



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

Determinación del efecto de las microadiciones de Ti y B en un
acero TWIP sobre las características de la estructura de
colada

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA

P R E S E N T A:

DÍAZ PINEDA MELANIE



Ciudad Universitaria, Cd. Mx.

2020



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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: Eusebio Candido Atlatenco Tlapanco.

VOCAL: Agustín Gerardo Ruiz Tamayo.

SECRETARIO: Antonio Enrique Salas Reyes.

1er. SUPLENTE: Claudia Flores Vargas.

2do. SUPLENTE: Ignacio Alejandro Figueroa Vargas.

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA. FACULTAD DE QUÍMICA. EDIFICIO "D".

ASESOR DEL TEMA:

Dr. Antonio Enrique Salas Reyes _____

SUPERVISOR TÉCNICO:

Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas _____

SUSTENTANTE:

Melanie Díaz Pineda _____

AGRADECIMIENTOS

Al Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT) por los recursos otorgados para esta investigación, con clave IA104219, a cargo del Dr. Antonio Enrique Salas Reyes.



Resumen.

El presente trabajo de investigación tiene como objetivo determinar el efecto de la microadición de B sobre la estructura de colada en un acero TWIP de composición base Fe-Mn-Al-Si-Cr-Ni-Cu-C-Ti. Sobre todo, se remarca la importancia de estimar la influencia combinada que ejercen tanto los elementos de aleación como de microaleación, sobre el patrón de solidificación, debido al rol que juega la composición química en estos aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) para generar cambios en la relación microestructura – propiedades mecánicas.

Para este fin, se estudiaron tres aceros, TW-0 (acero de referencia), TW-1 (acero microaleado con Ti y 180 ppm de B) y TW-2 (acero microaleado con Ti y 470 ppm de B). Inicialmente se realizaron cálculos termodinámicos para predecir la precipitación de partículas de segundas fases. Seguido de esto, las probetas antes mencionadas fueron preparadas metalográficamente y atacadas químicamente para revelar la estructura dendrítica (estructura de colada), así como para delimitar el grano austenítico. Una vez realizado lo anterior y con el uso de micrografías específicas obtenidas por microscopía óptica (MO), se realizó un estudio estadístico, el cual comprende mediciones de la longitud de los brazos dendríticos, primarios y secundarios, tanto en la zona columnar como equiaxial, así como el tamaño de grano austenítico, de las mismas zonas. Adicionalmente, se realizó un estudio de difracción de rayos-X para corroborar la fase austenítica típica de este tipo de aceros. Consecuentemente, mediante microscopia electrónica de barrido (MEB), se realizaron barridos en línea y análisis puntuales, con el fin de rastrear el grado de segregación y conocer la naturaleza de los precipitados presentes en el acero. Finalmente, se realizaron pruebas de microdureza, en las zonas columnar, de transición y equiaxial, para estimar la resistencia mecánica del material.

Con base a los resultados obtenidos, se encontró que la adición de Ti y B, tienen un efecto positivo sobre la estructura de colada. Dicho efecto mejora al incrementar el contenido de B. Los beneficios corresponden con el refinamiento de la estructura dendrítica, obteniéndose valores de longitud de brazos dendríticos primarios en la zona columnar de 766.59 μm para TW-0, 705.72 μm para TW-1 y 601.25 μm para TW-2, mientras que para la zona equiaxial fueron de 518.08 μm para TW-0, 455.77 μm para TW-1 y 304.37 μm para TW-2. Respecto a la longitud de los brazos dendríticos secundarios en la zona columnar los valores fueron de 365.85 μm para TW-0, 180.83 μm para TW-1 y 99.81 μm para TW-2, mientras que en la zona equiaxial se obtuvieron valores de 356.75 μm para TW-0, 192.80 μm para TW-1 y



118.10 μm para TW-2. En el tamaño de grano austenítico, en la zona columnar correspondió a valores de 770.09 μm para TW-0, 656.24 μm para TW-1 y 647.41 μm para TW-2, tanto que en la zona equiaxial los valores fueron de 531.86 μm para TW-0, 423.02 μm para TW-1 y 344.02 μm para TW-2. Esto indica que en los aceros TW-1 y TW-2 existe una menor longitud en los brazos dendríticos primarios y secundarios, así como un menor tamaño de grano austenítico. En consecuencia, el grado de segregación puede reducirse y, por lo tanto, disminuir la fragilidad asociada con la dureza, ya que los resultados obtenidos en el ensayo de microdureza ($\text{HV}_{0.5}$) correspondieron a 161.26 para TW-0, 146.44 para TW-1 y 156.38 para TW-2, respectivamente.

En los resultados obtenidos en los análisis puntuales por MEB, se identificó la presencia de MnS, en los tres aceros. En TW-0 también se obtuvo la presencia de TiN en las regiones interdendríticas producto de la segregación y una partícula de Mo donde este suprime la formación de carburos fragilizantes. En TW-1 se obtuvo la presencia de una partícula de C con un alto contenido de Mn, lo cual se atribuye a un carburo de manganeso, formado por el alto contenido de manganeso en la aleación. Finalmente, en TW-2 se obtuvieron la presencia de partículas de AlN y una partícula de Cu debido a la segregación.



Abstract.

The objective of this research work is to determine the effect of B microadditions on the casting structure in Fe-Mn-Al-Si-Cr-Ni-Cu-C-Ti TWIP steel as a base composition. Furthermore, it is remarked the importance in estimating the influence of alloying and microalloying elements over the as-cast structure, due to the roll of chemical composition in this kind of advanced high strength steels (AHSS) to generate changes between microstructure – mechanical properties relationship.

For this purpose, three steels were studied, TW-0 (reference steel), TW-1 (Ti-containing steel with 180 ppm of B) and TW-2 (Ti-containing steel with 470 ppm of B). Firstly, thermodynamic calculations were carried out to predict the precipitation of second phase particles. After this, the samples were prepared metallographically and chemically attacked in order to reveal the dendritic structure (as-cast structure), as well as the austenitic grain. Thus, employing specific optical micrographs (MO), a statistical study was employed, which includes the length of primary and secondary dendritic arms, as well as austenitic grain size, both in the columnar and equiaxial zones. Additionally, an X-ray diffraction study was carried out to corroborate austenitic phase typically of this kind of steels. Consequently, using electronic scanning microscope (SEM), in-line scans and punctual analyzes were performed with the aim to track segregation grade and knowing chemical nature of formed precipitates. Finally, microhardness tests were performed, in the columnar, transitional and equiaxial zones with the purpose in knowing mechanical resistance of material.

According on obtained results, it was found that the microaddition of Ti and B have a positive effect on the casting structure development. This effect increases as B content increases. The benefits correspond with dendritic structure refinement, getting primary arm length in the columnar zone of 766.59 μm for TW-0, 705.72 μm for TW-1 and 601.25 μm for TW-2, while in the equiaxial zone it was of 518.08 μm for TW-0, 455.77 μm for TW-1 and 304.37 μm for TW-2. Respect to secondary dendritic arm spacing in the columnar zone, measured values were 365.85 μm for TW-0, 180.83 μm for TW-1 and 99.81 μm for TW-2, while in the equiaxial zone it was 356.75 μm for TW-0, 192.80 μm for TW-1 and 118.10 μm for TW-2. Respect to austenitic grain size, measured values in the columnar zone correspond to 770.09 μm for TW-0, 656.24 μm for TW-1 and 647.41 μm for TW-2, so much that in the equiaxial zone it was 531.86 μm for TW-0, 423.02 μm for TW-1 and 344.02 μm for TW-2. This behavior indicates that in TW-1 and TW-2 steels there is a shorter primary and secondary dendritic arm length and austenitic grain size in both columnar



and equiaxial zones. In consequence, segregation grade phenomenon could be reduce, hence, fragilization associated with high hardness might be diminished, since obtained hardness ($HV_{0.5}$) values correspond to 161.26 for TW-0, 146.44 for TW-1 and 156.38 for TW-2, respectively.

In the results obtained by punctual analysis in SEM, it was identified the presence of MnS in the three studied TWIP steels. In TW-0 also they were identified TiN compound inside interdendritic regions as segregation product and Mo particles as an effort to suppress harmful carbides formation. In TW-1 steel it was obtained the presence of C-particle associated with a high Mn content, attributed to manganese carbide due the high Mn content in the alloy. Finally, in TW-2 steel it was identified the presence of AlN and Cu particles due to segregation phenomenon.

Índice

	<u>Pág.</u>
AGRADECIMIENTOS	i
Resumen.	ii
Abstract.	iv

CAPÍTULO I: PRESENTACIÓN.

1.1 Introducción.....	1
1.2 Objetivos.....	2
1.2.1 Objetivo general.....	2
1.2.2 Objetivos específicos.	2
1.3 Hipótesis.	3
1.4 Justificación.	3

CAPÍTULO II: ESTADO DEL ARTE.

2.1 Análisis de la microestructura de solidificación y ductilidad en caliente de un acero TWIP Fe-22Mn-0.7C.....	4
2.2 Propiedades termofísicas y defectos de solidificación en un acero TWIP Fe-22Mn-0.7C	5
2.3 Microestructura de solidificación, segregación y contracción del acero de plasticidad inducida por maclaje Fe-Mn-C mediante simulación y experimentación	6
2.4 Simulación térmica del estudio de la estructura de solidificación de un acero denso colado resistente al calor	9
2.5 Microsegregación de solidificación y ductilidad en caliente de aceros TWIP Fe-Mn-C-Al-xNb	9
2.6 El desarrollo de un nuevo acero austenítico Fe-Mn-C para aplicaciones automotrices.....	11
2.7 Determinación estadística del tamaño de dendritas en aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados y solidificados en molde metálico	14

2.8 Caracterización de la estructura de colada de aceros avanzados de alta resistencia de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) en condición de enfriamiento lento.	18
---	-----------

CAPÍTULO III: DESARROLLO EXPERIMENTAL.

3.1 Predicción termodinámica de la formación de segundas fases.	22
3.2 Caracterización metalográfica.	23
3.2.1 Preparación metalográfica.	23
3.2.2 Ataque químico	23
3.2.3 Toma de micrografías en microscopio óptico	24
3.3 Medición de la estructura de colada.	24
3.3.1 Medición de la longitud de brazos dendríticos	24
3.3.2 Medición del grano austenítico.	25
3.4 Difracción de rayos X.....	26
3.5 Microscopia electrónica de barrido (MEB)	26
3.6 Ensayo de microdureza HV_{0.5}.....	26

CAPÍTULO IV: PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.

4.1 Resultados de la predicción termodinámica de segundas fases.	28
4.2 Caracterización metalográfica de los aceros TWIP	29
4.3 Estudio estadístico de la estructura de colada	34
4.3.1 Longitud de brazo dendrítico primario columnar	34
4.3.2 Longitud de brazo dendrítico secundario columnar	37
4.3.3 Longitud de brazo dendrítico primario equiaxial	39
4.3.4 Longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial	41
4.3.5 Tamaño de grano austenítico columnar	43
4.3.6 Tamaño de grano austenítico equiaxial.	45
4.4 Difracción de rayos-X	47

4.5 Microscopia electrónica de barrido (MEB)	48
4.5.1 Barridos en línea	49
4.5.2 Analisis puntuales	52
4.6 Análisis de la microdureza	55

CAPÍTULO V: CONCLUSIONES.

5.1 Conclusiones	57
Referencias bibliográficas	59

Índice de figuras.

	<u>Pág.</u>
Figura 2.1. Estructura de colada de un acero TWIP: a) Lingote, b) Zona chill y columnar en detalle y c) Zona equiaxial en detalle.....	5
Figura 2.2. Porosidad ocasionada por la contracción del líquido remanente en un acero.	6
Figura 2.3. Simulación (izquierda) y resultados experimentales (derecha) en diferentes.....	7
Figura 2.4. Características del grano equiaxial de lingote para acero TWIP: a) altura media de la zona equiaxial y b) interfase TCE (CET)	8
Figura 2.5. Mapas de distribución elemental simulados de campo de fase de: a) C, b) Mn y c) Al para el acero.	10
Figura 2.6. Mapas de distribución simulados de campo de fase: a) Nb para el acero con Nb, b) mapa de distribución de Nb a 1641 K (1368 C) y c) concentración de Nb dependiente de la temperatura a lo largo de la línea negra dibujada a través del límites de dendrita / líquido en (b)	11
Figura 2.7. Cartografía de iso-líneas EFA en el plano de carbono-manganeso a 300 K. La transición entre el maclado y la transformación de martensita-ε como mecanismos de deformación subsidiarios para el deslizamiento por dislocación se muestra para las observaciones experimentales de Schumann y los cálculos del modelo..	12
Figura 2.8. Estructura de colada de aceros TWIP (grano austenítico y dendritas): a) TWIP-Ref., b) TWIP-Ti, c) TWIP-Ti/B, d) TWIP-V, e) TWIP-Nb y f) TWIP-Mo.	15
Figura 2.9. Tendencias promedio sobre las mediciones realizadas en los aceros TWIP: a) Longitud de brazo dendrítico primario columnar, b) Longitud de brazo dendrítico secundario columnar, c) Longitud de brazo dendrítico primario equiaxial, d) Longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial.....	17
Figura 2.10. Tendencias promedio sobre las mediciones realizadas en los aceros TWIP: a) Longitud de brazo dendrítico primario columnar, b) Longitud de brazo dendrítico secundario columnar, c) Longitud de brazo dendrítico primario equiaxial, d) Longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial, e) Largo de grano columnar, f) Ancho de grano columnar, g) Diametro promedio de grano equiaxial, h) Microdureza	19
Figura 3.1. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.	21
Figura 3.2. Interfaz de usuario en el software JMatPro.	22
Figura 3.3. Arreglo de la matriz para la toma de micrografías.....	24
Figura 3.4. Mediciones realizadas en la zona dendrítica.	25
Figura 3.5. Mediciones realizadas de tamaño de grano austenítico.	25

Figura 3.6. Microscopio electrónico de barrido JEOL NeoScope JCM-6000Plus.	26
Figura 3.7. Microdurómetro NOVOTEST TC-MCV-1A.....	27
Figura 4.1. Compuestos de equilibrio termodinámico y comportamiento de transformación de fase en los aceros TWIP estudiados calculado por JMatPro: a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.....	29
Figura 4.2. Estructura de colada de los aceros TWIP: a) TW-0, b) TW-1, c) TW-2.....	30
Figura 4.3. a) Estructura de colada columnar de TW-0, b) Estructura de colada equiaxial de TW-0, c) Estructura de colada columnar de TW-1, d) Estructura de colada equiaxial de TW-1, e) Estructura de colada columnar de TW-2, f) Estructura de colada equiaxial de TW-2.....	31
Figura 4.4. Estructura de colada mediante microscopía electrónica de barrido los aceros TWIP: a), b) TW-0, c), d) TW-1 y e), f) TW-2.. ..	32
Figura 4.5. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico primario columnar. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.	36
Figura 4.6. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico secundario columnar. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.	39
Figura 4.7. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico primario equiaxial. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.....	41
Figura 4.8. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2	43
Figura 4.9. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal del tamaño de grano austenítico columnar. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.....	45
Figura 4.10. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal del tamaño de grano austenítico equiaxial a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2	47
Figura 4.11. Patrones de difracción de los aceros TWIP: a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.	48
Figura 4.12. Resultados del barrido en línea realizado en TW-0, a-b) Zona 1, c-d) Zona 2.....	50
Figura 4.13. Resultados del barrido en línea realizado en TW-1, a-b) Zona 1, c-d) Zona 2.....	50
Figura 4.14. Resultados del barrido en línea realizado en TW-1, a-b) Zona 1, c-d) Zona 2.....	51
Figura 4.15. a) Precipitados presentes de MnS, TiN y Mo en TW-0 con su respectivo difractograma, b) MnS, c) TiN y d) Mo.....	53
Figura 4.16. a) Precipitados presentes de MnS y C en TW-1 con su respectivo difractograma, b) MnS, c) C ...	54
Figura 4.17. a) Precipitados presentes de MnS, AlN y Cu presentes en TW-2 con su respectivo difractograma, b) MnS, c) AlN y d) Cu.....	55

Índice de tablas.

	<u>Pág.</u>
Tabla 2.1. Resumen estadístico de microdureza en brazos primarios de la zona columnar, de transición y equiaxial... ..	16
Tabla 2.2. Estimación de la resistencia mecánica de los aceros TWIP.. ..	20
Tabla 3.1 Composición química de los aceros TWIP.	22
Tabla 3.2 Agente químico utilizado para el ataque.	23
Tabla 3.3 Parámetros utilizados para la medición de microdureza HV _{0.5}	27
Tabla 4.1 Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico primario columnar.	35
Tabla 4.2 Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico secundario columnar..	37
Tabla 4.3 Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico primario equiaxial.	40
Tabla 4.4 Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico secundario equiaxial.	42
Tabla 4.5 Resumen estadístico del tamaño de grano austenítico columnar.....	44
Tabla 4.6 Resumen estadístico del tamaño de grano austenítico equiaxial.	46
Tabla 4.7 Resumen estadístico de la microdureza.....	56

CAPÍTULO I

PRESENTACIÓN



1.1 Introducción.

Actualmente, para la fabricación de autopartes estructurales, la industria automotriz emplea variedades de grados de aceros, siendo los más importantes los aceros de bajo carbono (mild steels), aceros endurecidos por recocido (Bake hardened steels), aceros endurecidos por solución sólida (solid solution strengthened steels) y aceros de alta resistencia baja aleación (high strength low alloy steels). Sin embargo, dentro de la mejora continua se encuentra garantizar la seguridad de los usuarios durante accidentes y reducir el consumo de combustible, por lo que los nuevos desafíos se enfocan en el diseño y selección de nuevos materiales que ayuden a alcanzar dichos requerimientos. Es aquí donde el uso de aceros avanzados de alta resistencia, AHSS (Advanced High Strength Steels, por sus siglas en inglés), representan ser una muy buena opción [1].

Estos aceros son el producto del desarrollo en conjunto de los proyectos "Carrocerías ultraligeras de acero para automóviles", ULSAB (Ultralight Steel Auto Body, por sus siglas en inglés) y "Conceptos avanzados para vehículos", AVC (Advanced Vehicles Concepts, por sus siglas en inglés); que son auspiciados por 35 empresas fabricantes de aceros a nivel mundial, las cuales centran sus esfuerzos en los conceptos de diseño de bajo peso y en el uso extensivo de los aceros AHSS, que representan ser la clave en el diseño de componentes de menor peso [2].

Dentro de las innovaciones en este tipo de aceros AHSS, se encuentra un tipo de acero, de fase austenítica estable a temperatura ambiente, de plasticidad inducida por maclaje, conocidos como aceros TWIP (TWinning Induced Plasticity, por sus siglas en inglés), que presentan un alto contenido de manganeso, entre 17-30% en peso. Este tipo de aceros revelan un gran potencial para su aplicación en componentes estructurales automotrices debido a su excelente combinación de resistencia y ductilidad; es decir, presentan la habilidad para resistir grandes cargas y mantener severas deformaciones sin fallar. En este mismo sentido, pueden existir otras áreas potenciales de aplicación en el transporte, producción del petróleo y construcción [3]. De tal manera que dichas propiedades mecánicas quedan definidas por el maclado del grano austenítico, donde la formación de finas maclas resulta en obstáculos extras para el movimiento libre de las dislocaciones. Este mecanismo de deformación está dominado por la Energía de Falla de Apilamiento (EFA) o SFE (Stacking Fault Energy, por sus siglas en inglés), la cual está regida principalmente por la composición química y la temperatura; valores de la EFA del orden de 20-50 mJ/m^2 favorecen dicho mecanismo [4].



Los principales elementos de aleación en los aceros TWIP son el Mn, C, Al y Si, los cuales ayudan a alcanzar la EFA dentro del rango deseado y a estabilizar la fase austenítica [5]. Y, elementos de microaleación, tales como el Ti, B, V y Nb, incrementan la resistencia mecánica a través de un mecanismo de endurecimiento por precipitación [6].

Sin embargo, uno de los tantos inconvenientes de estos aceros es la estructura de colada altamente segregada, derivada por el alto contenido tanto de Mn como de Si, principalmente [7]. Así, el tema de la solidificación y de la evolución de la microestructura (morfología dendrítica y tamaño de grano austenítico) representan una limitante respecto de la ocurrencia de diversos fenómenos suscitados durante su conformado mecánico.

1.2 Objetivos.

1.2.1 Objetivo general.

Determinar el efecto de la microadición de 180 y 470 ppm de B sobre el patrón de la estructura de colada en un acero TWIP de composición base Fe-Mn-Al-Si-Cr-Ni-Cu-C-Ti.

1.2.2 Objetivos específicos.

- 1) Calcular teóricamente la susceptibilidad de precipitación de partículas de segunda fase en función de la composición química del acero TWIP microaleado 180 y 470 ppm de B.
- 2) Determinar las fases presentes en condición de colada en el acero TWIP microaleado 180 y 470 ppm de B mediante difracción de rayos-X.
- 3) Medir la longitud de los brazos dendríticos primarios y secundarios, además del tamaño de grano austenítico, tanto en la zona columnar como en la equiaxial, en el acero TWIP con 180 y 470 ppm de B.
- 4) Medir la microdureza en la zona columnar, de transición y equiaxial, en el acero TWIP microaleado con 180 y 470 ppm de B.
- 5) Determinar el grado de segregación interdendrítica en el acero TWIP microaleado con 180 y 470 ppm de B mediante microscopía electrónica de barrido.
- 6) Identificar las partículas precipitadas en el acero TWIP microaleado con 180 y 470 ppm de B mediante microscopía electrónica de barrido.



1.3 Hipótesis.

La microadición en conjunto de los elementos químicos Ti y B en el acero TWIP producirá la nucleación de más granos del tipo equiaxial en la estructura de colada, a través de un efecto tipo inoculante, con lo cual se motivará el refinamiento del tamaño de grano austenítico, además de la reducción de la zona columnar. De esta manera, se espera reducir la componente de fragilidad asociada a la alta segregación interdendrítica característica en estos aceros, afectando sobre todo durante las etapas subsecuentes de conformado mecánico (por ejemplo, deformación plástica en caliente y en frío).

1.4 Justificación.

La estructura de solidificación de aceros con alto contenido de Mn es controlada por las condiciones de colada, involucrándose otras variables tales como la adición de los elementos de aleación y microaleación, temperatura de colada, cantidad de masa a colar, características de los moldes, etc. En estas condiciones, el control de la temperatura de vaciado es uno de los métodos más apropiados para controlar la estructura de grano (columnar y equiaxial) de las fundiciones de acero con alto contenido de Mn. Sin embargo, heterogeneidades acompañan a dicha estructura de colada a nivel interdendrítico, y puede entorpecer las subsiguientes etapas de procesamiento del acero, al generar fragilidad.

