitados existen de origen después del tratamiento

termomecánico, estos precipitados localizados en la matriz de ferrita y son de gran tamaño (80 100 nm) de forma irregular, reconocidos por su forma como precipitados de Ti y Nb [3,4,39].



Fig. 4.25 Micrografía obtenida del acero B en condiciones de llegada.

Las figuras 4.25a y b, son las regiones observadas del acero tipo B, a 8 y 20 horas de tratamiento respectivamente, se puede observar la aparición de precipitados mas pequeños del orden de 5 a 10 nm aproximadamente, son de forma irregular y están algunos aglomerados ver figura 4.25b. Por la forma y a estas magnificaciones no es posible predecir el tipo de precipitados, sin embargo es evidente que hay una masiva co-precipitación muy fina y dispersa ubicada en matriz de ferrita e interaccionando con las laminillas de carburo de Fe de la fase perlita y/o bainita superior.

Estos finos precipitados que aparecen durante el pos-tratamiento son los indicios microestructurales que modifican la resistencia de este tipo de aceros, pues al precipitarse tanto en matriz de la ferrita y perlita e interaccionando con otras fases presentes y los defectos (dislocaciones-vacancias), esto da por consecuencia un incremento en la resistencia en las propiedades mecánicas mostradas anteriormente.

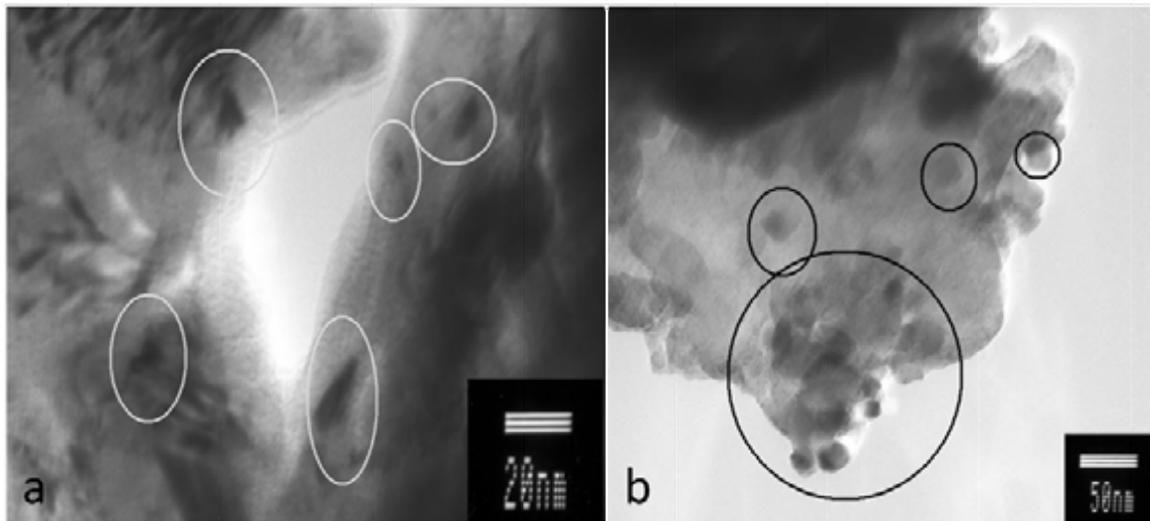


Fig. 4.25 Micrografías obtenidas del acero B a) 8 y b) 20 de tratamiento.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