Una forma de mitigar dichas heterogeneidades es a través de la adición de elementos microaleantes tales como V, Mo, Nb, Ti y B, que actúan como centros de nucleación de cristales mediante un mecanismo de inoculación, además de que contribuyen al mejoramiento de las propiedades mecánicas. Así, se presenta una interacción compleja entre el endurecimiento por solución sólida, precipitación, dislocaciones y refinamiento del grano [8,9].

En función del grado de conocimiento que se tiene en la actualidad acerca del papel que juega la química en los aceros TWIP, se ha observado que la microadición en conjunto de Ti y B, genera comportamientos interesantes en la relación microestructura – propiedades mecánicas, con grandes expectativas en la industria automotriz. No obstante, pocos son los trabajos que abordan estudios centrados en el ajuste químico, sobre todo por encarecer el precio del acero. Es por ello que en la presente propuesta de tema de investigación, se pretende estudiar el efecto de la microadición de Ti y B sobre el desarrollo de la estructura de colada en un acero TWIP.

CAPÍTULO II

ESTADO DEL ARTE



2.1 Análisis de la microestructura de solidificación y ductilidad en caliente de un acero TWIP Fe-22Mn-0.7C.

En este trabajo, Lan y col. [10] estudiaron las características y evolución de la estructura de colada de un acero TWIP con composición base Fe-22Mn-0.7 C. Lingotes de este material fueron producidos en un horno de fusión por inducción al vacío en atmósfera de argón. En general obtuvieron la estructura típica de colada, compuesta por una zona equiaxial, columnar y Chill, como se muestra en la **Figura 2.1**.

Se analizaron 6 zonas del lingote, el tamaño de grano correspondiente a la zona 1, 2 y 3, fue de 1 a 2 mm, mientras en la zona 4 fue de 3 a 5 mm. Es ampliamente conocido que un subenfriamiento grande es beneficioso para mejorar la velocidad de nucleación, que conduce a una estructura de grano fino en la capa superficial. La transferencia de calor bidimensional y el contacto cercano con el molde en la región 4 fueron las contribuciones para obtener un subenfriamiento más profundo.

La dendrita primaria debe crecer paralela al flujo de extracción de calor en todas las piezas fundidas durante la solidificación. Debido al efecto de aislamiento de la parte superior caliente, la dirección del crecimiento de la dendrita no era completamente horizontal, sino un poco hacia arriba, como se muestra en las regiones 2, 3, 5 y 6. La separación de brazos de las dendritas primarias (PDAS) fue de aproximadamente 1 a 2 mm en las regiones 2, 3 y 4, pero de aproximadamente 3 a 4 mm en la región 1.

Se obtiene un flujo de calor más bajo en la región 1 debido al efecto de aislamiento en el parte superior caliente comparado con el de las regiones 2, 3 y 4. El aumento de la velocidad de solidificación desde la parte superior caliente al fondo conduce al aumento obvio de PDAS de abajo hacia arriba, suponiendo que los valores del gradiente de temperatura dentro de toda la zona de dendrita son casi los mismos.

Además, se formaron espacios de aire (GAP) entre el lingote y el molde debido a la contracción de la solidificación, que tuvo un efecto significativo en el gradiente de temperatura y la velocidad de solidificación, lo que determinó la transición equiaxial a columnar (TEC).

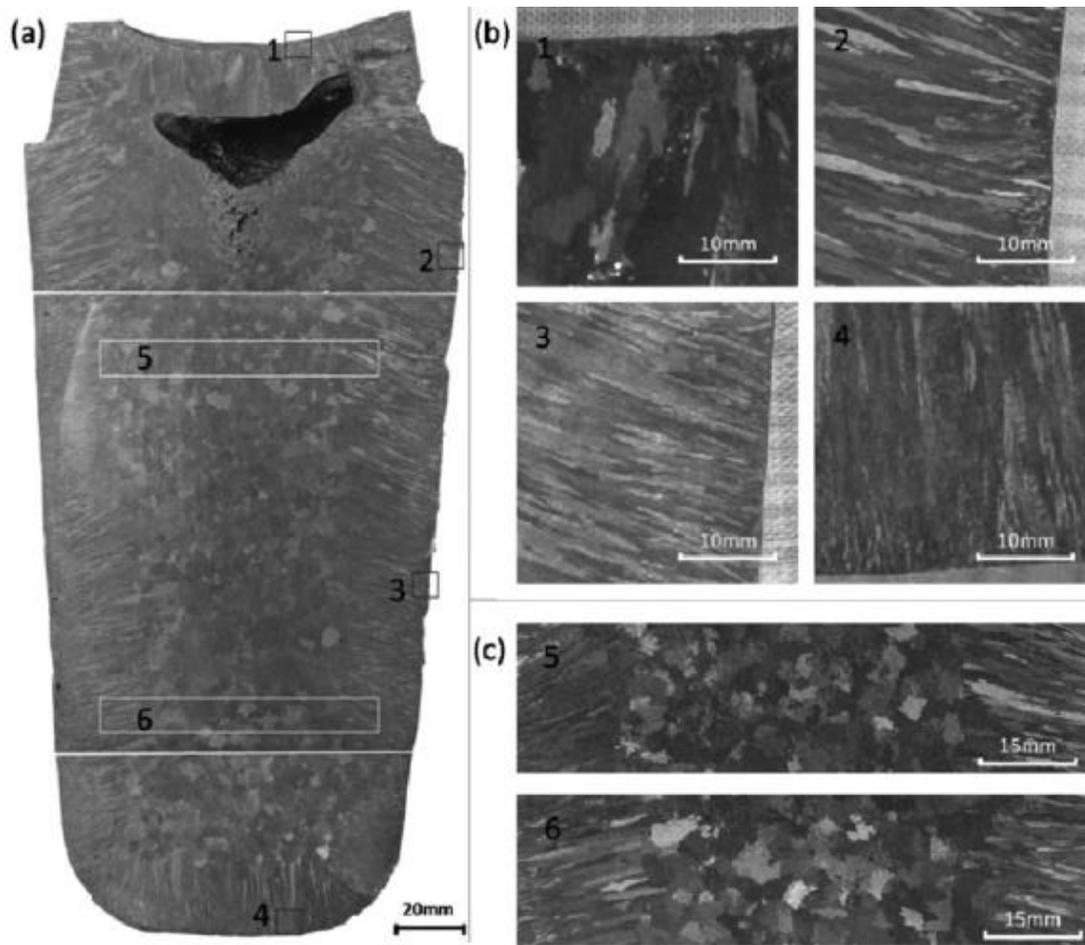


Figura 2.1. Estructura de colada de un acero TWIP: a) Lingote, b) Zona chill y columnar en detalle y c) Zona equiaxial en detalle [10].

2.2 Propiedades termofísicas y defectos de solidificación en un acero TWIP Fe-22Mn-0.7C.

Lan y Zhang [11], en el año 2015 estudiaron las propiedades termofísicas y los defectos de solidificación del acero de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) Fe – Mn – C comparando estas propiedades con un acero al carbono Q235 y dos aceros inoxidables 304 y J4.

En los resultados obtenidos la conductividad térmica del acero Fe – 22Mn – 0.7C es la más baja en comparación con la del acero al carbono Q235 y los aceros inoxidables 304 y J4. En cambio, el coeficiente de expansión térmica más alto es el del acero TWIP, donde es probable que se produzcan grietas internas debido a la tensión térmica extremadamente grande durante el enfriamiento y el calentamiento.



Se observó que el manganeso y el carbono eran propensos a segregarse cerca de los límites de grano, donde había altas concentraciones de manganeso y carbono. Por otro lado, la relación de segregación de un soluto aumentó con el incremento de la concentración de otro elemento. Se demostró que la relación de segregación de Mn/C aumentó con el incremento de la concentración de la relación C/Mn. En microescala, el efecto interactivo del manganeso y el carbono fue bastante notable en la promoción de la segregación durante la solidificación. El espacio de la zona blanda se amplió cuando uno de los elementos del soluto se segregó, lo que condujo al aumento del tiempo de solidificación local, lo que posteriormente resultó en la ampliación de la segregación de otro soluto.

El acero TWIP presenta porosidad debida a la contracción del líquido remanente (ver **Figura 2.2**). Para mejorar la homogeneidad del acero TWIP durante la fundición, se recomienda combinar la aplicación de tecnología de control, como la disminución de la temperatura de trabajo del acero, la intensidad descendente del enfriamiento del agua y la utilización de agitación electromagnética.

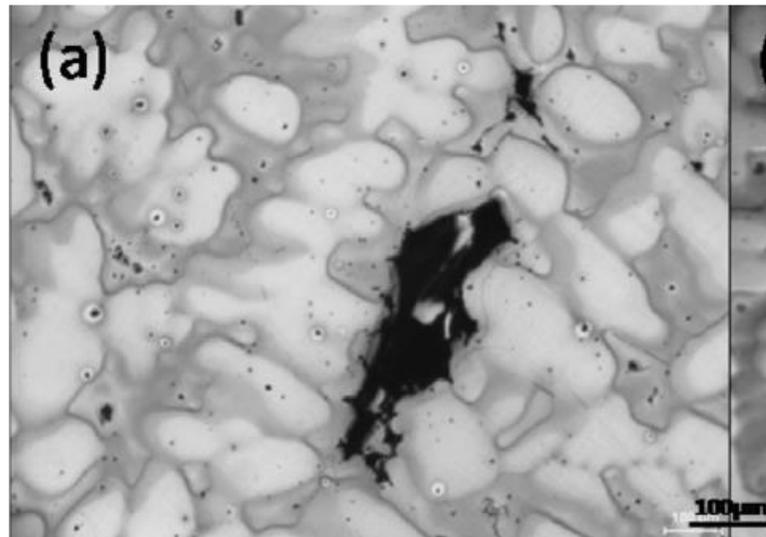


Figura 2.2. Porosidad ocasionada por la contracción del líquido remanente en un acero TWIP [11].

2.3 Microestructura de solidificación, segregación y contracción del acero de plasticidad inducida por maclaje Fe-Mn-C mediante simulación y experimentación.

Lan y col. [12] en el año 2016 investigaron el desarrollo de la microestructura en condición de colada de un acero TWIP Fe-Mn-C, en el que se describen cuantitativamente la morfología de los granos y la evolución de la

microestructura. Los alcances de estudio se enlistan como: (1) autómatas celulares de elementos finitos (CAFE) modelado con el flujo de calor, y el comportamiento de transferencia de soluto, junto con la nucleación de granos que fue desarrollado para la predicción del crecimiento dendrítico; (2) el efecto de flujo de calor y la transferencia de soluto en la fase líquida en la microestructura de solidificación de Fe-22Mn-0.7C (% en peso), (3) la transición columnar a equiaxial (TCE) durante la solidificación matemáticamente cuantificado y, (4) una nueva metodología para determinar la ubicación TCE en la cual se desarrolló una estrategia de diseño de composición para alta aleación de acero TWIP Fe-Mn-C de acuerdo con la microestructura de solidificación (ver **Figura 2.3**).

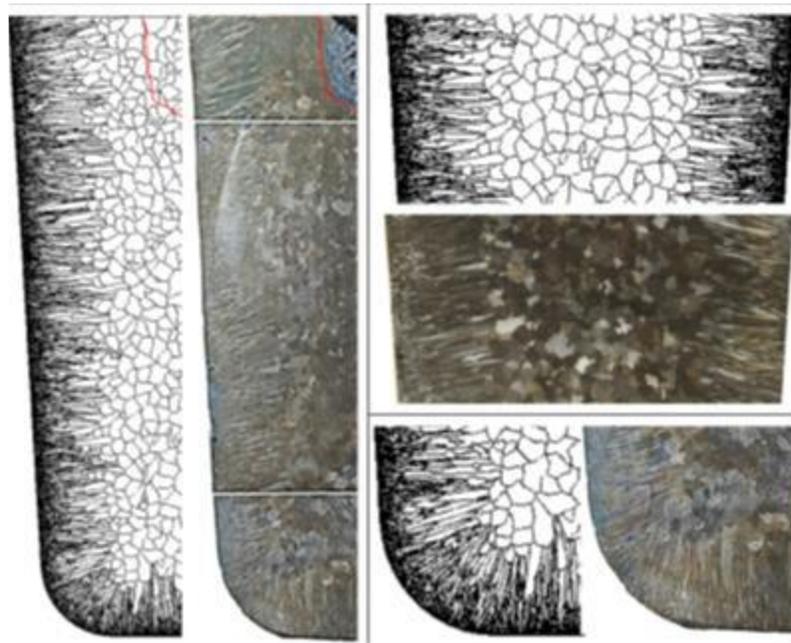


Figura 2.3. Simulación (izquierda) y resultados experimentales (derecha) en diferentes zonas [12].

Los resultados obtenidos fueron un modelo de elemento finito de autómatas celulares 3D con acoplamiento completo de transferencia de calor, flujo y solutos que incorpora la nucleación y el crecimiento del grano de solidificación para un sistema multicomponente. Observando que el proceso de solidificación pronosticado, la porosidad por contracción, la macrosegregación, la orientación del grano y la evolución de la microestructura del acero de plasticidad inducida por el maclado (TWIP) Fe-22Mn-0.7C coincidía bien con la observación y medición experimental.

Compararon numéricamente los efectos del flujo y la transferencia de solutos en la fase líquida sobre la microestructura de solidificación del acero TWIP Fe-22Mn-0.7C. Encontrando que la convección térmica disminuye el gradiente de temperatura en el acero líquido, lo que lleva a la ampliación de la zona equiaxial. El enriquecimiento de solutos frente al interfaz sólido / líquido debilita la convección térmica, lo que resulta en un pequeño aplazamiento de la transición columnar a equiaxial (TCE). El comportamiento de la TCE del acero Fe-Mn-C TWIP durante la solidificación fue completamente descrito y cuantificado matemáticamente por primera vez por las estadísticas de morfología de grano. Se estableció una nueva metodología para determinar la ubicación TCE mediante regresión lineal del tamaño medio del grano con aritmética de mínimos cuadrados, mediante la cual se desarrolló una estrategia de diseño de composición para el acero Fe-Mn-C TWIP de acuerdo con la microestructura de solidificación, la compacidad de la matriz y la homogeneidad (ver **Figura 2.4**).

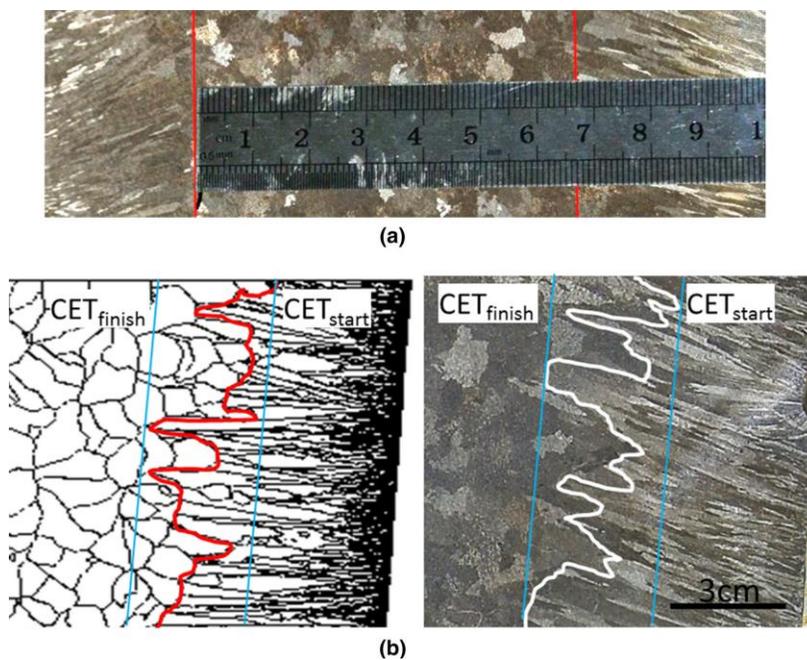


Figura 2.4. Características del grano equiaxial de lingote para acero TWIP: a) altura media de la zona equiaxial y b) interfase TCE [12].



2.4 Simulación térmica del estudio de la estructura de solidificación de un acero denso colado resistente al calor.

Wang y col. [13] reprodujeron los procesos de enfriamiento y solidificación de una fundición ferrítica de válvula de acero resistente al calor (FHRS) CB2 mediante el estudio del comportamiento de solidificación de tres unidades típicas a través de un método de simulación térmica. Los resultados indican que los tipos de fundición sin refrigeración tienen la distribución más desigual de solutos y dureza, mientras que los tipos de fundición en los que las partes se solidifican por refrigeración son mucho más uniformes. Los grados de macro segregación de B, C, Nb, P, Cr, Mo, Si, V y Mn disminuyen gradualmente durante la fundición del acero ferrítico resistente al calor CB2. De ellos, B, C, Nb y P son solutos propensos a la segregación. Las tendencias de macro segregación de Cr, Mo, Si, V y Mn son relativamente pequeñas.

Otros estudios sobre la última porción de solidificación de muestras tomadas por micro sonda electrónica revelan que precipitados de gran tamaño como MnS y NbxC se forman fácilmente debido al enriquecimiento de solutos, y los tamaños de estos precipitados se distribuyeron de docenas a cientos de micrómetros.

La dureza de la fundición aumentó gradualmente de la superficie al centro. La dureza en el centro era casi el doble que el valor en la superficie. La dureza varió notablemente en diferentes partes de la fundición, debido a la diferencia en la macro segregación, que depende en gran medida de la velocidad de enfriamiento. Las partes cercanas al molde tenían una alta velocidad de enfriamiento, lo que suprimía la macro segregación de los solutos, lo que conducía a una distribución más homogénea de la dureza.

La base de la fundición tenía una velocidad de enfriamiento baja y un gradiente de temperatura pequeño, lo que ayudó con el enriquecimiento de solutos, lo que condujo a una macrosegregación severa en el extremo de solidificación. La velocidad de enfriamiento de las posiciones cercanas a los moldes fue alta, lo que resultó en la formación de dendritas finas. Las dendritas se cruzan entre sí para inhibir la migración de los solutos. Como resultado, las distribuciones de la composición son homogéneas en estas posiciones.

2.5 Microsegregación de solidificación y ductilidad en caliente de aceros TWIP Fe-Mn-C-Al-xNb.

Kim y col. [14] estudiaron la influencia de la adición de Nb en las microestructuras de fundición y las propiedades mecánicas a alta temperatura de los aceros TWIP Fe-Mn-C-Al-xNb analizaron dos aceros uno de referencia sin Nb y otro con Nb, mediante el modelado de fase de campo y experimentos. Las simulaciones de

campo de fase mostraron que Mn, Nb y C están enriquecidos en regiones interdendríticas mientras que Al se enriquece en regiones dendríticas durante el proceso de solidificación de los aceros TWIP investigados (ver Figuras 2.5 y 2.6).

Tanto las simulaciones de campo de fase como la caracterización microestructural muestran que los precipitados de NbC están presentes preferentemente cerca de los límites interdendríticos. La adición de Nb reduce ligeramente la ductilidad en caliente del acero investigado a 1173 K (900 C), mientras que los aceros TWIP añadidos con Nb muestran una mejor ductilidad en caliente que el acero de referencia para temperaturas de deformación superiores a 1373 K (1100 C). Los precipitados de NbC y las distancias interdendríticas parecen ser las variables más importantes que afectan el comportamiento de ductilidad en caliente de los aceros TWIP investigados.

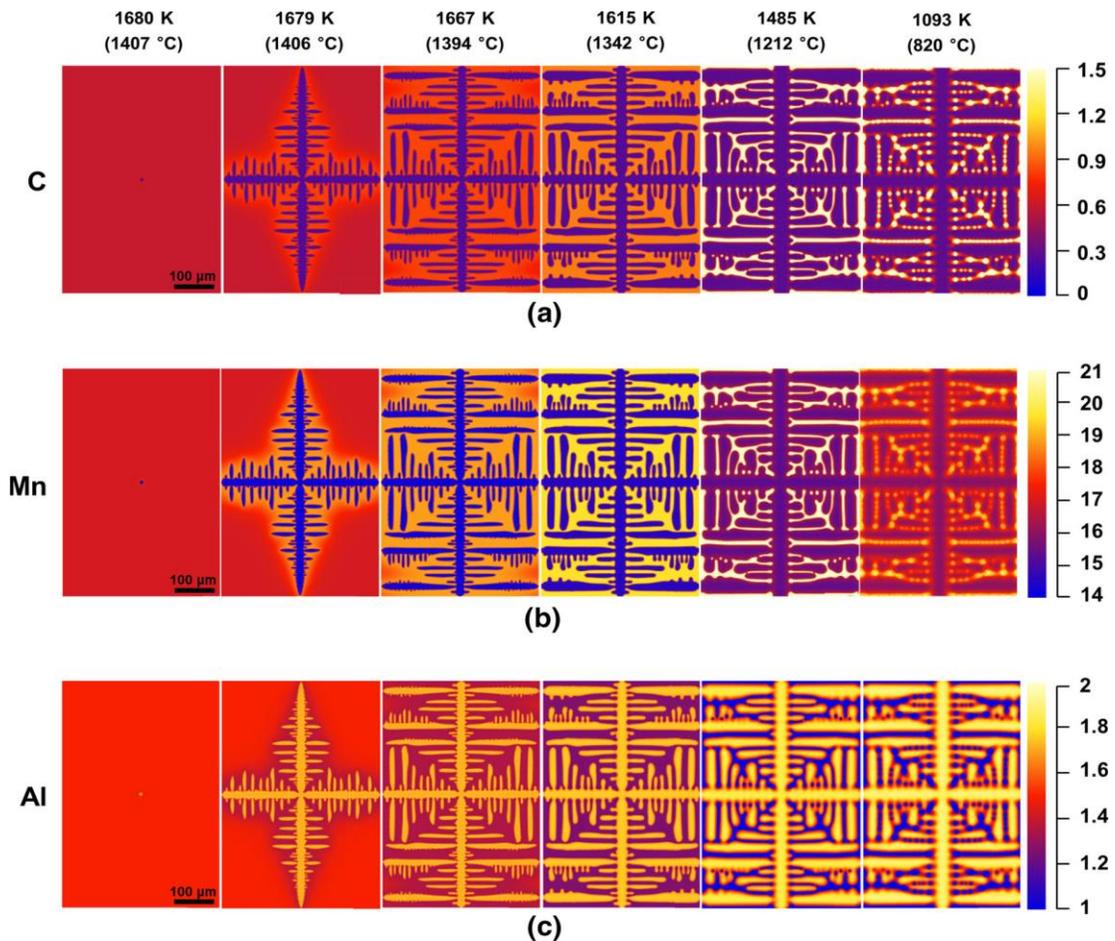


Figura 2.5. Mapas de distribución elemental simulados de campo de fase de: a) C, b) Mn y c) Al para el acero de referencia libre de Nb [14].

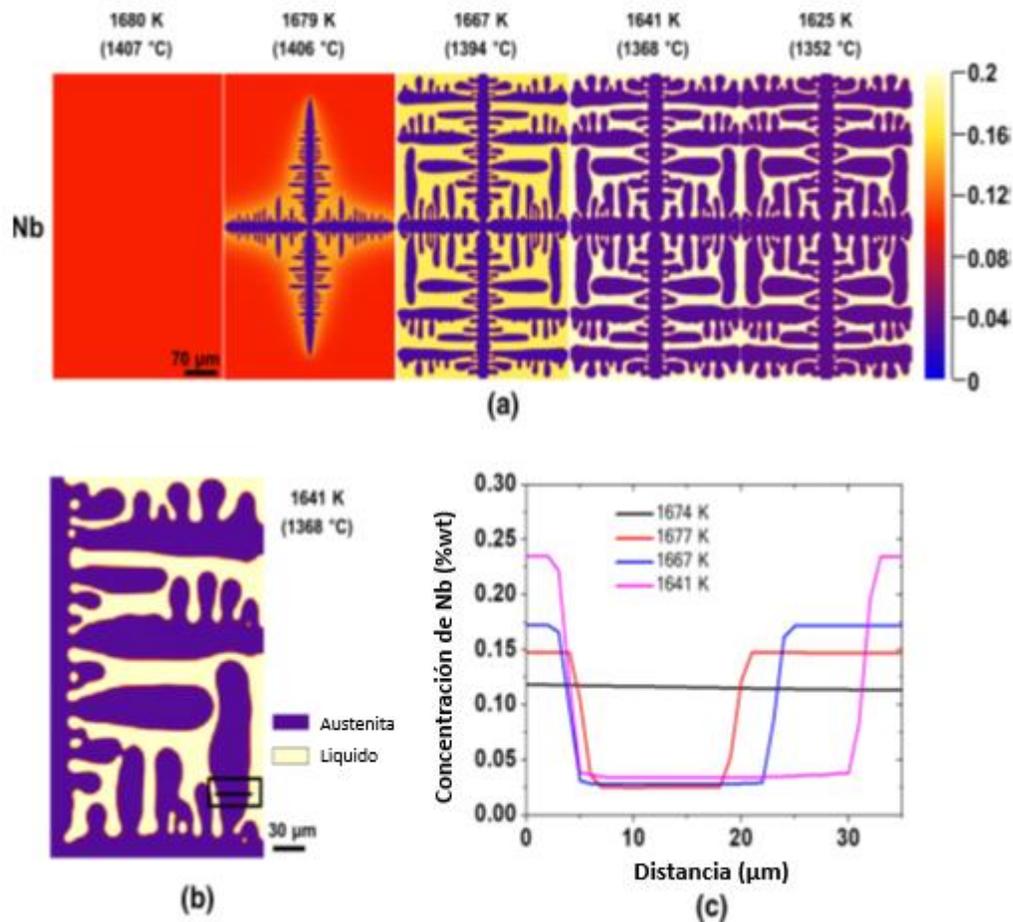


Figura 2.6. Mapas de distribución simulados de campo de fase: a) Nb para el acero con Nb, b) mapa de distribución de Nb a 1641 K (1368 C) y c) concentración de Nb dependiente de la temperatura a lo largo de la línea negra dibujada a través del límite de dendrita / líquido en (b) [14].

2.6 El desarrollo de un nuevo acero austenítico Fe-Mn-C para aplicaciones automotrices.

Scott y col. [15] desarrollaron un mapa EFA en el plano carbono-manganeso a 300 K (ver **Figura 2.7**) calculado por su modelo. Superponiendo el límite que limita la transformación de martensita- ϵ y los dominios de maclado en pruebas de tracción del diagrama de Schumann. En la **Figura 2.7** se muestra un contorno de EFA a 18 mJ/m^2 calculado por el modelo, este contorno es significativo ya que un estudio de la literatura reveló que es la energía crítica para la transformación de martensita- ϵ en las pruebas de tracción. Es decir, si una composición de aleación ternaria de Fe-Mn-C dada y la temperatura de prueba de tracción son tales que la EFA calculada por el modelo es mayor que 18 mJ/m^2 , entonces no ocurrirá transformación de martensita- ϵ . Por debajo de este valor, se puede observar la formación de martensita- ϵ si las condiciones experimentales, y en

particular la tensión total aplicada, son suficientes. La correspondencia entre este límite calculado y el límite de Schumann obtenido experimentalmente (a 300 K) es buena. La gran ventaja del cálculo del modelo es que el dominio del maclado ahora se puede determinar a todas las temperaturas. Esto les permitió determinar un rango estrecho de composiciones de Fe- (17-23) Mn- (0.5-0.7) C de interés para estudiar. Estudiando en el artículo un acero con composición, Fe-22Mn-0.6C, (indicada por la estrella en la **Figura 2.7**) que es austenítica a todas las temperaturas optimizando el efecto TWIP durante el esfuerzo a temperatura ambiente.

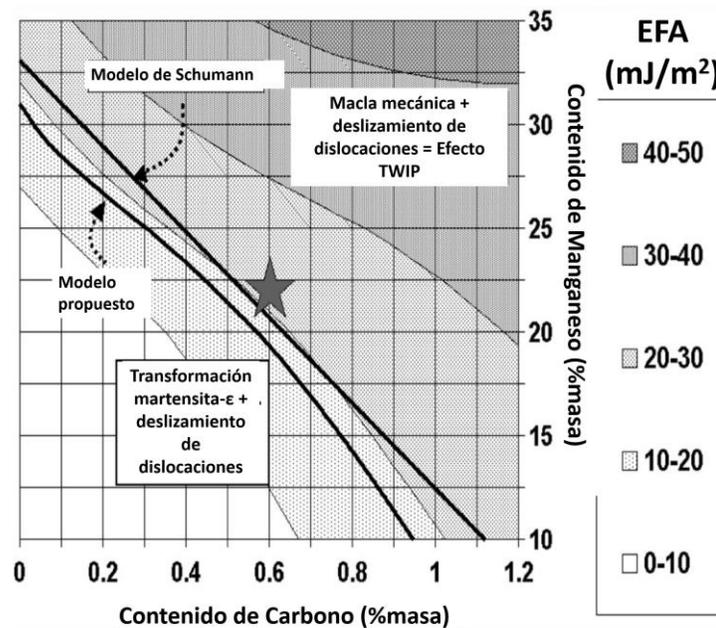


Figura 2.7. Cartografía de iso-líneas EFA en el plano de carbono-manganeso a 300 K. La transición entre el maclado y la transformación de martensita-ε como mecanismos de deformación subsidiarios para el deslizamiento por dislocación se muestra para las observaciones experimentales de Schumann y los cálculos del modelo [15].

En los resultados que encontraron fue que independientemente del tamaño del grano: (i) el alargamiento uniforme más alto ocurre a temperatura ambiente (donde la tasa de endurecimiento por deformación n es más alta, $n > 0.4$); (ii) el UTS más alto se encuentra a bajas temperaturas, pero con alargamientos totales más bajos y (iii) se producen alargamientos uniformes bajos y resistencias a la tracción a temperaturas superiores a 500 K. Por otro lado, el UTS depende tanto de la velocidad de endurecimiento por deformación como de la activación



térmica del movimiento de dislocación, como lo demuestra el aumento del límite elástico con la disminución de la temperatura.

Para temperaturas superiores a 500 K, la EFA es lo suficientemente alto como para suprimir el maclado y el único mecanismo de deformación activo es el deslizamiento de dislocaciones. Dado que los efectos de endurecimiento a esta temperatura se limitan a las interacciones entre dislocaciones, las tasas de endurecimiento por deformación se reducen y el cuello difuso aparece rápidamente. Esto provoca una disminución del alargamiento uniforme y el UTS se degrada.

A bajas temperaturas, la EFA disminuye de tal manera que la formación de martensita- ϵ reemplaza el maclado mecánico como mecanismo de deformación subsidiaria. Las plaquetas de martensita- ϵ también actúan como obstáculos para las dislocaciones, por lo que todavía son posibles altas tasas de endurecimiento. Sin embargo, el deslizamiento por dislocación es difícil a esta temperatura y, en consecuencia, el endurecimiento es menos efectivo. La velocidad de endurecimiento por deformación es menor que a temperatura ambiente y disminuye el alargamiento total.

Una ventaja de los aceros con alto contenido de manganeso es que no hay cambio de fase alotrópico a considerar durante la etapa de laminado en caliente y bobinado y el metal no es particularmente susceptible a problemas de forjabilidad. Esto significa que, además de lograr la reducción de espesor requerida, los parámetros de laminado en caliente solo necesitan ajustarse para asegurar una recristalización completa y suprimir la formación de carburo durante el enrollado.

Las altas concentraciones de carbono en los aceros pueden conducir teóricamente a la precipitación de carburos de hierro y, en ciertas circunstancias, a la formación de fases perlíticas que contienen cementita y ferrita. Esto no es deseable por dos razones principales: (i) cualquier carbono presente en precipitados disminuirá la concentración en solución sólida y por lo tanto disminuirá la EFA; (ii) la cementita precipitada en los límites del grano tiene un efecto perjudicial sobre la tenacidad del material.

La gran mayoría de los carburos son ortorrómbicos $(\text{FeMn})_3\text{C}$ con varias concentraciones (> 30% en peso) de manganeso sustituido dependiendo del tratamiento térmico.



La gran brecha de solidificación de las aleaciones X-IPTM1000 crea fuertes efectos de microsegregación. Con respecto a las concentraciones máximas y mínimas de C y Mn, el paso de laminado en frío y el recocido, reduce ligeramente la dispersión de carbono, pero no de Mn.

Las fluctuaciones en la concentración local de estos elementos son lo suficientemente altas como para esperar fuertes variaciones en la EFA y, por lo tanto, en el modo de deformación. Evidentemente, el grado de modulación de EFA dependerá de si el C y el Mn, que se segregan conjuntamente durante la solidificación, permanecen co-segregados después del recalentamiento y el recocido debido a la fuerte atracción de C-Mn en la solución sólida. De hecho, la distancia entre los máximos de segregación es inferior a $1\ \mu\text{m}$, y cada grano está atravesado por varias de esas bandas.

2.7. Determinación estadística del tamaño de dendritas en aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados y solidificados en molde metálico.

Villanueva-Pérez [16] realizó el análisis estadístico del tamaño de dendritas en aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados con Ti, Ti/B, V, Nb y Mo con una composición química base Fe-20Mn-1.5Al-1.5Si-0.45C, y solidificados bajo una condición de enfriamiento rápido en molde metálico.

En los resultados que obtuvo se encuentra que el reactivo de Glyceregia, a una concentración del 10%, es la solución de microataque más apropiada para revelar la microestructura del patrón de solidificación de los diferentes aceros TWIP. Esta solución le permitió disolver de mejor manera las zonas segregadas, observando detalladamente la morfología de las dendritas. Además, identifico una estructura dendrítica típica de solidificación, consistiendo de una zona de granos Chill, una zona de granos columnares y una zona de granos equiaxiales (ver **Figura 2.8**).

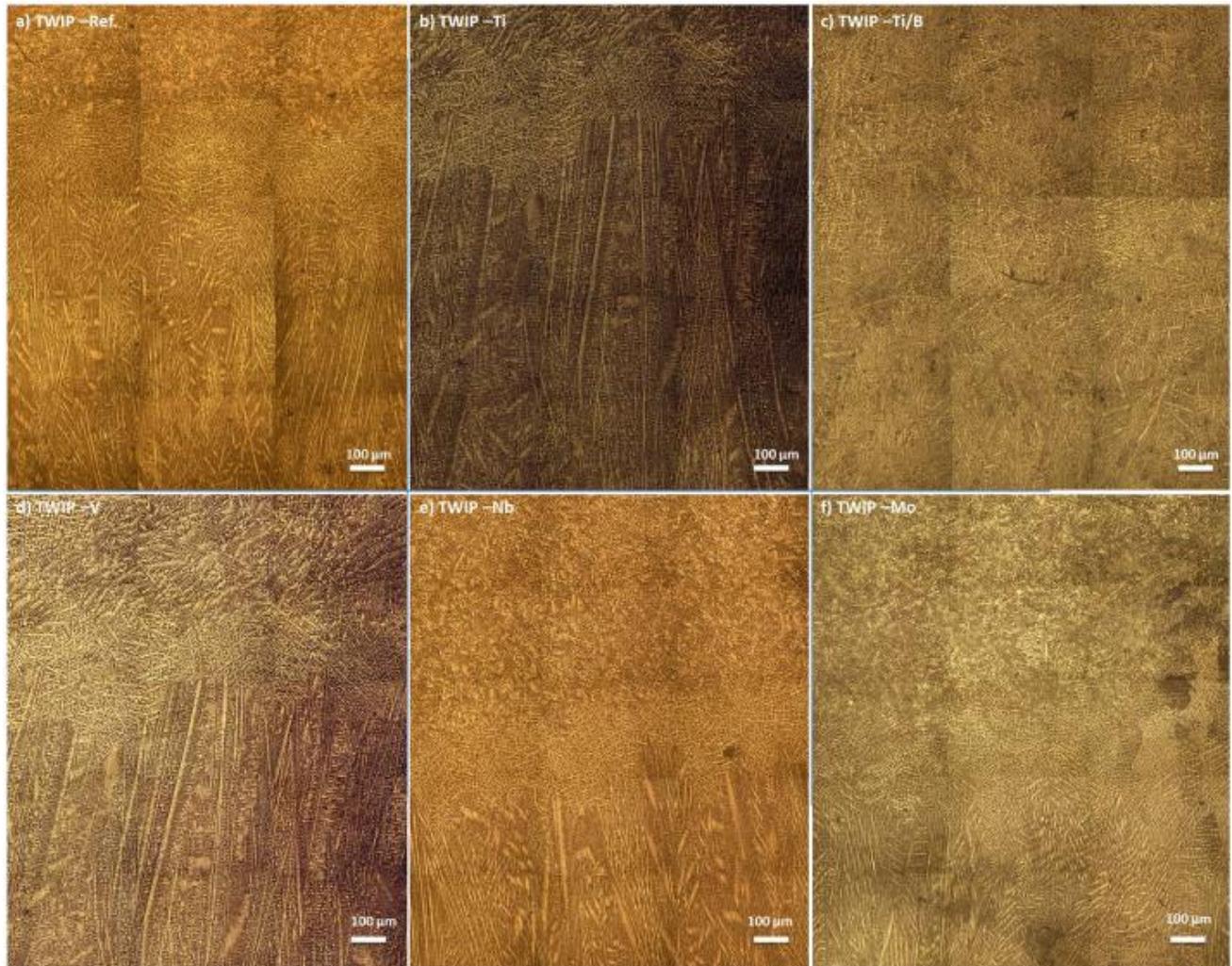


Figura 2.8. Estructura de colada de aceros TWIP (grano austenítico y dendritas): a) TWIP-Ref, b) TWIP-Ti, c) TWIP-Ti/B, d) TWIP-V, e) TWIP-Nb y f) TWIP-Mo [16].

De manera general, en el ensayo de microdureza (ver **Tabla 2.1.**) obtuvo valores moderados de 176.8 a 186.8 HV_1 en la zona dendrítica columnar, valores altos de 179.2 a 192.2 HV_1 en la zona de transición columnar-equiaxial y valores bajos de 168.0 a 180.4 HV_1 en la zona equiaxial. Este comportamiento se atribuyó a que, durante la solidificación rápida, en las diferentes zonas del lingote, se encuentra un diferente reparto de elementos de soluto (microsegregación). Para el acero TWIP microaleado con V obtuvo valores de microdureza aparentemente más homogéneos, lo cual se traduce en mejores propiedades mecánicas durante la deformación plástica en caliente. En el caso contrario, si se tiene valores de microdureza más dispersos entre las zonas del lingote, el material se fragilizará, como es el caso del acero TWIP de referencia. Por lo tanto, la



adición de elementos microaleantes (Ti, B, V, Nb y Mo) ayudan a incrementar el endurecimiento del material, ya sea por efecto soluto o por precipitación.

Tabla 2.1. Resumen estadístico de microdureza en brazos primarios de la zona columnar, de transición y Equiaxial [16].

Acero TWIP	Zona Columnar (Promedio microdureza, HV ₁)	Desviación estándar	Zona de Transición (Promedio microdureza, HV ₁)	Desviación estándar	Zona Equiaxial (Promedio microdureza, HV ₁)	Desviación estándar
TW-Ref.	186.8	7.80	189.6	2.79	174.2	3.34
TW-Ti	183.8	8.04	182.4	9.73	170.0	4.87
TW-Ti/B	176.8	9.65	179.2	4.81	174.5	12.61
TW-V	180.8	8.73	185.0	3.24	180.4	6.04
TW-Nb	179.0	5.67	192.2	14.16	168.5	4.44
TW-Mo	184.4	21.69	185.4	4.56	168.0	7.10

Puntualmente, la adición de elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo) en el acero TWIP promueve dos comportamientos en términos de la longitud de los brazos dendríticos (ver **Figura 2.9**). Por un lado, disminuye la longitud de los brazos primarios columnares (tal es el caso del Ti/B y Mo), y por el otro, aumenta dicha longitud (tal es el caso del Ti, V y Nb).

Respecto de los brazos dendríticos secundarios columnares, encontró que se promueve un aumento de su longitud, siendo más notorio este comportamiento en el acero TWIP microaleado con V y el menos notorio en el acero TWIP microaleado con Mo. Por lo tanto, la zona de transición columnar-equiaxial se ve desplazada, generándose un comportamiento muy similar a lo encontrado en la zona de brazos dendríticos primarios columnares. Así mismo, la longitud en brazos primarios para la zona equiaxial tienden aumentar respecto al acero TWIP de referencia, siendo el acero microaleado con V el que tiene los mayores valores en longitud. Un comportamiento similar se encuentra en el caso de la longitud de los brazos secundarios de dendritas equiaxiales.



Particularmente, el hecho de microaleaar el acero TWIP con Ti genera un crecimiento de las dendritas columnares, lo cual también se presenta en menor medida al microaleaar con V. Sin embargo, la combinación de microaleación Ti/B permite refinar y reducir la zona columnar, nucleándose y creciendo más granos equiaxiales, lo cual es benéfico en términos de la respuesta mecánica. Un comportamiento similar sucede al microaleaar el acero TWIP con Mo.

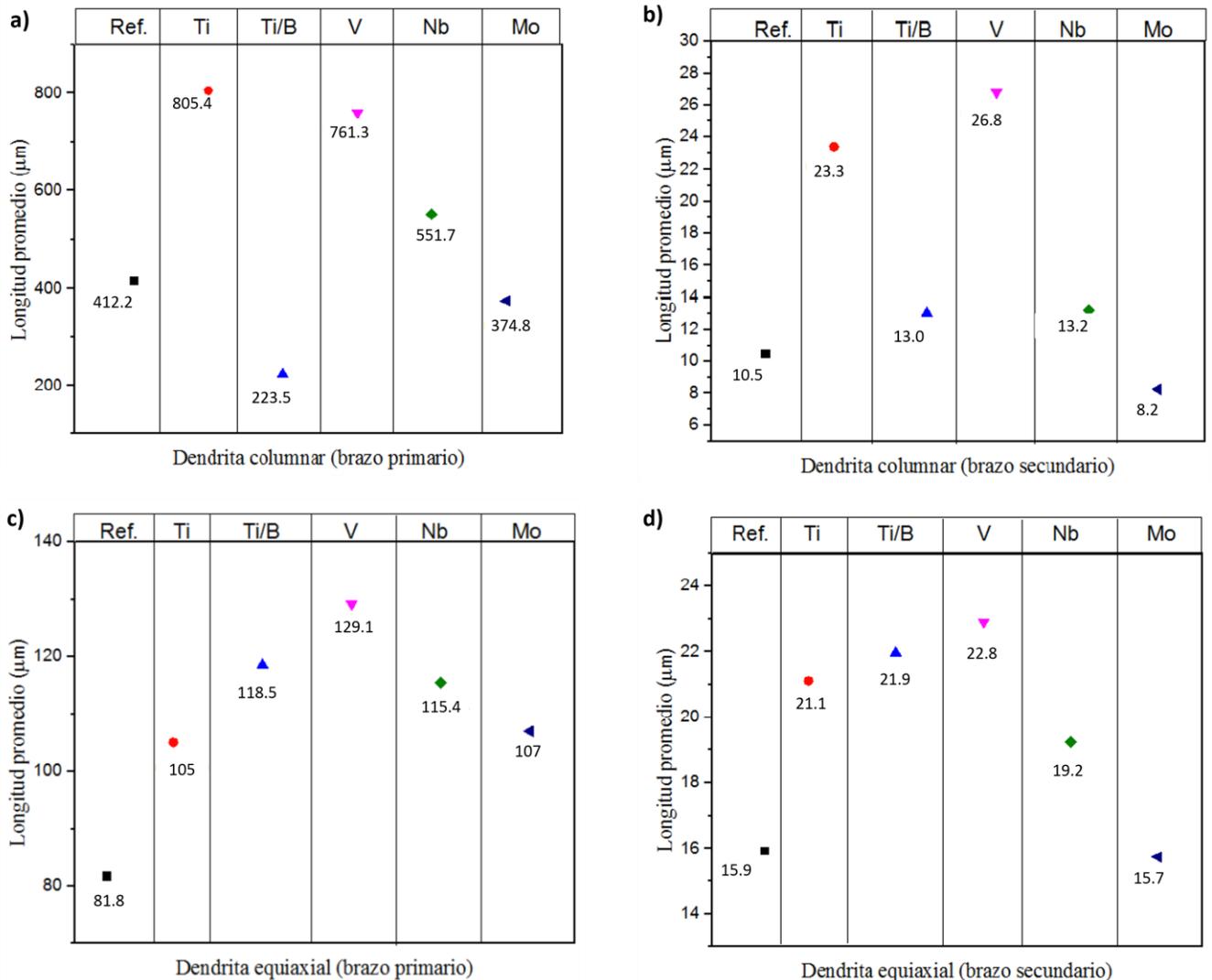


Figura 2.9. Tendencias promedio sobre las mediciones realizadas en los aceros TWIP: a) Longitud de brazo dendrítico primario columnar, b) Longitud de brazo dendrítico secundario columnar, c) Longitud de brazo dendrítico primario equiaxial, d) Longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial [16].



2.8. Caracterización de la estructura de colada de aceros avanzados de alta resistencia de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) en condición de enfriamiento lento.