- El promedio del tamaño de grano no es evidencia para relacionar la variación en las propiedades mecánicas de estos aceros, ya que no se pueden observar los cambios de co-precipitación después del pos-tratamiento, aun cuando muestran solubilización de la bainita, la ferrita basáltica y la ferrita de tipo Widmanstätten.
- Los cambios en las propiedades mecánicas estudiadas, son responsabilidad de la co-precipitación en la matriz del material más que el promedio de tamaño de grano, la cual promueve una difusión y distribución en la red cristalina de los aceros.
- Los cambios observados durante el pos-tratamiento se dan un intervalo de 0 a 8 horas en los cortes longitudinales, mientras en un los cortes transversales se llevan en el intervalo de 0 a 10 horas de tratamiento.
- El efecto de mejoras más significativas en el acero tipo B después del pos-tratamiento térmico, se debe a la variación de cobre en la composición química, por el efecto co-precipitación de ϵ -Cu [34-38].
- El tipo, distribución y tamaño de los carburos, nitruros o carbonitruros y el precipitado tipo ϵ -Cu producidos por el efecto de la temperatura, estos son los responsables en la variación de propiedades mecánicas en este tipo de aceros.
- En sentido longitudinal resiste menos al pos-tratamiento, que en sentido transversal. Esta tendencia es tal vez debida a las variaciones microestructurales por procesos de recuperación y recristalización, así como a la co-precipitación presentes.
- La co-precipitación va incrementándose conforme aumenta el tiempo de pos-tratamiento, esto es la aparición de pequeños precipitados micro y manométricos.

Bibliografía:

1. D. Rasouli, Sh. Khameneh Asl, A. Akbarzadeh, G.H. Daneshi., Effect of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of microalloyed forging steel, Materials Science and Engineering Department, Sharif University of Technology, P.O. Box 11365-9466, Tehran 14584, Iran.
2. B. Eghbali, A. Abdollah-zadeh, Influence of deformation temperature on the ferrite grain refinement in a low carbon Nb–Ti microalloyed steel, Department of Materials Engineering, Tarbiat Modares University, P.O. Box 14115-143, Tehran, Iran, accepted 25 April 2006.
3. T. Gladman, The Physical metallurgy of Microalloyed Steels, for the Institute of Materiales, 2002, pp. 81-103 y 263-316.
4. K. Mazanec and E. Mazancova, Physical Metallurgy Of Thermomechanical Treatment Of Structural Steels, Cambridge International Science Publishing, 1998, pp., 200-222.
5. Donald R. Askeland, Ciencia e Ingenieria de los Materiales, Thomson Editores Spain Paraninfo, S.A., 2001.
6. F.B.Pickering, "High-Strength, Low-Alloy Steels- A decade of Progress". Wash.DC., Union Carbide Corp., Microalloying '75, an International Symposium on high-strength low-alloy steels, p.3-24, (1975).
7. W.J.Murphy and R.B.G. Yeo, "Developments in Plate and Structural High-Strength Steels", Metals Park, OH, Metal Progress, p.85-87, (1969).
8. F.B.Pickering, Materials Science and Technology, Eds.R.W.Cahn, P.Hnasen, E.J.Kramer, VCH,Weiheim,1992,Vol.7.
9. F.B.Pickering, HSLA Steels-Metallurgy and Applications, Eds.J.M.Gary, Metals Park,OH, ASM International p.305, 1986.
- 10.K.J.Levine et al, "Grain-Refined C-Mn Steels",JISI, p.161-172, (1967).
11. William T. Lankford, Jr., Norma L. Samways, Robert F. Craven, Harold E, The Making, Shaping and Treating of Steel, United States Steel, 10 Edition.

12. A. H. W. Ngan, A Peierls-Nabarro Model for Kink-Pair Generation in Screw Dislocations at Low Temperatures, Materials Research Society 506 Keystone Drive, Warrendale, 1995-2009, pa, 15086-7573.
13. R. Mendoza and J. Juárez-Islas, Reporte: Fabricación de aceros microaleados, Ispat Mexicana SA de CV, Lázaro Cárdenas, Michoacán, México, (1999).
14. R. K. Amin and F. B. Pickering, en thermomechanical Processing of Microalloyed Steel (A. J. DeArdo, G. A. Ratz, and P. J. Wray, Eds.), Conference Proceedings, TMS-AIME, Warrendale, Pa., 1982, pp. 1-31.
15. G. R. Speinch et al., in Proceedings of the International Conference on Phase Transformations in Ferrous Alloys, (A. R. Marder and J. I. Goldstein, Eds.), TMS-AIME, Warrendale, Pa., 1984, pp. 341-398.
16. S. V. Radcliffe and E. B. Kula, in Fundamentals of Deformation Processing, Sagamore Army Materials Research Conference Proceedings, vol. 9 (W. A. Backofen, J. J. Burke, L. G. Coffin, Jr., N. L. Reed, and V. Weiss, Eds.), Syracuse, NY, 1964, p. 321
17. V. F. Zackay, Mater. Sci. Eng., vol. 25, 1976, p.247
18. G. E. Dieter, in Encyclopedia of Materials Science and Engineering, Pergamon Press, Oxford, 1986, pp. 4976-4977.
19. T. Greyday, in Strength of Steels and Alloys, Proceedings of the 6th International Conference on Strength of Metals and Alloys (R. C. Gifkins, Ed.), Pergamon Press, Oxford, 1983, pp. 1075-1088.
20. T. Tanaka, T. Emai, K. Kimura, Y. Saito, and T. Hatomura, in Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, Conference Proceedings, TMS-AIME, Warendale, Pa, 1982, pp. 195-215.
21. L. J. Cuddy, en The effect of Accelerated Cooling on the transformation Products That Develop in Deformed y en Recrystallized Austenite in Accelerated Cooling of Steel (P. D. Southwick, Ed.), TMS-AIME, Warrendale, Pa., 1986.
22. E. R. Morgan, T. E. Dancy, and M. Korchysky, J. Met., vol 17, 1965, pp. 829-831.