Rodríguez-Velasco [17] determinó el efecto de la solidificación lenta en molde de arena y la adición de elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo) sobre la evolución de la estructura de colada en un acero TWIP de composición base Fe-22Mn-1.5Al-1.5Si-0.5C. Mediciones en la estructura de colada y ensayos de microdureza fueron realizados, de los cuales se obtuvieron relaciones y tendencias de acuerdo a una metodología de estadística descriptiva.

En los cinco aceros microaleados obtuvo un mayor efecto de refinamiento en la zona equiaxial que en la columnar, esto se debe a que en la zona equiaxial es dónde los elementos microaleantes proporcionan más sitios de nucleación para favorecer la nucleación heterogénea. En la **Figura 2.10.a y c** se observa que los brazos primarios de la zona columnar tienen una mayor longitud que los de la zona equiaxial. Debido a que en la zona equiaxial las dendritas están orientadas al azar es más probable que un brazo primario vea impedido su crecimiento al chocar con otra dendrita, mientras que en la zona columnar los brazos crecen de una manera más ordenada tratando de seguir la misma dirección (opuesta al flujo de extracción de calor).

Por otro lado, este comportamiento se invierte al analizar los brazos secundarios de la zona columnar y equiaxial mostrados en la **Figura 2.10.b y d**. Los brazos dendríticos secundarios de la zona equiaxial son más largos que los de la zona columnar, debido al crecimiento ordenado de los brazos primarios, los brazos secundarios no pueden crecer mucho pues rápidamente se encuentran con una dendrita vecina. Mientras que en la zona equiaxial a causa del crecimiento desordenado de los brazos primarios, los brazos secundarios pueden encontrar mayor espacio para continuar su crecimiento.

Los elementos microaleantes tienen un efecto de refinamiento de grano menor al obtenido en la estructura dendrítica. El orden de mayor efecto de los elementos microaleantes en la reducción promedio es el siguiente: 1. Ti (26.4%), 2. Nb (17.3%), 3. Mo (14%), 4. Ti/B (10.4%) y 5. V (1.1%) (ver **Figura 2.10.e-g**). En la **Figura 2.10.h** se observa que existe una disminución de los valores de dureza en la mayoría de los aceros al pasar de la zona columnar a la equiaxial, a excepción del TW-Ti dónde la dureza se mantiene constante y en el acero TW-Ref esta aumenta. Este comportamiento va de la mano con el tiempo de solidificación, su relación es inversamente proporcional, al aumentar el tiempo de solidificación disminuye la dureza. Incluso el acero TW-Ref que tuvo un



menor tiempo de solidificación en la zona equiaxial que en la columnar, tuvo una mayor dureza en la zona equiaxial que en la columnar.

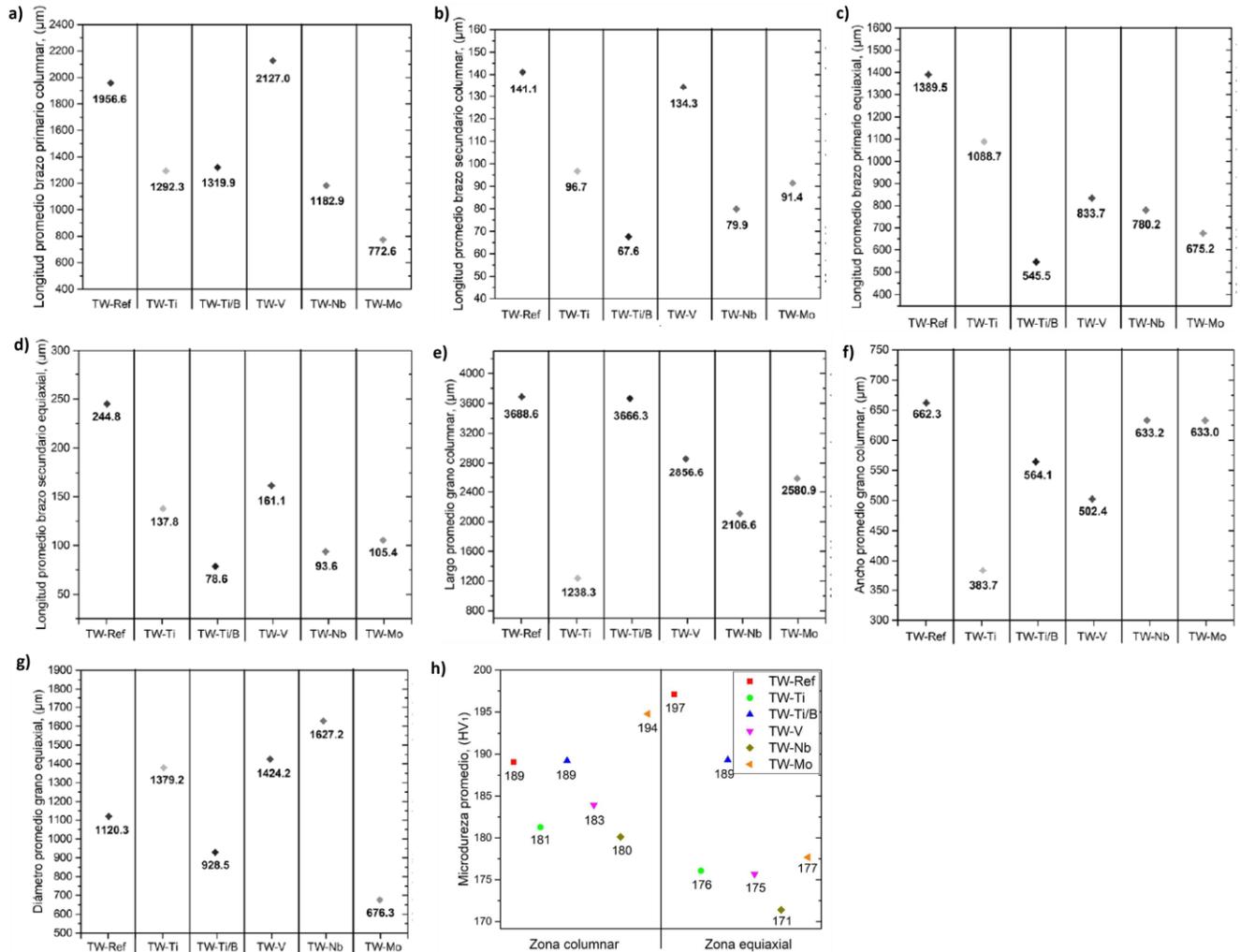


Figura 2.10. Tendencias promedio sobre las mediciones realizadas en los aceros TWIP: a) Longitud de brazo dendrítico primario columnar, b) Longitud de brazo dendrítico secundario columnar, c) Longitud de brazo dendrítico primario equiaxial, d) Longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial, e) Largo de grano columnar, f) Ancho de grano columnar, g) Diámetro promedio de grano equiaxial, h) Microdureza [17].

La resistencia a la fluencia de estos aceros (ver **Tabla 2.2**) se encuentra en un rango de 537 a 590 MPa. En para un acero con un 22% en peso de Mn el rango en el que se encuentra su resistencia a la fluencia es de aproximadamente 300 a 600 MPa, lo cual concuerda con los datos obtenidos. Mientras que el rango obtenido



de resistencia a la tracción es de 560 a 620 MPa (ver **Tabla 2.2**), el rango típico que se esperaría tener en un acero TWIP con esta composición base es de 800 a 1200 MPa aproximadamente, existe una gran diferencia con los valores obtenidos, esto se explica debido a que las excelentes propiedades mecánicas de los aceros TWIP se obtienen una vez que son deformados y se activa el mecanismo de deformación por maclado y movimiento de dislocaciones, ya que estos aceros vienen directos del proceso de fundición no presentan ninguna deformación y su microestructura sigue siendo completamente austenítica.

Tabla 2.2. Estimación de la resistencia mecánica de los aceros TWIP [17].

Acero	Microdureza promedio HV ₁ , (Kg/mm ²)	Resistencia a la fluencia, (MPa)	Resistencia a la tracción, (MPa)
TW-Ref	193.1	590.4	615.9
TW-Ti	178.7	546.3	570.0
TW-Ti/B	189.3	578.7	603.8
TW-V	179.8	549.8	573.6
TW-Nb	175.8	537.5	560.7
TW-Mo	186.2	569.5	594.1

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

A continuación, en la **Figura 3.1** se presenta el diagrama de flujo del desarrollo experimental que se implementó en el presente trabajo de investigación.

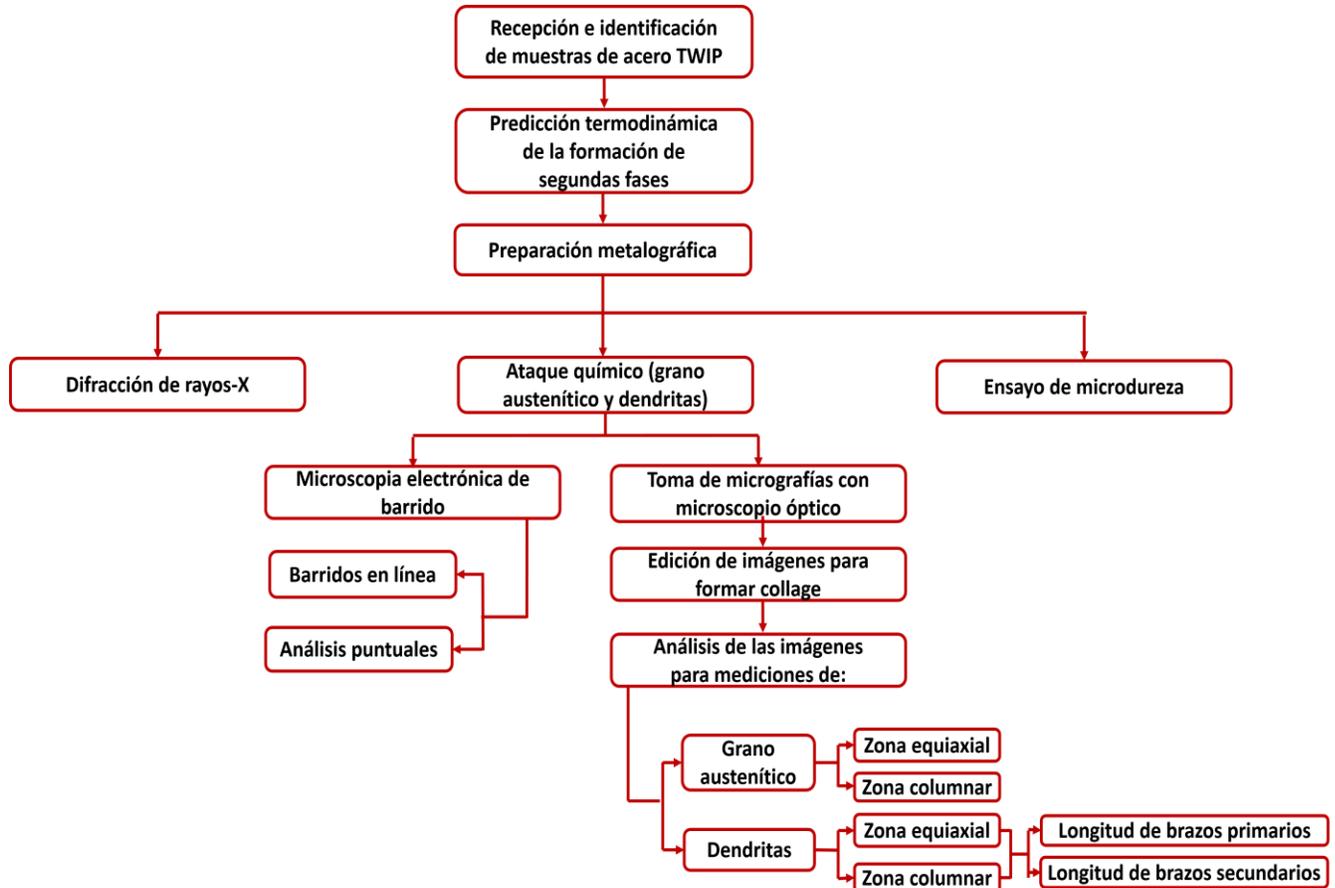


Figura 3.1. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

Se trabajaron tres probetas de acero TWIP de dimensiones regulares, de 3.1x3.1x1 cm, identificadas como TW-0 (acero de referencia), TW-1 (acero microaleado con 180 ppm de B) y TW-2 (acero microaleado con 470 ppm de B). Estas probetas provienen de lingotes obtenidos tras la fundición del acero TWIP realizada en un horno de inducción, realizada en el DIM-ESIQIE- IPN. De esta manera, en la **Tabla 3.1** se muestra la composición química base de los aceros TWIP, obtenida en el grupo de trabajo.

Tabla 3.1. Composición química de los aceros TWIP (% en peso).

Acero	% en peso de los elementos de aleación y microaleación												
	C	Mn	Al	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	Ti	B	S	N	Fe
TW-0	0.096	28.0	3.0	1.92	1.73	0.855	0.28	0.20	0.033	-	0.02	0.012	Bal.
TW-1	0.092	28.0	3.0	1.92	1.70	0.856	0.29	0.195	0.032	0.018	0.02	0.012	Bal.
TW-2	0.092	28.0	3.0	1.92	1.70	0.856	0.28	0.20	0.032	0.047	0.02	0.012	Bal.

3.1 Predicción termodinámica de la formación de segundas fases.

Para la predicción de la formación de segundas fases se realizó un estudio termodinámico mediante la utilización del software JMatPro, el cual utiliza la composición química de las aleaciones metálicas para hacer cálculos de transformación de fases, contando con diferentes módulos (base de datos), según el tipo de aleación, que permiten predecir la formación de precipitados en un amplio rango de temperaturas, entre otros comportamientos. Los resultados obtenidos, mostrados en la **Tabla 3.1**, fueron utilizados para realizar los cálculos correspondientes.

En la **Figura 3.2** se observa la interfaz de usuario de este software, donde se presentan los módulos de las propiedades de los materiales (especialmente para aleaciones multicomponente) que puede calcular.

**Figura 3.2.** Interfaz de usuario en el software JMatPro.



3.2 Caracterización metalográfica.

3.2.1 Preparación metalográfica.

Se empleó la técnica convencional de desbaste con lijas de SiC de diferentes grados, desde grano grueso hasta grano fino. La secuencia utilizada fue la siguiente: 80, 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 y 1500. Antes de cambiar cada lija se revisó que todas las líneas generadas en el desbaste estuvieran orientadas en la misma dirección y al cambiar de lija la probeta se giraba 90°. Entre cada cambio de lija las probetas se lavaron con agua y se secaron con aire caliente.

En la etapa de pulido se utilizaron 4 paños, el primer paño usado fue para alúmina de 1 μm y se usó hasta eliminar todas las líneas gruesas de desbaste, posteriormente se usó el paño con alúmina de 0.3 μm durante 5 minutos, seguido del paño con pasta de diamante de 1 μm por 10 minutos y finalmente el paño con pasta de diamante de 0.1 μm durante 5 minutos. Entre cada cambio de paño las probetas se lavaron con agua y alcohol y se secaban con aire caliente para finalmente introducir las en un baño ultrasónico durante 30 minutos, al sacarlas del baño se enjuagaban con alcohol y se secaban con aire caliente.

3.2.2 Ataque químico.

Una vez concluida la etapa de preparación metalográfica, se procedió a atacar las probetas. El reactivo seleccionado fue Nital al 10% durante 10 segundos a 60°C. Éste se seleccionó de acuerdo a la experiencia mostrada en trabajos anteriores en el grupo de trabajo. En la **Tabla 3.2** se muestran la preparación del reactivo, así como las cantidades usadas.

Tabla 3.2. Matriz de ataque químico utilizado.

Agente	Reactivos	Preparación	Temperatura y tiempo	Objetivo
Nital al 10%	5 mL HNO ₃ 45 mL alcohol etílico	Primero se midió el alcohol y después se añadió el ácido nítrico, finalmente se calentó	60° C 10 s	Revelar grano austenítico y estructura dendrítica



3.2.3 Toma de micrografías en microscopio óptico.

Una vez obtenida la microestructura de los aceros TWIP en la condición de colada, se procedió su observación mediante microscopia óptica en un microscopio óptico Olympus PME-3. Así, se obtuvieron una serie de micrografías de la zona de dendritas columnares y equiaxiales.

El arreglo para obtener dichas micrografías consistió en una matriz de 5x9 a una magnificación de 50 aumentos (ver **Figura 3.3**), construyéndose un collage, el cual consistió en dar formato a toda la matriz con un total de 45 imágenes.

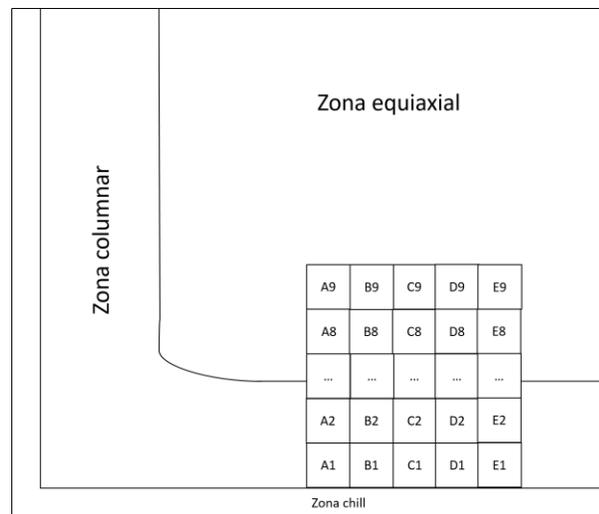


Figura 3.3. Arreglo de la matriz para la toma de micrografías.

3.3 Medición de la estructura de colada.

Para la medición de la longitud de los brazos dendríticos primarios y secundarios, así como el tamaño de grano austenítico, en las zonas columnares y equiaxiales, se empleó el software de análisis imágenes SigmaScan Pro 5. Primeramente, se realizó la calibración de la imagen, se utilizó una cota de 200 μm , que se tomó directamente en el microscopio óptico.

3.3.1 Medición de la longitud de brazos dendríticos.

El procedimiento para determinar la longitud tanto de los brazos primarios como secundarios de las dendritas columnares y equiaxiales, se realizó de la siguiente manera (ver **Figura 3.4**):

- a) En el software seleccionar mediciones, después opciones y finalmente seleccionar distancia.
- b) Identificar brazo primario de dendrita, posteriormente dar click con botón izquierdo en la punta inferior de la dendrita y arrastrar la cota hasta la punta final del brazo primario, soltar botón izquierdo y oprimir una vez botón izquierdo para desactivar la cota de medición.
- c) Identificar brazos secundarios de dendrita, posicionar en brazo primario paralelo a brazo secundario y posteriormente dar click con botón izquierdo en el centro del brazo primario y arrastrar la cota hasta la punta final del brazo secundario, soltar botón izquierdo y oprimir una vez botón izquierdo para desactivar la cota de medición.

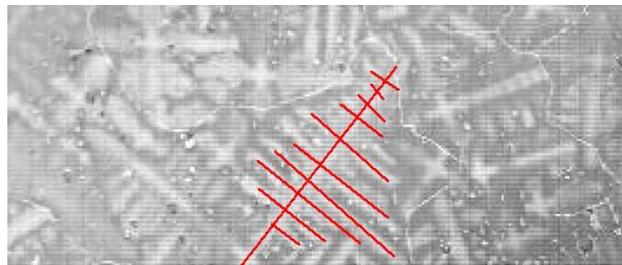


Figura 3.4 Mediciones realizadas en la zona dendrítica.

3.3.2 Medición del grano austenítico.

Para la medición de grano austenítico se utilizó el diámetro de Feret, el procedimiento se realizó de la siguiente manera (ver **Figura 3.5**):

- a) En el software seleccionar mediciones, después opciones y finalmente seleccionar diámetro de Feret.
- b) Identificar un grano, dar click izquierdo en un parte del borde de grano y tratar de seguir el borde de la mejor manera, hasta llegar al punto de inicio, al llegar al punto de inicio dar click derecho y el grano se va a colorear.

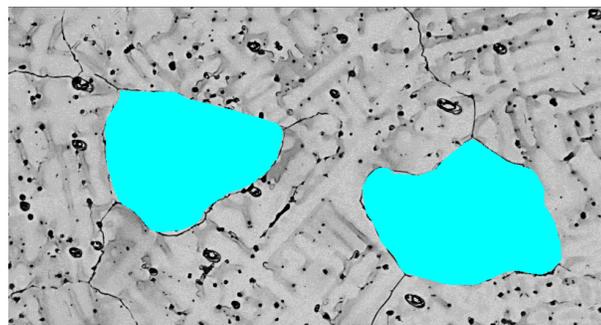


Figura 3.5. Mediciones realizadas de tamaño de grano austenítico.



3.4 Difracción de rayos-X.

Se realizaron estudios de difracción de rayos-X, en las 3 probetas, con el objetivo de corroborar las fases presentes.

Para esto se utilizaron probetas de 1x1x0.5cm pulidas a espejo, el estudio se realizó en el instituto de materiales - UNAM.

3.5 Microscopia electrónica de barrido (MEB).

Con el microscopio electrónico de barrido JEOL NeoScope JCM-6000Plus (ver **Figura 3.6**), se realizaron barridos en línea para conocer el comportamiento de la segregación, así como análisis puntuales para conocer las inclusiones presentes en las muestras, además de toma de micrografías para observar la microestructura de las muestras.

Las probetas utilizadas fueron de 1x1x1 cm, las cuales fueron preparadas metalográficamente como se mencionó anteriormente (ver **sección 3.1**) pero el ataque realizado fue de 35 s para asegurar un sobre ataque y un mejor análisis.



Figura 3.6. Microscopio electrónico de barrido JEOL NeoScope JCM-6000Plus.

3.6 Ensayo de microdureza HV_{0.5}.

Se realizaron pruebas de microdureza Vickers HV_{0.5} para la evaluación de la resistencia de las probetas e identificar el efecto de los elementos aleantes y microaleantes sobre la dureza. Las indentaciones que se

realizaron fueron en tres zonas diferentes, las cuales fueron, la zona columnar, de transición y equiaxial. El equipo utilizado para determinar la microdureza fue un microdurómetro NOVOTEST TC-MCV-1A (ver **Figura 3.7**).



Figura 3.7. Microdurómetro NOVOTEST TC-MCV-1A.

El acondicionamiento de las probetas para la microdureza consistió en tener ambas caras de la probeta paralelas para evitar dañar el equipo y la pieza, pues es necesario contar con la superficie de apoyo completamente paralela a la platina del microdurómetro y a la acción del indentador.

Para realizar las mediciones de dureza en cada una de las probetas, se contempló hacer el ensayo conteniendo ataque químico, con la finalidad de relacionar los valores de dureza con las zonas en las que dejó huella el indentador. Los parámetros empleados se muestran en la **Tabla 3.3**.

Tabla 3.3. Parámetros utilizados para la medición de microdureza HV_{0.5}.

Parámetro	Valor
Carga	4.9 N
Tiempo de carga	10 s
Distancia entre indentaciones	1 mm

CAPÍTULO IV

PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS



4.1 Resultados de la predicción termodinámica de segundas fases.

La **Figura 4.1** muestra los concentrados de las fases que se forman en función de la temperatura de los tres aceros TWIP estudiados. Primeramente, se observa que la temperatura de inicio de la solidificación (temperatura de liquidus) para los tres aceros es 1375.83°C , en cambio la temperatura de término de la solidificación (temperatura de solidus) cambia para cada acero, para el acero TW-0 es de 1312.78°C , para el TW-1 es de 1280°C y para el acero TW-2 es de 1190°C , debido a la presencia de boro el cual provoca que la zona blanda aumente, esperando con esto una mayor segregación en la región interdendrítica.

Respecto a los precipitados presentes, iniciando por el acero TW-0 que corresponde a la **Figura 4.1a** se puede observar la presencia de MnS casi al término de la solidificación manteniendo constante su fracción hasta temperatura ambiente lo cual es un precipitado perjudicial para el acero. También se observa la presencia de precipitados de M (C, N) además de carburos del tipo $M_{23}C_6$ y M_6C . Las altas concentraciones de carbono en los aceros pueden conducir teóricamente a la precipitación de carburos de hierro, estos carburos nuclean en los límites de grano y en áreas interdendríticas dentro de los granos de austenita y, en ciertas circunstancias, a la formación de fases perlíticas que contienen cementita y ferrita. Esto no es deseable por dos razones principales: (i) cualquier carbono presente en precipitados disminuirá la concentración en solución sólida y por lo tanto disminuirá la EFA; (ii) la cementita precipitada en los límites del grano tiene un efecto perjudicial sobre la tenacidad del material [15]. Por otro lado, la estabilidad de los carburos aleados también depende de la presencia de otros elementos en el acero; concretamente de la manera en que se reparte el elemento entre la cementita y la matriz [19].

La **Figura 4.1b** muestra los precipitados presentes en el acero TW-1, microaleado con 180 ppm de B, se puede observar nuevamente la presencia de MnS, así como de carburos y carbonitruros del mismo tipo que el anterior, pero aquí aparece la presencia de boruros del tipo M_3B_2 los cuales comienzan su aparición a aproximadamente 1100°C y aumentan su concentración conforme disminuye la temperatura también se observa la presencia de carboboruros del tipo MB_2C_{32} , los cuales afectan las propiedades del material de igual manera que los carburos. Finalmente, respecto al acero TW-2, **Figura 4.1c**, se observan los mismos precipitados que en los aceros anteriores pero también de nuevos precipitados de boro Fe_2B y los cuales son dañinos para el material debido a que es habitual la formación de microgrietas en la superficie, estas microgrietas pueden llevar a que el material se fracture al aplicar un esfuerzo mecánico, por tanto se debe evitar la presencia de estos precipitados, también se observa en Cr_2B el cual como se observa se forma al sustituir al

hierro en la formación de boruros, estos boruros provocan un incremento en la dureza del material, a mayor cantidad de cromo mayor será la difusión de boro hacia los borde de grano

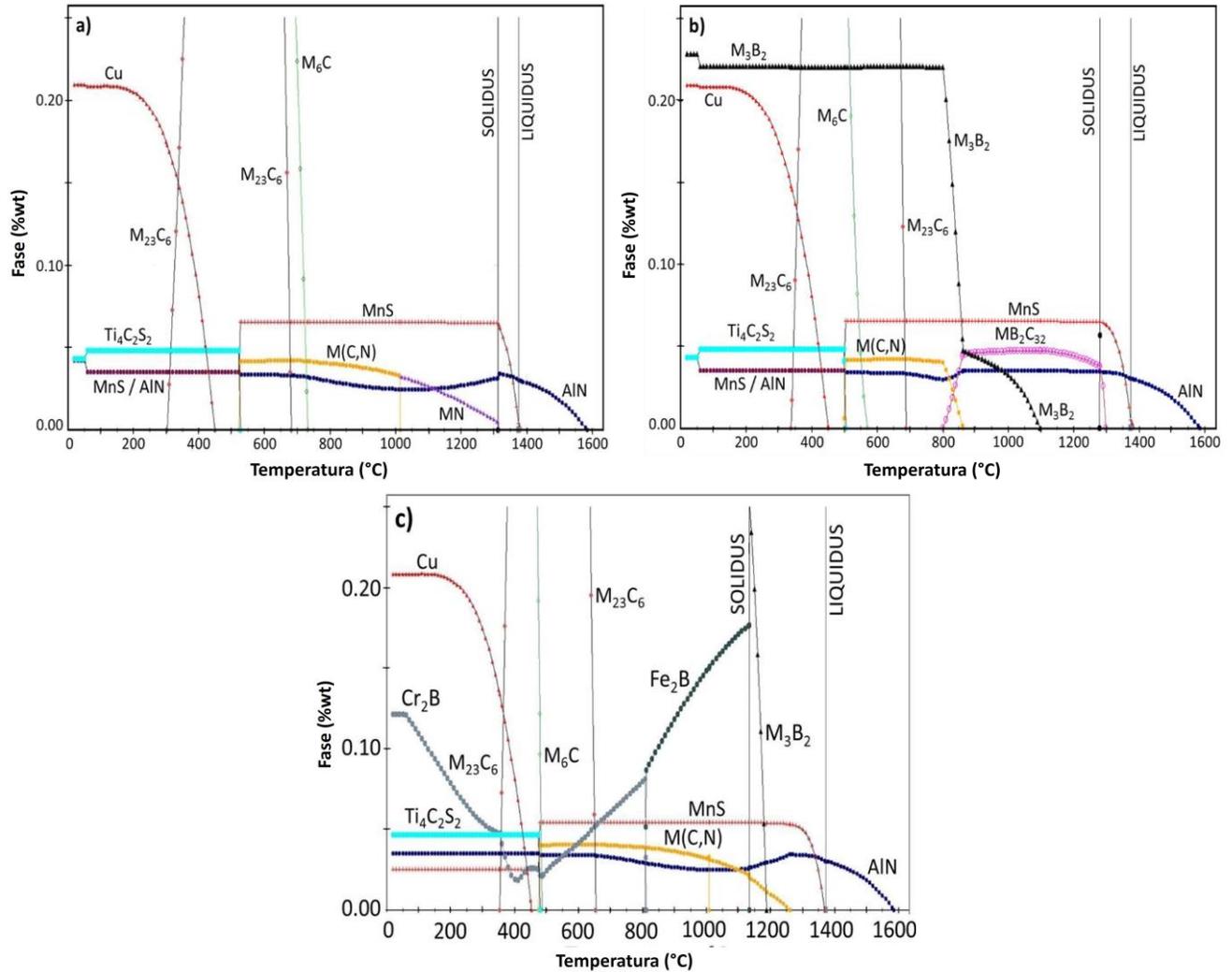


Figura 4.1. Compuestos de equilibrio termodinámico y comportamiento de transformación de fase en los aceros TWIP estudiados calculado por JMatPro: a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.2 Caracterización metalográfica de los aceros TWIP.

La **Figura 4.2 a-c** muestra los collages de la estructura de colada de los aceros TWIP, realizados después de la toma y acomodo de las microfotografías tomadas a 50 aumentos, la **Figura 4.2 d, f, h** muestran un aumento en la zona columnar de los aceros TWIP y la **Figura 4.2 e, g, i** muestran un aumento en la zona equiaxial, con el fin de observar mejor la estructura de colada.

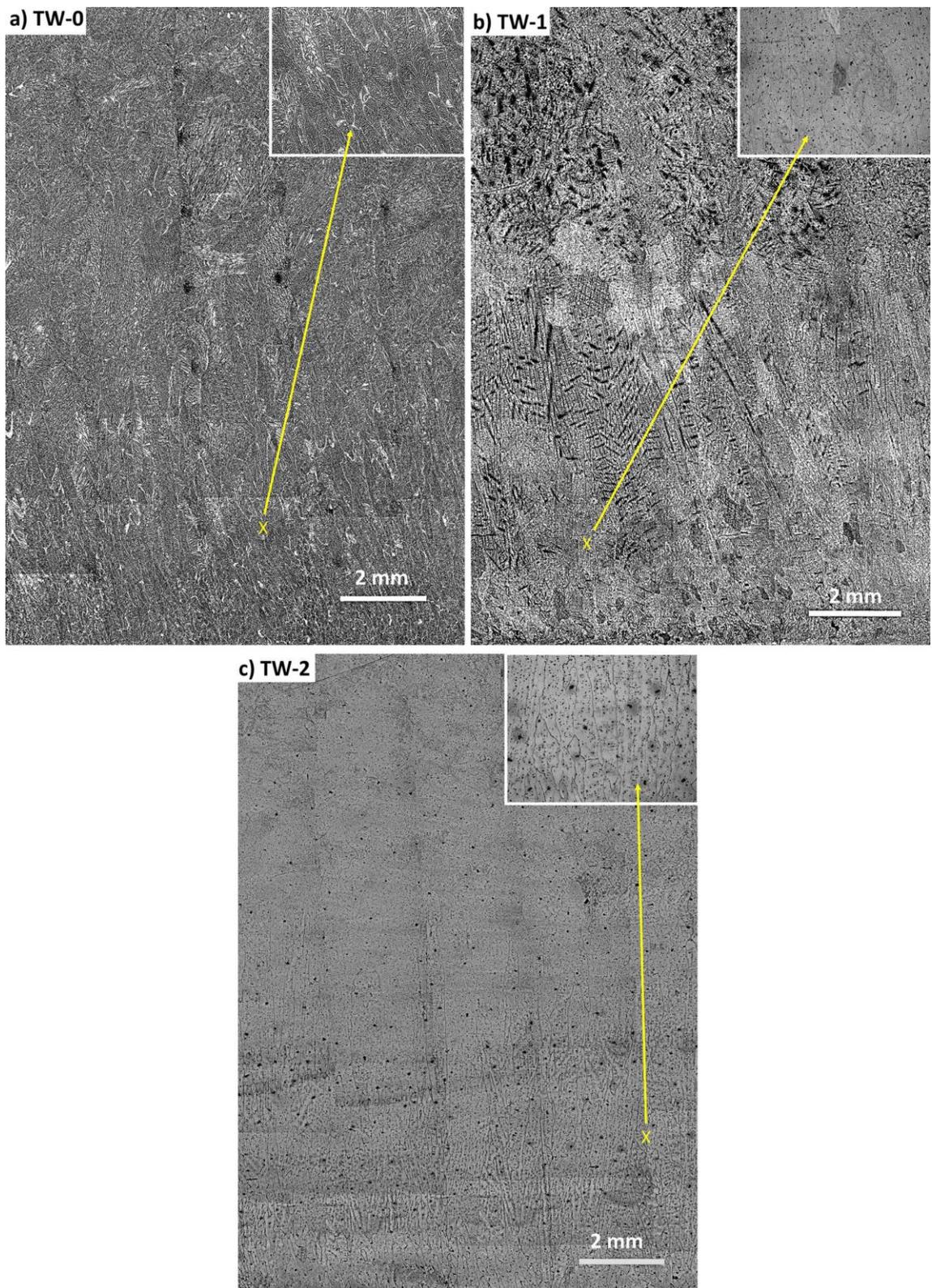


Figura 4.2. Estructura de colada de los aceros TWIP: a) TW-0, b) TW-1, c) TW-2.

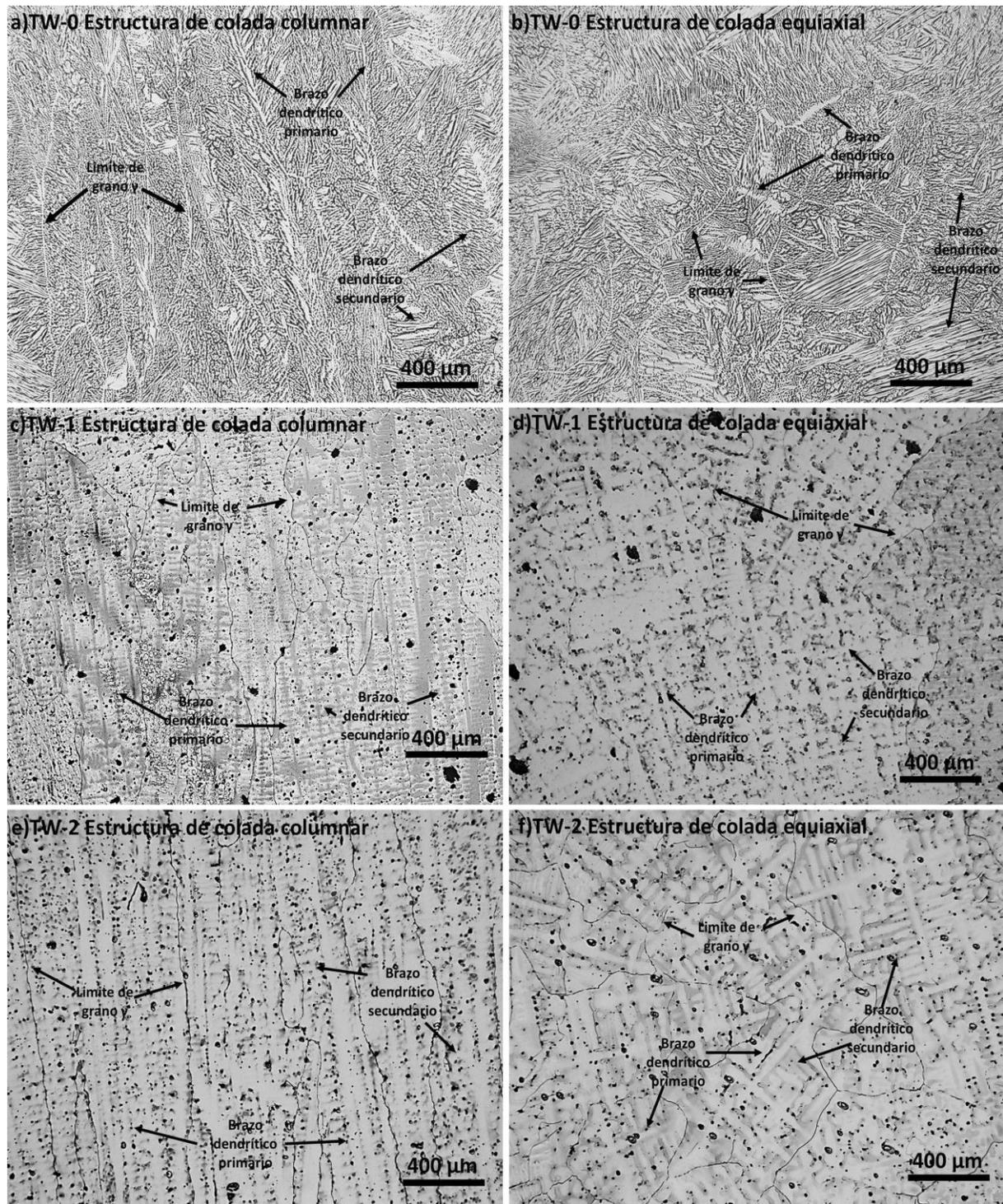


Figura 4.3. a) Estructura de colada columnar de TW-0, b) Estructura de colada equiaxial de TW-0, c) Estructura de colada columnar de TW-1, d) Estructura de colada equiaxial de TW-1, e) Estructura de colada columnar de TW-2, f) Estructura de colada equiaxial de TW-2.

La **Figura 4.4 a-f** muestra la estructura de colada de los aceros TWIP mediante microscopía electrónica de barrido a 60 y 150 aumentos.

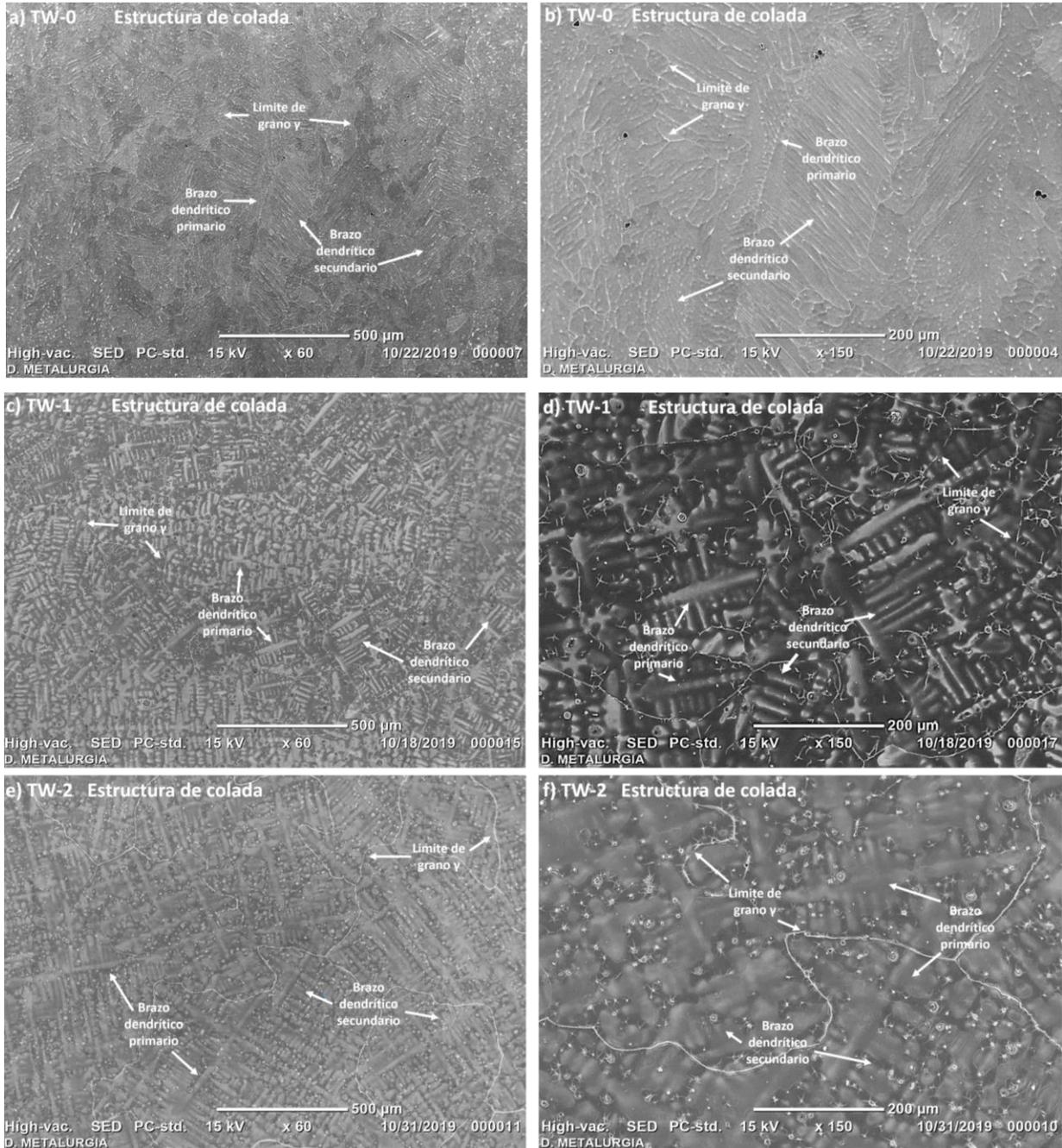


Figura 4.4. Estructura de colada mediante microscopía electrónica de barrido los aceros TWIP: a-b) TW-0, c-d) TW-1 y e-f) TW-2.



La estructura de colada de los aceros TWIP corresponde a la estructura típica de colada, zona: Chill, columnar y equiaxial. La **Figura 4.3 a y b** y la **Figura 4.4 a y b** presentan una estructura dendrítica inusual, donde parece que el brazo dendrítico primario es parte del límite de grano. Por otro lado, las dendritas solo tienen la mitad de la ramificación, en la cual los brazos de dendrita secundarios en algunos granos son demasiado gruesos y en otros casos son muy finos e incluso los granos austeníticos también contienen dendritas grandes y globulares. Este tipo de solidificación podría denominarse cristalización de dendrita incoherente. En los aceros más comunes, se ha afirmado que la composición química y las condiciones de enfriamiento tienen un efecto sobre la estructura de grano y descrita por la red de ferrita en la estructura de fundición [18].

En la **Figura 4.2 b-c, f-i** y la **Figura 4.3 c-f** se puede observar una distribución al azar de dendritas columnares y equiaxiales que se obstruyen su crecimiento entre sí. Este comportamiento se atribuye directamente a la solidificación. El crecimiento y la formación de dendritas con brazos primarios, secundarios y hasta terciarios, depende de ciertas direcciones cristalográficas específicas, las cuales están determinadas por la estructura cristalográfica de cada material.

En el caso de los aceros TWIP, la fase cristalina es austenita, por lo tanto, la dirección de crecimiento de los brazos de las dendritas considera la familia de direcciones $\langle 100 \rangle$. Entonces la formación de dendritas sucederá siempre y cuando se tenga el suficiente espacio para crecer libremente. Además, si la morfología columnar es larga y fina, esta será susceptible a romperse, ocasionando que el material de todas las dendritas se acumule en el líquido remanente hacia el centro de la pieza, donde al final de la solidificación se obtiene una estructura dendrítica tipo columnar-equiaxial con orientación al azar.

De esta manera, tan rápido suceda la ruptura de dendritas columnares, al igual será la magnitud de la zona columnar y entre más finas sean, más finas se verán al final de la solidificación en la zona tipo columnar-equiaxial, la formación de estructuras dendríticas equiaxiales se debe los elementos microaleantes, ocasionada por la ampliación de la región de sobre-enfriamiento constitucional debido a la segregación de solutos hacia las dendritas primarias y debido a la acción de las partículas finas actuando como sitios de nucleación para las dendritas equiaxiales. Por otro lado, los altos gradientes térmicos en la interfase sólida-líquida producen fuertes movimientos convectivos del líquido hacia el sólido, lo cual produce un mayor refinamiento.



Una vez que las dendritas termina de solidificar, el líquido remanente que quedo entre ellas continua con el proceso de solidificación, embebiendo a las dendritas con orientaciones similares, formando y delimitando el grano austenítico. Este líquido presenta un porcentaje de contracción al momento de pasar de la fase liquida a la sólida, lo cual ocasiona un problema de porosidad en los aceros lo cual se observa en todas las figuras [16].

Dicho esto, se puede que la dendrita del acero de referencia se observa más gruesas y burdas en comparación de las probetas microaleada con Ti y B donde las dendritas se observan más pequeñas y finas. A su vez al comparar las probetas microaleadas con B se puede observar que la probeta TW-2 con mayor cantidad de B presenta granos más alargados además de dendritas más finas y pequeñas.