23. K. Tsukada, K. Matsumoto, K. Hirabe, and K. Takeshige, in *Mechanical Working and Steel Processing, Conference XIX*, Iron and Steel Society-AIME, Warrendale, Pa., 1982, pp. 347-371.
24. L. J. Cuddy, in *Encyclopaedia of Materials Science and Engineering*, Pergamon Press, Oxford, 1986, pp. 2213-2217.
25. T. Sakai, M. G. Akben, and J. J. Joans, in *Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite* (A. J. DeArdo, G. A. Ratz, and P. J. Wray, Eds.), Conference Proceedings, TMS-AIME, Warrendale, Pa., 1982, pp. 237-252.
26. Hoogendoorn and Spanraaf, *Micro-alloying 75*, Union Carbide Corporation, 1975.
27. McKenzie, *Proc. Rosenhain Centenary Conference*, Royal Society, 1976.
28. Le Bon and Saint Martin, *Micro-alloying 75*, Union Carbide Corporation, 1975.
29. John A. Schey, *Procesos de Manufactura*, University of Waterloo, Ontario, McGraw-Hill, 2002.
30. Anil Kumar Sinha, *Physical Metallurgy Handbook*, McGraw-Hill, 2003.
31. Karl-Heinz Klein, *Development of the technology during the last decade and the future evolution*, 33rd Annual Meetings and Conference IISI, México, (1999).
32. R. Mendoza y J.M. Alanis Vences, *Producción de acero LCAK con extrabajo contenido de Nitrógeno usando 100 % HRD como carga metálica*, ISS-Sección México, Boletín Informativo, Vol.VI, No.14, (2001).
33. API Specification 5L. *Specification for line pipe*. 43rd ed. American Petroleum Institute; 2004. p. 8–17.
34. ASTM E8M-04, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, ASTM International.
35. John R. Newby, Joseph R. Davis, Sunniva K. Refsnes, *Mechanical Testing*, ASM Handbook., v. 8.
36. A. Ghosh, S. Chatterjee, in *Characterization of precipitates in an ultra low carbon Cu bearing high strength steel: A TEM study*, *Materials Characterization* 55 (2005) 298– 306.

37. Ghasemi SS, Banadouki D, Yu D, Dunne DP. Age hardening in a Cu bearing high strength low alloy steel. *ISIJ Int*, 1996; 36:61 – 7.
38. Varughese R, Howell PR. The application of metallographic techniques to the study of the tempering of HSLA 100 steel. *Mater Charact* 1993; 30:261.
39. Ghosh A, Mishra B, Das S, Chatterjee S. An ultra low carbon Cu bearing steel: influence of thermomechanical processing and aging heat treatment on structure and properties. *Mater Sci Eng A Struct Mater Prop Microstruct Process* 2004; 374:43–55.
40. A. Fragieli, S. Serna, B. Campillo L. Cota, Dissimilar mechanical properties—microstructures microalloyed pipeline steels cracking performance under sour environment, *Materials Science and Engineering*.