Por lo tanto, se puede decir que tanto el Ti como el B actúan como refinadores de grano provocando una modificación en la estructura dendrítica. Así mismo, se ha reportado que el Ti ayuda a incrementar la efectividad del B como elemento de microaleación en el acero, por lo que se obtiene una estructura más fina, con distancias interdendrítica menores.

4.3 Estudio estadístico de la estructura de colada.

A continuación, se presentan los resultados del estudio estadístico realizado a los aceros TWIP. Se midieron la longitud de las dendritas primarias y secundarias, en la zona equiaxial y columnar, así como el tamaño de grano, en ambas zonas.

Se presentan tablas comparando los resultados obtenidos en cada probeta. Cada tabla contiene el valor promedio obtenido de las mediciones, así, como la desviación estándar y el valor máximo y mínimo encontrado.

4.3.1 Longitud de brazo dendrítico primario columnar.

La **Tabla 4.1** muestra el resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico primario columnar, en ella se puede observar que en todos los casos el valor de la desviación estándar es muy alta, debido a que los valores obtenidos fueron muy dispersos, lo cual se puede corroborar en la gran diferencia que existe entre el valor máximo y el valor mínimo encontrado en las mediciones, esto nos indica que entre mayor sea la desviación estándar menor será la precisión, en el estudio estadístico y viceversa.



Respecto a los valores promedio obtenidos mostrados en la **Tabla 4.1**, se puede observar que la muestra con el tamaño más grande es la que no contiene Ti y B (TW-0) con un valor de 766.59 micras, en cambio al añadir Ti y 180 ppm de B (TW-1) se muestra una disminución de este valor 636.20 micras y al añadir 470 ppm de B (TW-2) se muestra una disminución mayor, 601.25, logrando confirmar que el Ti y el B actúan como refinadores de las dendritas y que a mayor cantidad de B mayor será el efecto de refinación.

Tabla 4.1. Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico primario columnar.

Parámetro	TW-0	TW-1	TW-2
Promedio, (μm)	766.59	705.71	601.25
Desviación estándar	151.87	308.68	310.81
Valor máximo, (μm)	939.09	1472.38	996.18
Valor mínimo, (μm)	354.68	236.42	111.94
No. datos	20	20	20

Al comparar los resultados obtenidos respecto al de Villanueva [16] para su probeta con Ti y B, el cual fue de 223.5 μm , se observa que se obtuvieron valores mayores, este se atribuye a la solidificación, ya que Villanueva [16] utilizó molde metálico, el cual reduce la velocidad de solidificación y obtiene estructuras más finas y en el presente trabajo se utilizó molde de arena. Por otra parte al comparar los resultados respecto al obtenido por Rodríguez [17], el cual fue de 1319.9 μm , utilizando molde de arena, se observa una disminución en los resultados obtenidos debido a que hay una mayor cantidad de Ti y B, que provoca un efecto de refinamiento mayor.

La **Figura 4.5 a-c** muestra los histogramas de frecuencia y las curvas de distribución normal de la longitud del brazo dendrítico columnar, en ellos se puede observar que para TW-0 se tiene un intervalo vacío, entre 400 y 500 μm , en cuanto a la curva normal, esta está desplazada a la derecha, siendo el valor promedio 766.59 μm y reportado en la **Tabla 4.1**, el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva y por eso también su desplazamiento hacia la derecha, el desplazamiento de esta curva indica que los valores oscilarán entre 600 y 900 μm . Para el caso de TW-1, se observa un intervalo vacío entre 1200 y 1400 μm , la curva de distribución se encuentra desplazada hacia la izquierda, siendo el valor promedio 705.71 μm , nuevamente se observa que este



valor esta debajo del punto máximo de la curva y que el desplazamiento hacia la izquierda es ocasionado por esto, además para este caso los valores oscilaran entre 500 y 900 μm , se tiene un rango más amplio que en el acero TW-0 debido a que se tiene una desviación estándar mayor (308.68 μm) además de que en este acero se encontró el valor máximo mayor el cual fue de 1472.88 μm . Finalmente, para el acero TW-2, la curva se encuentra ligeramente desplazada a la derecha puesto que el intervalo con mayor frecuencia es el de 800 a 1000 μm , además de que el valor promedio es de 601.25 μm , se encuentra debajo del punto máximo de la curva, los valores oscilaran entre 400 y 900 μm , nuevamente obtenido un gran rango debido a la desviación estándar (310.81 μm) siendo el valor máximo de los tres aceros TWIP.

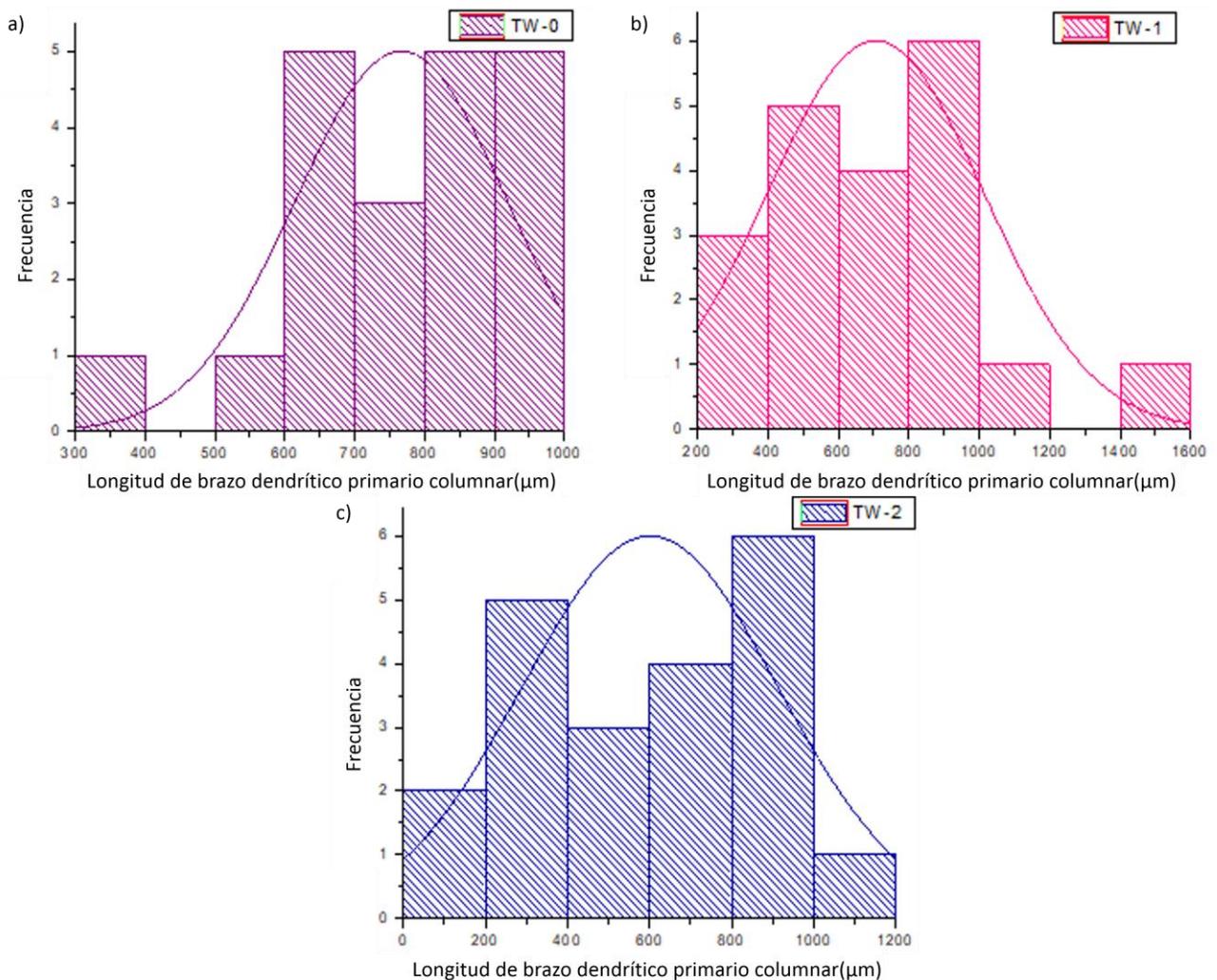


Figura 4.5. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico primario columnar. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.



4.3.2 Longitud de brazo dendrítico secundario columnar.

La **Tabla 4.2** muestra el resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico secundario columnar. Se puede observar que los brazos secundarios son más cortos en comparación con los brazos primarios, debido a que existe un subenfriamiento menor que provoca un crecimiento más lento en una zona próxima a un brazo primario.

Rodríguez [17] atribuye este comportamiento a que los brazos dendríticos secundarios crecen perpendiculares a los primarios y están relacionados con el espaciamiento interdendrítico primario y la zona segregada, siendo que a una mayor longitud de estos brazos secundarios se tendrá una mayor zona de elementos segregados.

Respecto a los valores promedio mostrados en la **Tabla 4.2**, se puede observar que la muestra con el tamaño más grande es la que no contiene Ti y B (TW-0) con un valor de 365.85 μm , en cambio al añadir Ti y 180 ppm de B (TW-1) se muestra una disminución de este valor 180.83 μm y al añadir 470 ppm de B (TW-2) se muestra una disminución mayor, de 99.81 μm . La disminución en la longitud de los brazos secundarios es un indicativo de una disminución en la segregación por tanto existe una mayor homogeneidad en la estructura y propiedades. También se puede observar valores de desviación estándar menores que los reportados para los brazos primarios, indicando que hay una menor dispersión en las mediciones tomadas y una mayor precisión del estudio.

Tabla 4.2. Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico secundario columnar.

Parámetro	TW-0	TW-1	TW-2
Promedio, (μm)	365.85	180.83	99.81
Desviación estándar	180.29	40.14	36.50
Valor máximo, (μm)	538.57	242.82	216.80
Valor mínimo, (μm)	129.42	103.45	61.50
No. datos	20	20	20

Al comparar nuevamente los resultados obtenidos respecto a los de Villanueva [16] y Rodríguez [17], los cuales fueron de 13 y 67.6 μm , respectivamente, se observa un aumento en los resultados obtenidos atribuido a la



diferencia en las composiciones químicas, ya que las probetas estudiadas poseen mayor cantidad de elementos aleantes, donde cada elemento afecta de diferente forma el enfriamiento constitucional, provocando que al solidificar el tiempo sea más lento permitiendo un mayor tiempo en la formación de brazos dendríticos secundarios, lo cual da como resultado un mayor tamaño.

La **Figura 4.6 a-c** muestra los histogramas de frecuencia y las curvas de distribución normal de la longitud del brazo dendrítico columnar, en ellos se puede observar que para TW-0 se tienen frecuencias muy bajas en los intervalos, siendo el intervalo, entre 200 y 300 μm , el que tiene una mayor frecuencia, en cuanto a la curva normal, esta está desplazada a la izquierda debido a lo mencionado anteriormente, además de que el valor promedio es de 365.85 μm reportado en la **Tabla 4.2** el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva y por eso también su desplazamiento hacia la izquierda, el desplazamiento de esta curva indica que los valores oscilarán entre 200 y 500 μm . Para el caso de TW-1, la curva de distribución se encuentra ligeramente desplazada hacia la izquierda, siendo el valor promedio 180.83 μm , nuevamente se observa que este valor está debajo del punto máximo de la curva y que el desplazamiento hacia la izquierda es ocasionado por esto, además de que los valores más altos de frecuencia se encuentran entre 140 y 160 μm , los valores oscilarán entre 140 y 220 μm , se tiene un rango menor que en el acero TW-0 debido a que se tienen valores menores y una desviación estándar mucho menor (40.14 μm). Finalmente, para el acero TW-2, la curva se encuentra desplazada a la izquierda puesto que el intervalo con mayor frecuencia es el de 60 a 80 μm , además de que el valor promedio es de 99.81 μm , el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva. Los valores oscilarán entre 60 y 120 μm , obteniendo un rango menor debido a la desviación estándar (36.50 μm) siendo el valor mínimo de los tres aceros TWIP.

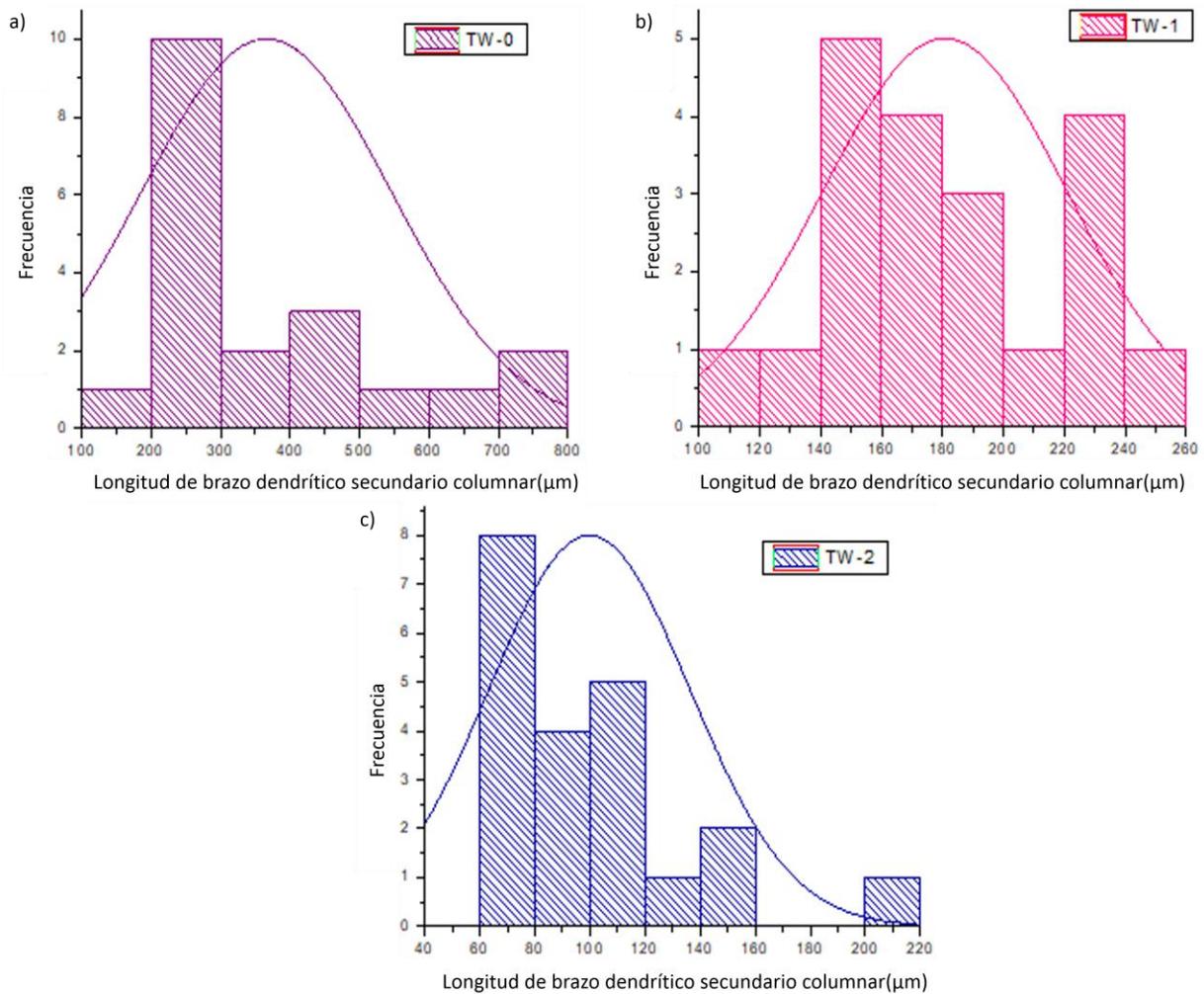


Figura 4.6. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico secundario columnar. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.3.3 Longitud de brazo dendrítico primario equiaxial.

En la **Tabla 4.3** se puede observar el resumen estadístico de los resultados obtenidos en el brazo dendrítico en la zona equiaxial. Se puede observar una disminución respecto a los resultados de la **Tabla 4.2** correspondientes a la zona columnar, esto se debe a que el calor latente se extrae radialmente a través del líquido sobre enfriado. La zona equiaxial interna consiste en granos equiaxiales de diferentes tamaños, que son generalmente dendríticos y que se orientan al azar. La formación de esta zona requiere de una transición de estructura que ocurre del crecimiento columnar al crecimiento equiaxial (TCE) [16].



Tabla 4.3. Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico primario equiaxial.

Parámetro	TW-0	TW-1	TW-2
Promedio, (μm)	518.08	455.67	304.37
Desviación estándar	138.07	198.29	168.96
Valor máximo, (μm)	806.63	730.82	639.07
Valor mínimo, (μm)	240.73	117.06	104.83
No. datos	20	20	20

Al comparar nuevamente los resultados obtenidos respecto a los de Villanueva [16] y Rodríguez [17], los cuales fueron de 118.15 y 545.5 micras, respectivamente, se observa que nuevamente se obtiene el mismo comportamiento que en los brazos primarios columnares, por lo cual se atribuye a las mismas causas.

La **Figura 4.7 a-c** muestra los histogramas de frecuencia y las curvas de distribución normal de la longitud del brazo dendrítico primario equiaxial, en ellos se puede observar que para TW-0 se tiene un intervalo vacío, entre 300 y 400 μm , en cuanto a la curva normal, esta esta desplazada ligeramente a la derecha, siendo el valor promedio 518.08 μm , reportado en la **Tabla 4.3**, el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva y por eso también su desplazamiento hacia la derecha, el desplazamiento de esta curva indica que los valores oscilaran entre 400 y 600 μm . Para el caso de TW-1, se observa la curva de distribución se encuentra desplazada hacia la izquierda, siendo el valor promedio 455.67 μm , nuevamente se observa que este valor esta debajo del punto máximo de la curva y que el desplazamiento hacia la derecha es ocasionado por esto, además para este caso los valores oscilaran entre 400 y 600 μm , se tiene un rango más amplio que en el acero TW-0 debido a que se tiene una desviación estándar mayor (198.29 μm). Finalmente, para el acero TW-2, la curva se encuentra ligeramente desplazada a la derecha puesto que el intervalo con mayor frecuencia es el de 500 a 600 μm , además de que el valor promedio es de 304.37 μm , se encuentra debajo del punto máximo de la curva, los valores oscilaran entre 300 y 600 μm , nuevamente obtenido un gran rango debido a la desviación estándar (168.96 μm).

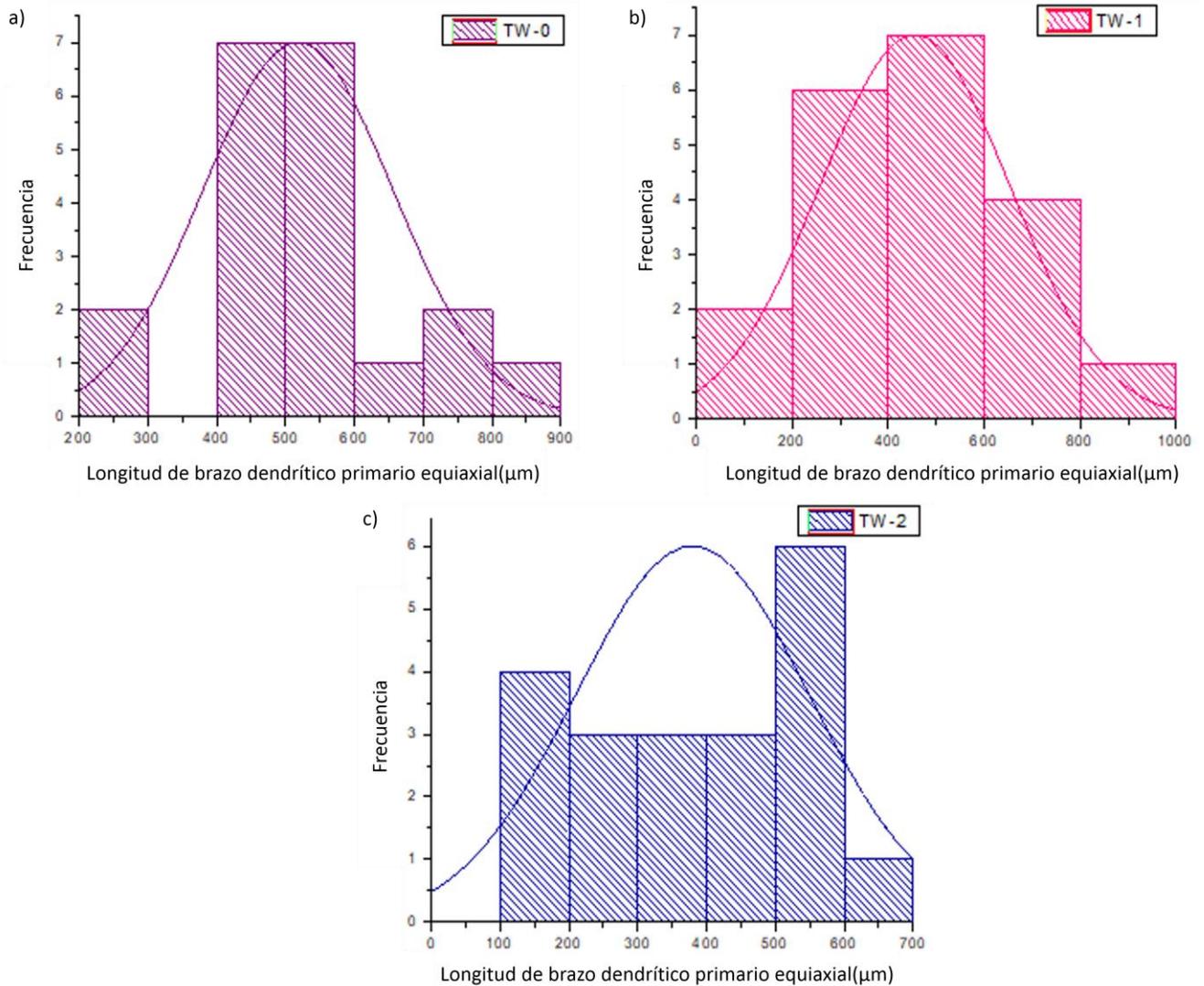


Figura 4.7. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico primario equiaxial. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.3.4 Longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial.

En la **Tabla 4.4** se observan los resultados obtenidos de los brazos dendríticos secundarios en la zona equiaxial, se puede observar que son los valores menores de menor longitud respecto a las mediciones anteriores, debido a que como se mencionó anteriormente hay un descenso en el gradiente de temperatura que comienza en un punto cercano a un brazo primario y se mueve a un punto intermedio entre los brazos primarios. Por lo tanto, el crecimiento de la intercara general será lento debido a que aquí el sobre enfriamiento es pequeño y el calor latente de fusión asociado con la formación de las puntas tiende a disminuir en magnitud [16].



Se puede observar que nuevamente el mayor valor promedio se presenta en el acero TW-0, siendo este de 365 μm , seguido de TW-1, siendo de 192.80 μm y finalmente TW-2 con 118.10 μm , se observa una menor desviación estándar en TW-1 y TW-2, 51.42 y 50.37 μm , respectivamente, indicando una mayor precisión y una mayor homogeneidad en la estructura.

Tabla 4.4. Resumen estadístico de la longitud del brazo dendrítico secundario columnar.

Parámetro	TW-0	TW-1	TW-2
Promedio, (μm)	365.85	192.80	118.10
Desviación estándar	180.29	51.42	50.37
Valor máximo, (μm)	538.57	308.02	222.32
Valor mínimo, (μm)	129.42	76.20	57.97
No. datos	20	20	20

La **Figura 4.8 a-c**, muestra los histogramas de frecuencia y las curvas de distribución normal de la longitud del brazo dendrítico secundario columnar. Primeramente, para TW-0 la curva normal, esta desplazada a la izquierda, siendo el valor promedio 365.85 μm , reportado en la **Tabla 4.4**, el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva, el desplazamiento de esta curva indica que los valores oscilaran entre 150 y 350 μm . Para el caso de TW-1, se observa la curva de distribución se encuentra desplazada hacia la izquierda, siendo el valor promedio 192.80 μm , se observa que este valor esta debajo del punto máximo de la curva y que el desplazamiento hacia la izquierda es ocasionado por esto, además para este caso los valores oscilaran entre 150 y 250 μm , se tiene un rango menor que en el acero TW-0 debido a que se tiene una desviación estándar menor (51.42 μm). Finalmente, para el acero TW-2, la curva se encuentra ligeramente desplazada a la izquierda el valor promedio es de 118.10 μm , se encuentra debajo del punto máximo de la curva, los valores oscilaran entre 50 y 150 μm , siendo este el rango más bajo de los tres aceros, con una desviación estándar menor.

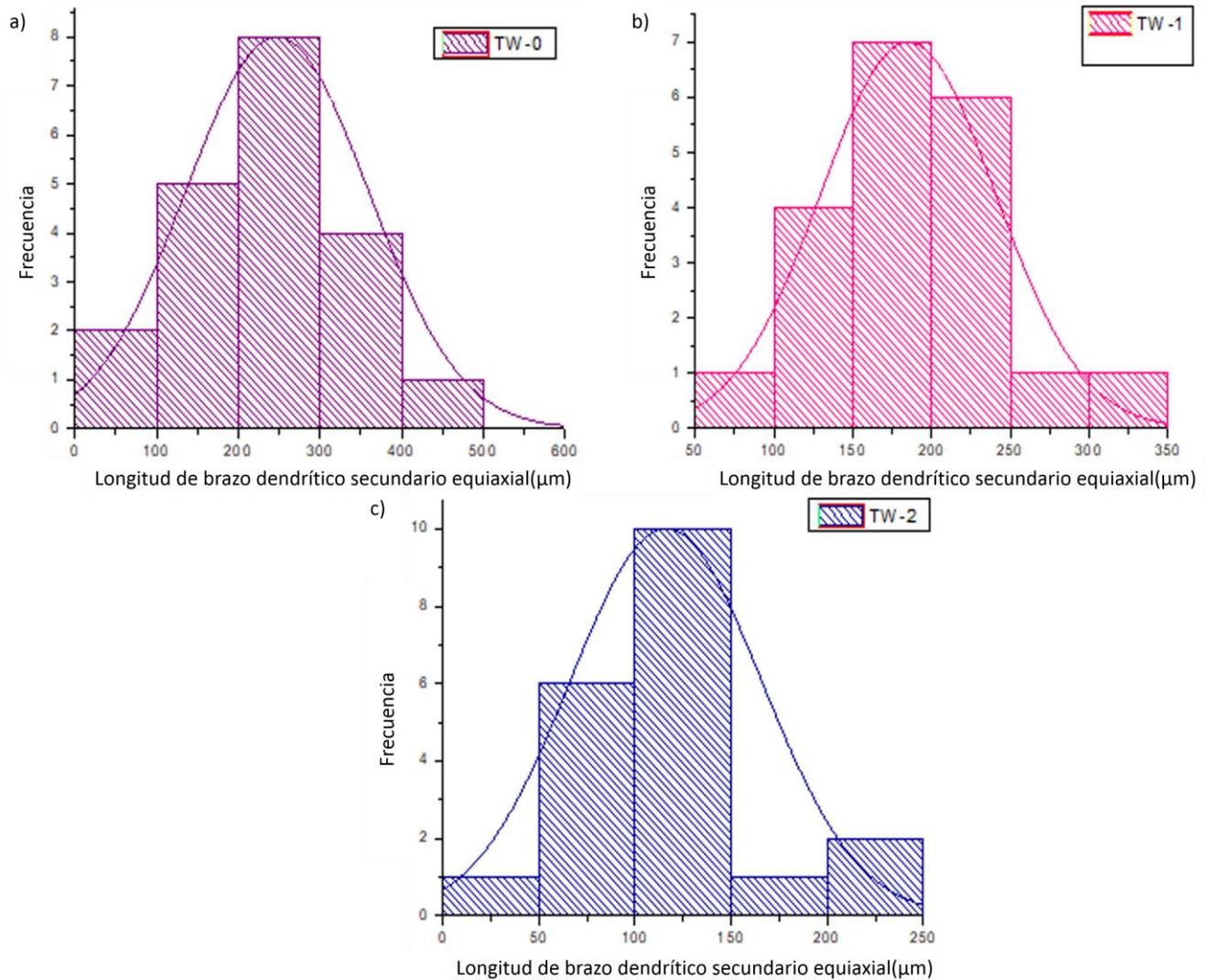


Figura 4.8. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal de la longitud de brazo dendrítico secundario equiaxial. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.3.5 Tamaño de grano austenítico columnar.

En la **Tabla 4.5** se muestra el resumen estadístico del tamaño de grano austenítico columnar, los resultados obtenidos corresponden aproximadamente con los resultados de la longitud de brazos primarios. Esto ocurre porque una vez las dendritas terminaron de crecer el líquido remanente que se encuentra entre ellas es el que empieza a solidificar embebiendo a las dendritas que tengan direcciones muy parecidas, por lo cual un grano puede contener de 1 hasta 4 dendritas a lo largo, según los datos obtenidos en [16].



También se observa que nuevamente el valor más alto es el de TW-0, siendo de 770.09 μm , seguido de TW-1 con 656.24 μm y finalmente TW-2 con 647.41 μm , confirmándose así que la presencia de boro y titanio refinó el grano, aunque no se observa cambio significativo entre TW-1 y TW-2. Por lo tanto, adicionar mayor boro no tendrá un efecto significativo, además de observar una reducción importante en la zona columnar, aumentando así la zona equiaxial.

Tabla 4.5. Resumen estadístico del tamaño de grano austenítico columnar.

Parámetro	TW-0	TW-1	TW-2
Promedio, (μm)	770.09	656.24	647.41
Desviación estándar	127.99	183.23	163.18
Valor máximo, (μm)	979.16	1200.79	1059.97
Valor mínimo, (μm)	588.45	401.82	306.42
No. datos	20	20	20

Al comparar los resultados obtenidos respecto de los de Rodríguez [17], donde él obtuvo un largo de grano austenítico de 3666.3 μm y un ancho de 564.1 μm , de tal manera que se puede observar que respecto al largo de grano existe una disminución considerable en las probetas estudiadas, lo cual permite observar de mejor manera el efecto de refinamiento de Ti y B, cuando se aumenta la cantidad de dichos elementos.

La **Figura 4.9 a-c** muestra los histogramas de frecuencia y las curvas de distribución normal de la longitud del tamaño de grano austenítico. Primeramente, para TW-0, la curva normal esta desplazada a la izquierda, siendo el valor promedio 770.09 μm , reportado en la **Tabla 4.5** el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva, el desplazamiento de esta curva indica que los valores oscilaran entre 650 y 850 μm . Para el caso de TW-1, se observa un intervalo vacío entre 1000 y 1200 μm , la curva de distribución se encuentra desplazada hacia la izquierda, siendo el valor promedio 656.24 μm , se observa que este valor esta debajo del punto máximo de la curva y que el desplazamiento hacia la izquierda es ocasionado por esto, además de que el intervalo con mayor frecuencia se encuentra entre 400 y 600 μm , para este caso los valores oscilaran entre 400 y 800 μm , se tiene un rango menor que en el acero TW-0 debido a que se tiene una desviación estándar mayor (183.23 μm). Finalmente, para el acero TW-2, la curva se encuentra ligeramente desplazada a la izquierda el valor promedio es de 647.41 μm , se encuentra debajo del punto máximo de la curva, los valores oscilaran entre 400 y 800 μm , de igual manera que en el acero TW-1, dado que los valores obtenidos fueron muy parecidos.

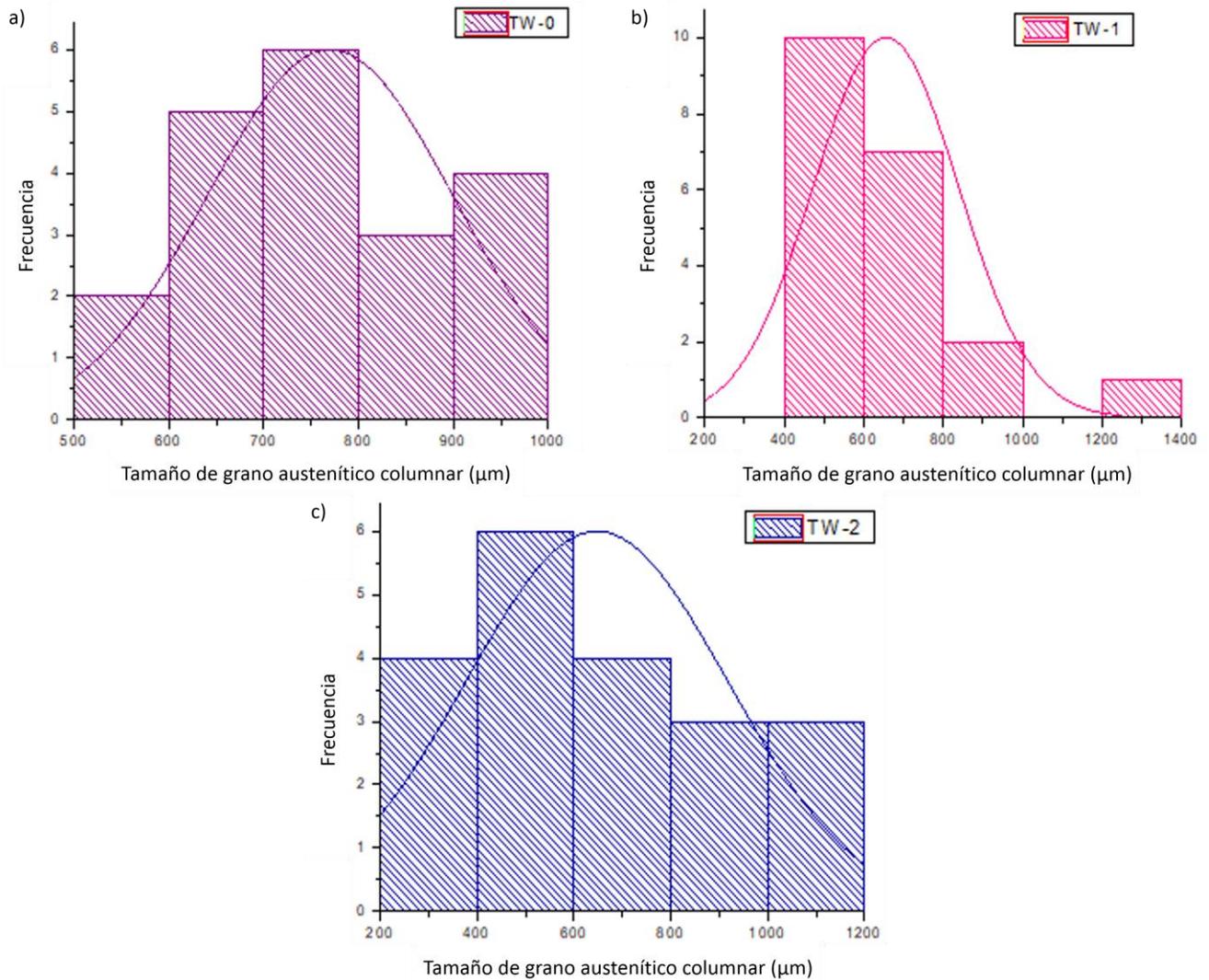


Figura 4.9. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal del tamaño de grano austenítico columnar. a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.3.6 Tamaño de grano austenítico equiaxial.

En la **Tabla 4.6** se muestra el resumen estadístico del tamaño de grano austenítico equiaxial, los resultados obtenidos nuevamente corresponden aproximadamente con los resultados de la longitud de brazos primarios. Nuevamente, se observa el valor más alto en el acero TW-0, siendo de 531.86 μm , seguido de TW-1 con 432.02 μm y finalmente TW-2 con 344.87 μm , confirmándose nuevamente que la presencia de boro y titanio refinó el grano, pero en este caso el boro tuvo un efecto mayor que en el grano columnar, ya que se obtiene un valor



mucho menor en TW-2 siendo esta la probeta con mayor contenido de boro, concluyendo así que el boro amplifica el efecto del titanio como refinador para el grano equiaxial.

Tabla 4.6. Resumen estadístico del tamaño de grano austenítico equiaxial.

Parámetro	TW-0	TW-1	TW-2
Promedio, (μm)	531.86	423.02	344.87
Desviación estándar	185.06	96.28	157.06
Valor máximo, (μm)	868.72	581.43	676.41
Valor mínimo, (μm)	227.81	235.67	147.98
No. datos	20	20	20

Al comparar los resultados obtenidos respecto a los de Rodríguez [17], el cual fue de 928.5 μm , utilizando molde metálico, se observa que los resultados obtenidos son menores, lo cual como ya se mencionó se atribuye a la mayor cantidad de Ti y B, además se observa que el efecto de refinamiento de estos elementos es más marcado en el tamaño de grano que en la estructura dendrítica.

La **Figura 4.10 a-c** muestra los histogramas de frecuencia y las curvas de distribución normal de la longitud del tamaño de grano austenítico equiaxial. Primeramente, para TW-0 la curva normal está ligeramente desplazada a la derecha, siendo el valor promedio 531.86 μm , reportado en la **Tabla 4.6** el cual se encuentra debajo del punto máximo de la curva, el desplazamiento de esta curva nos indica que los valores oscilaran entre 450 y 700 μm . Para el caso de TW-1, la curva de distribución se encuentra desplazada hacia la derecha, siendo el valor promedio 423.02 μm , se observa que este valor esta debajo del punto máximo de la curva y que el desplazamiento hacia la derecha es ocasionado por esto, además de que el intervalo con mayor frecuencia se encuentra entre 400 y 500, para este caso los valores oscilaran entre 300 y 500 μm , se tiene un rango menor que en el acero TW-0 debido a que se tiene una desviación estándar menor (96.28 μm). Finalmente, para el acero TW-2, la curva se encuentra ligeramente desplazada a la izquierda el valor promedio es de 344.87 μm , se encuentra debajo del punto máximo de la curva, los valores oscilaran entre 200 y 400 μm , siendo este el rango menor debido al refinamiento de grano.

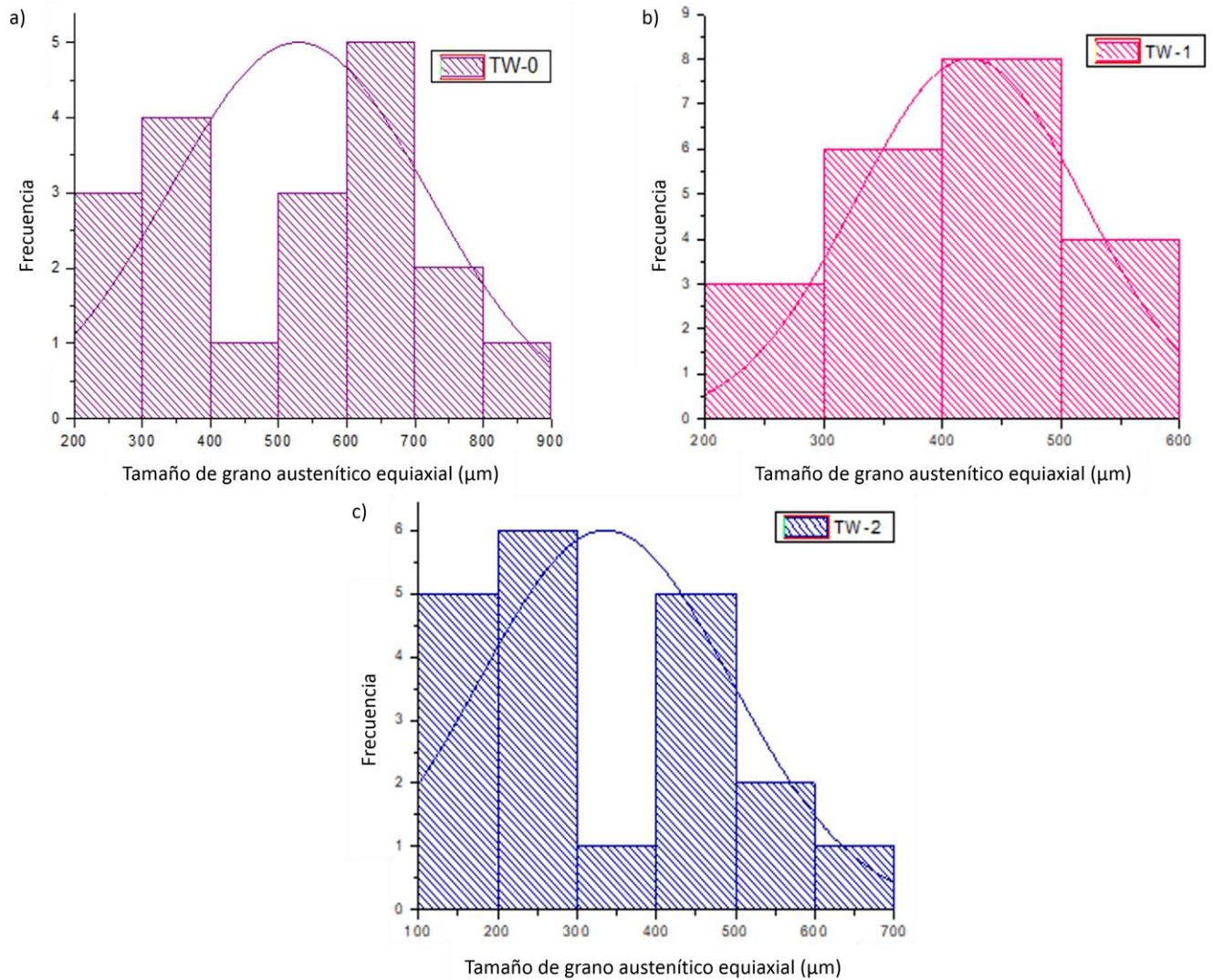


Figura 4.10. Histogramas de frecuencia con curvas de distribución normal del tamaño de grano austenítico equiaxial a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.4 Difracción de rayos-X.

La **Figura 4.11 a-c** presenta los patrones de difracción obtenidos en los diferentes aceros TWIP, los picos mostrados en todos los casos corroboran las presencias de la fase austenita a temperatura ambiente, y a su vez permiten observar una débil tendencia a la formación de la fase ferrita-(α). La formación de ferrita se promueve como consecuencia del fenómeno de segregación ocurrido durante la solidificación y el enfriamiento posterior del acero.

De manera general, se pueden presentar reacciones peculiares de transformación de fase $\gamma_{fcc} \rightarrow \epsilon_{hcp} \rightarrow \alpha_{bcc}$ derivadas de la misma composición química, debido a que los elementos soluto logran modificar las distancias interplanares al entrar en solución sólida como elementos sustitucionales o intersticiales y por ende modifican la energía interna de la red, lo cual modifica la energía de falla de apilamiento (EFA) [7].

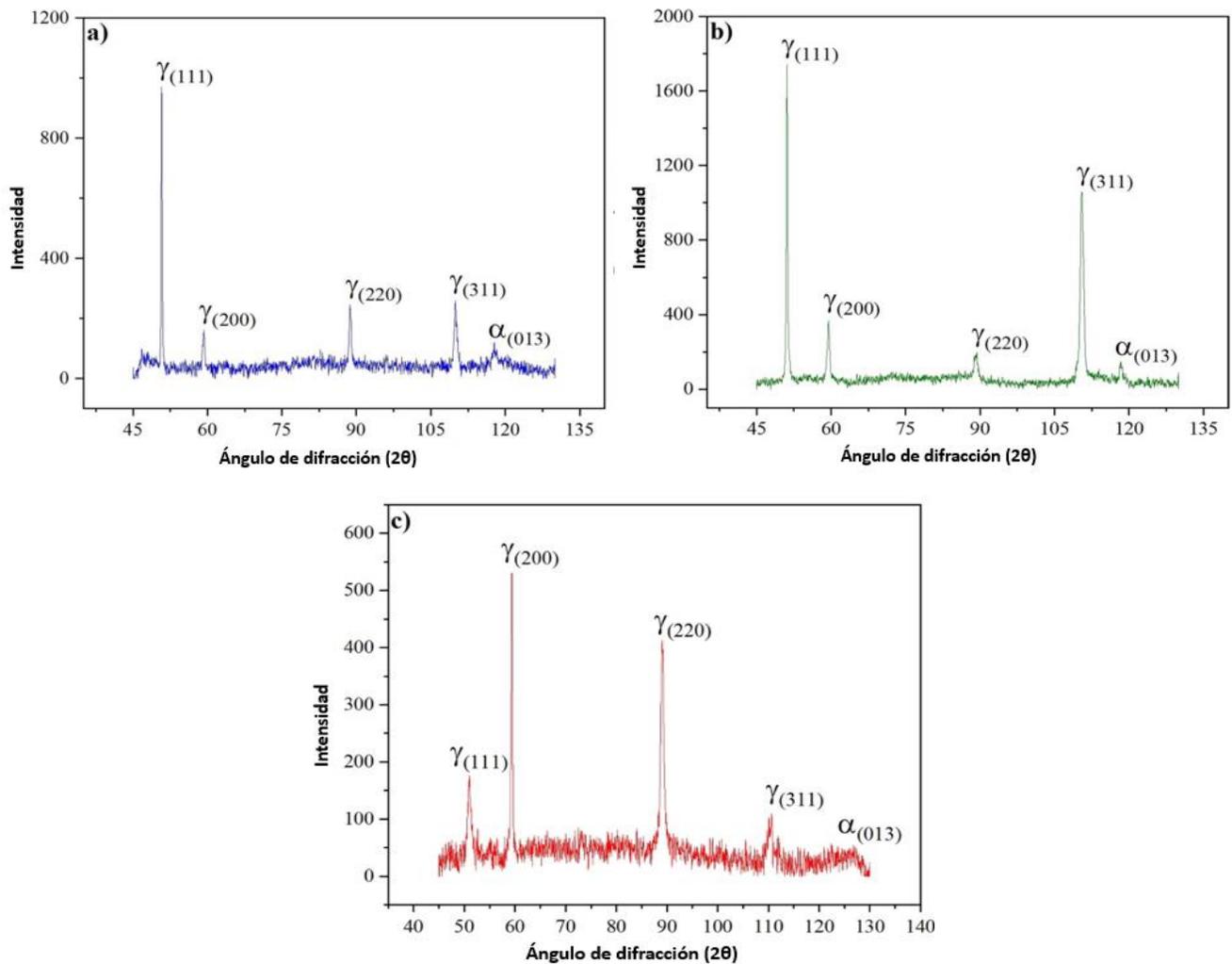


Figura 4.11. Patrones de difracción de los aceros TWIP: a) TW-0, b) TW-1 y c) TW-2.

4.5 Microscopia electrónica de barrido (MEB).

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en microscopia electrónica de barrido, los cuales corresponden a los barridos en línea realizados en dos zonas de cada probeta, con el fin de entender mejor la segregación, también se presentan los análisis puntuales usados para la identificación de inclusiones.



4.5.1 Barridos en línea.

Con los resultados obtenidos de los barridos en línea, fue posible analizar la segregación en los aceros TWIP, estos barridos se realizaron en dos zonas en cada acero, como se muestra en las **Figuras 4.12-4.14**.

De manera general, en las **Figuras 4.12-4.14**, se observa un decremento de los elementos base del acero, Fe, Mn en los espacios interdendríticos y un aumento de los elementos aleantes principalmente, Si, C, O y Al, y para el caso de los aceros TW-1 y TW-2 microaleados con boro, también se observa un incremento de dicho elemento en los espacios interdendríticos. Este fenómeno es conocido como segregación, se da durante la solidificación dendrítica de metales y aleaciones, y consiste en una no uniformidad de la composición química. Para el caso concreto del acero, el cual contiene elementos de aleación, algunos de estos elementos forman solutos que son más solubles en el sólido que en el líquido, de manera que, durante la solidificación del acero en los procesos de colada, estos compuestos tienden a abandonar el sólido recién formado y enriquecer el líquido remanente [21]. La segregación es perjudicial, debido a que puede provocar fragilización y agrietamiento en los aceros [22], así mismo la segregación promueve la presencia de segundas fases, específicamente de precipitados.

Al comparar las **Figuras 4.13 y 4.14** las cuales corresponden a los aceros microaleados con boro (TW-1 y TW-2), respecto a la **Figura 4.12**, la cual corresponde al acero de referencia (TW-0), primeramente se observa que la probeta con una mayor segregación es la TW-1, seguida de la TW-0 y finalmente la TW-2, la probeta TW-2 es la que tienen menor segregación, ya que como se observó en el análisis estadístico es la que posee los resultados menores tanto en la longitud de los brazos dendríticos, como en el tamaño de grano ausentico, al tener menores tamaños, se tiene una distribución más homogénea de los elementos y se esperan mejores propiedades mecánicas, en cuanto a TW-0, tampoco se observa una gran segregación, esto probablemente se deba a la cristalización de dendrita incoherente, donde algunas dendritas son más gruesas y largas que otras en algunas zonas, por tanto es difícil su análisis y finalmente la alta segregación en TW-1, se debe a los resultados estadísticos obtenidos, donde se tiene un mayor tamaño en los brazos dendríticos primarios y secundarios, por tanto una mayor heterogeneidad en la estructura.

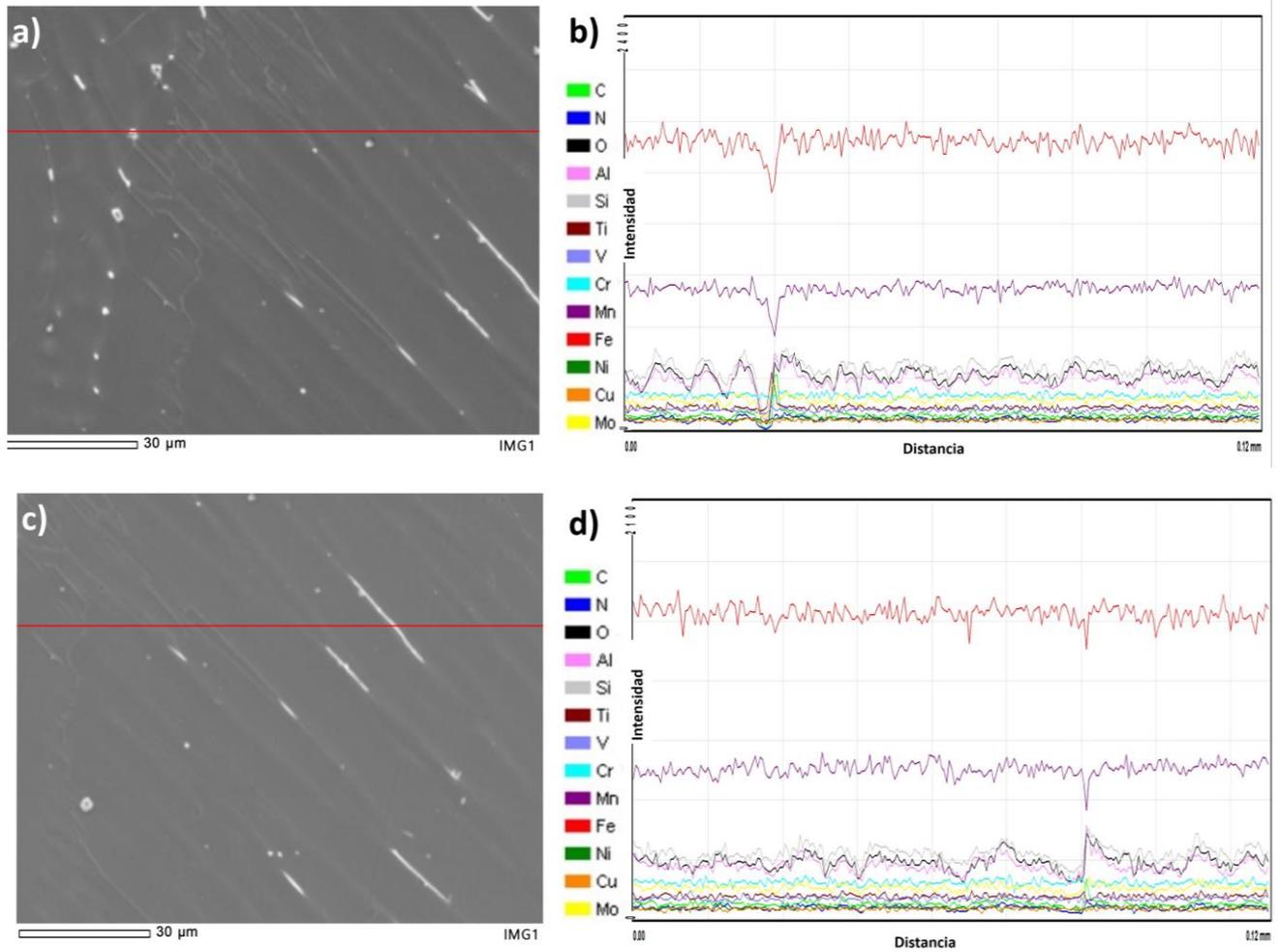
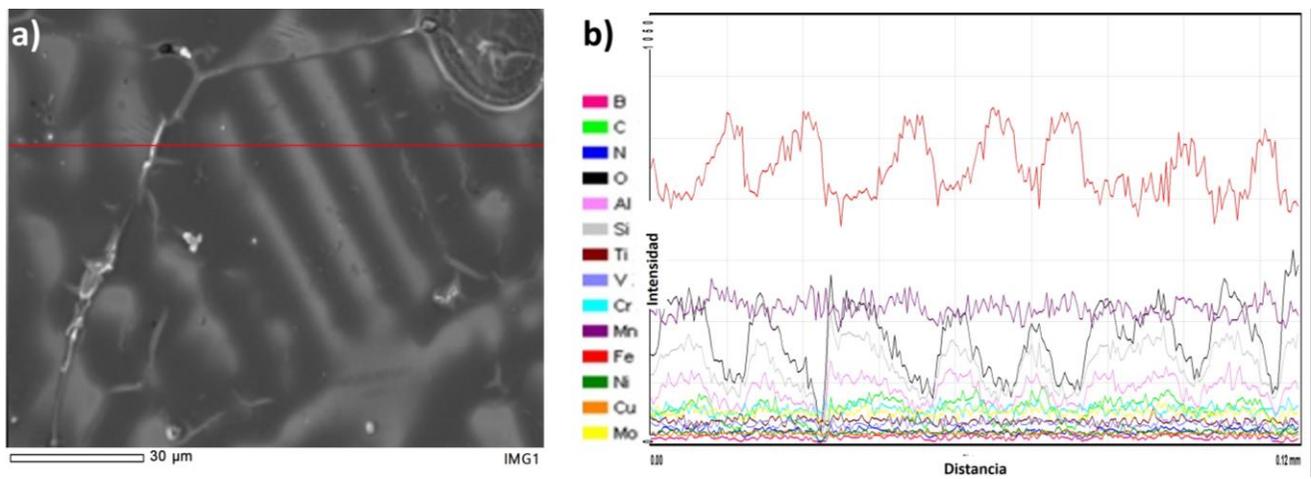


Figura 4.12. Resultados del barrido en línea realizado en TW-0, a-b) Zona 1, c-d) Zona 2.



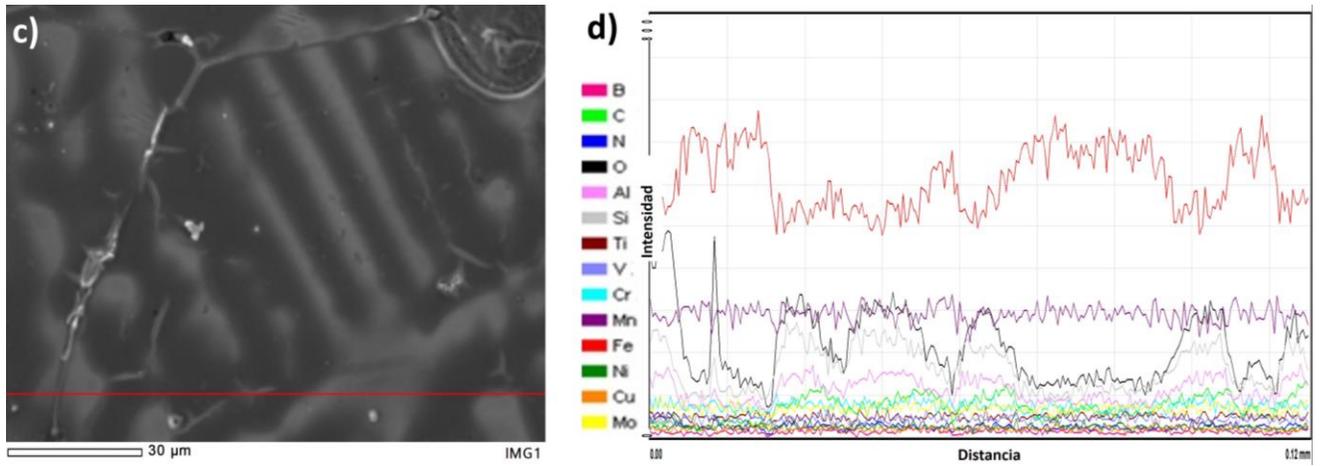


Figura 4.13. Resultados del barrido en línea realizado en TW-1, a-b) Zona 1 y c-d) Zona 2.

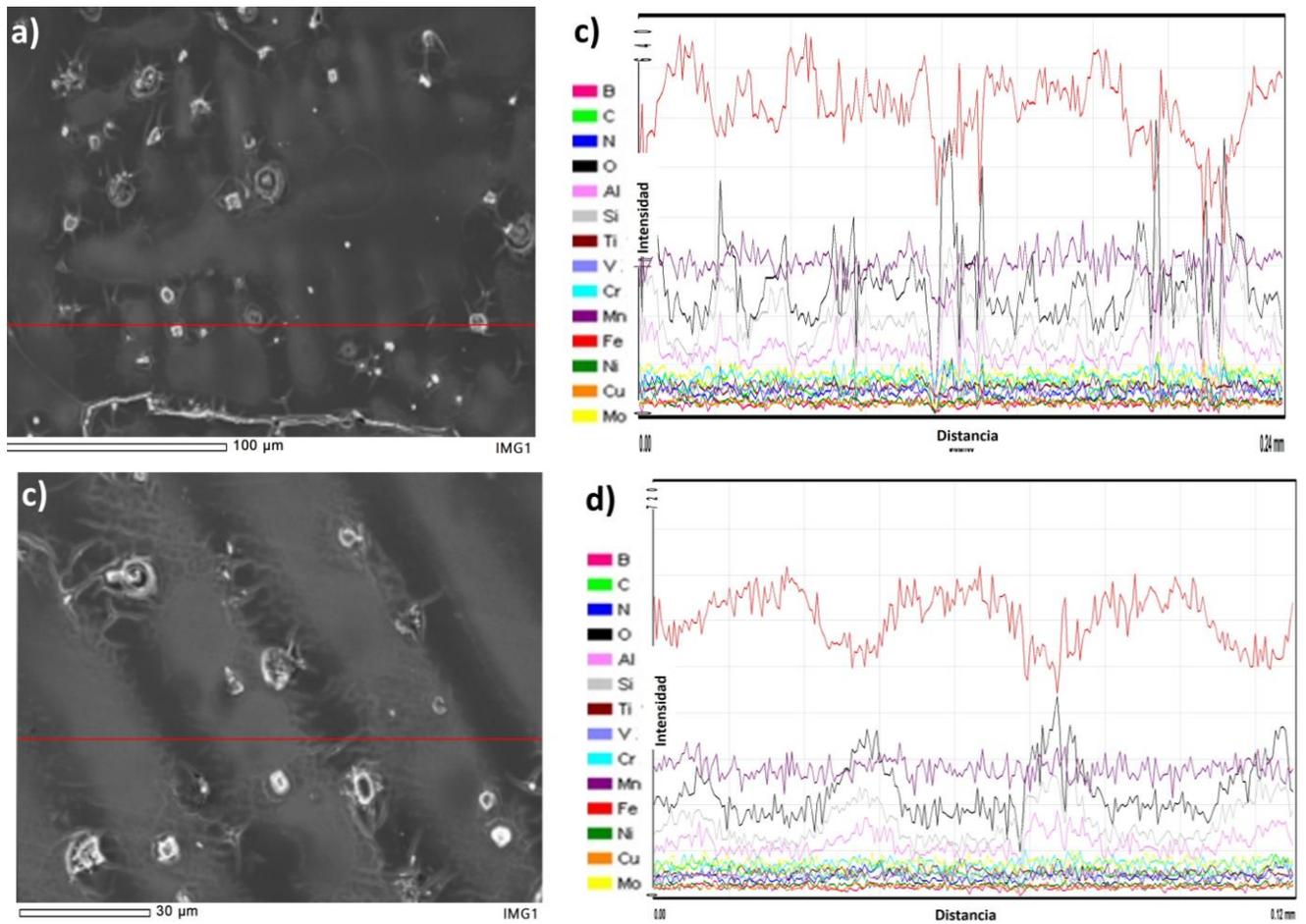


Figura 4.14. Resultados del barrido en línea realizado en TW-2, a-b) zona 1 y c-d) Zona 2.



4.5.2 Análisis puntuales.

Mediante análisis puntuales, fue posible determinar los precipitados presentes en los aceros TWIP, los cuales se muestran en las **Figuras 4.15-4.17**, así como los difractogramas correspondientes a cada precipitado.

En las **Figuras 4.15-4.16 a-b**, se observa la presencia de sulfuro de manganeso(MnS), este precipitado se forma si la velocidad de enfriamiento es suficientemente lenta, donde el Mn tendrá tiempo de difundir a los límites de grano y formara MnS, la presencia de este precipitado en los límites de grano puede ser perjudicial al provocar fragilización [22], en los casos de TW-0 y TW-1, efectivamente se observa que se formó en los límites de grano, **Figura 4.15a** y **4.16a** respectivamente, pero para el caso de TW-2, **Figura 4.17a**, este precipitado se observa dentro del grano, lo cual puede ayudar a aumentar la dureza al impedir el movimiento de dislocaciones.

En TW-0, la **Figura 4.15 a** y **c**, muestra la presencia de precipitados de nitruro de titanio, en las regiones interdendríticas producto de la segregación o bien como se formó al inicio de la solidificación y actuó como sitio de nucleación, finalmente para TW-0, en la **Figura 4.13 d**, se observa una partícula la cual contiene principalmente molibdeno pero también se observa un gran contenido de carbono, por tanto se asume que se trata de un carburo de molibdeno, estos carburos aparecen durante la solidificación del acero. El molibdeno en solución efectivamente suprime la formación de carburos fragilizantes y de la perlita. Recordando que el molibdeno, se añade en proporciones, en el rango de 0.5 a 2 %wt, con el objetivo de mejorar la tenacidad, disminuir la formación de grietas y aumentar el límite elástico. El efecto del molibdeno es provocar la precipitación de carburos pequeños y redondeados (en lugar de agujas) que no afecten a la tenacidad del material, por tanto, se puede concluir que este tipo de precipitados es beneficioso para el acero [20].

Para TW-1, la **Figura 4.15 a** y **c**, muestra la presencia de una partícula con un alto contenido de carbono y manganeso, por lo que se asume que se trata de un carburo de manganeso, el cual se forma debido al alto contenido de manganeso, la presencia de este tipo de carburos no es deseada debido a que reduce las propiedades mecánicas del acero.

Y finalmente para TW-2, en la **Figura 4.17 a** y **c**, se observa la presencia de varias partículas de AlN, este precipitado como se observa en la **Figura 4.17c** se formó al inicio de la solidificación, actuando como sitio de nucleación, que permite un refinamiento en el tamaño de grano y la estructura dendrítica. Por otra parte, en la **Figura 4.17 d**, se observa la presencia de una partícula de cobre, lo cual se puede corroborar en la **Figura 4.17**

c, esta partícula se formó debido a la segregación, ya que, durante la solidificación el cobre fue rechazado y difundió hacia las regiones interdendríticas.

Al comparar por resultados en los análisis puntuales, se observa que el acero con mayor contenido de precipitados es el TW-2, esto puede ser beneficioso dependiendo del tipo de precipitados, debido a, que los precipitados que son insolubles, con un alto punto de fusión, actúan como sitios de nucleación y entre mayor sitios de nucleación se tenga, se lograra una mayor refinación tanto de grano como en la estructura dendrítica, lo cual efectivamente sucedió y se puede corroborar con los resultados del análisis estadístico, además que estos precipitados pueden aumentar las propiedades mecánicas del acero al impedir el movimiento de dislocaciones, así como también pueden prevenir la formación de fases indeseadas.

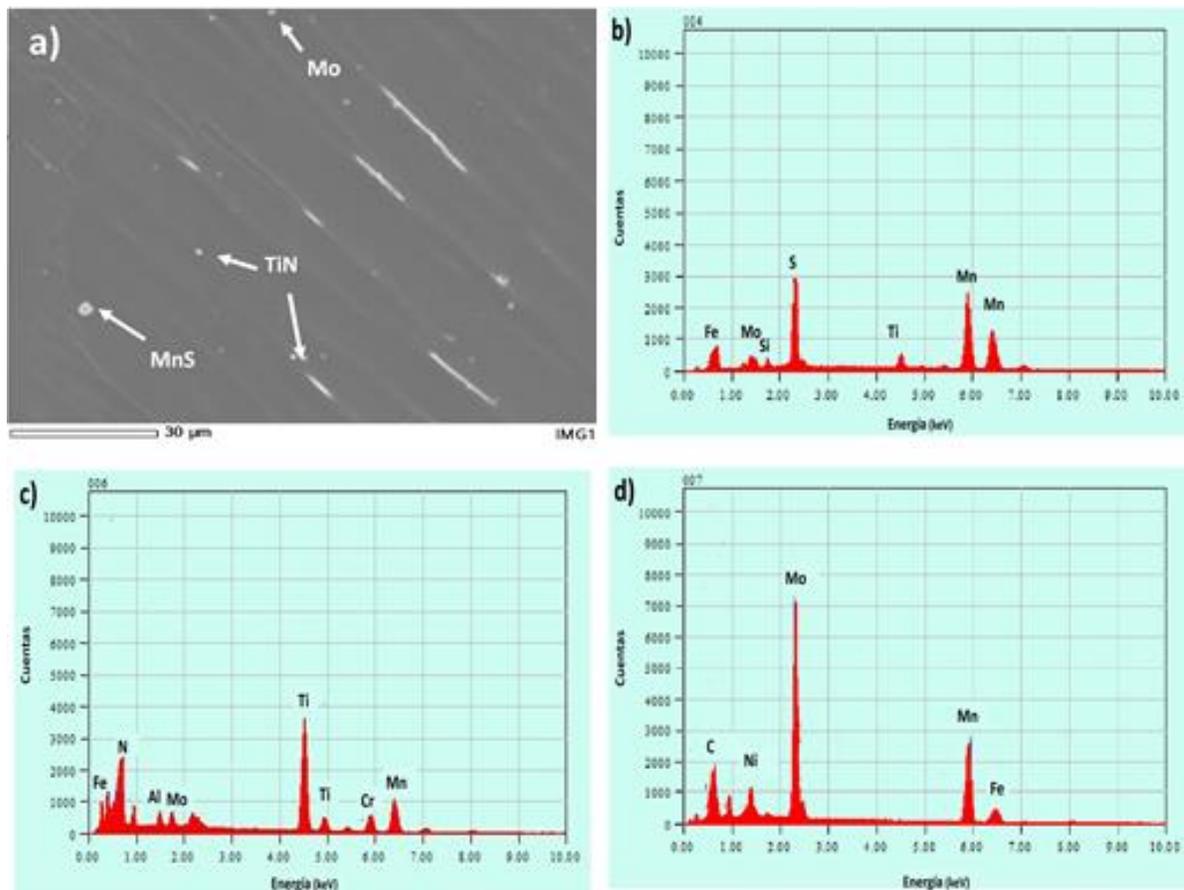


Figura 4.15. a) Precipitados presentes de MnS, TiN y Mo en TW-0 con su respectivo difractograma, b) MnS, c) TiN y d) Mo.

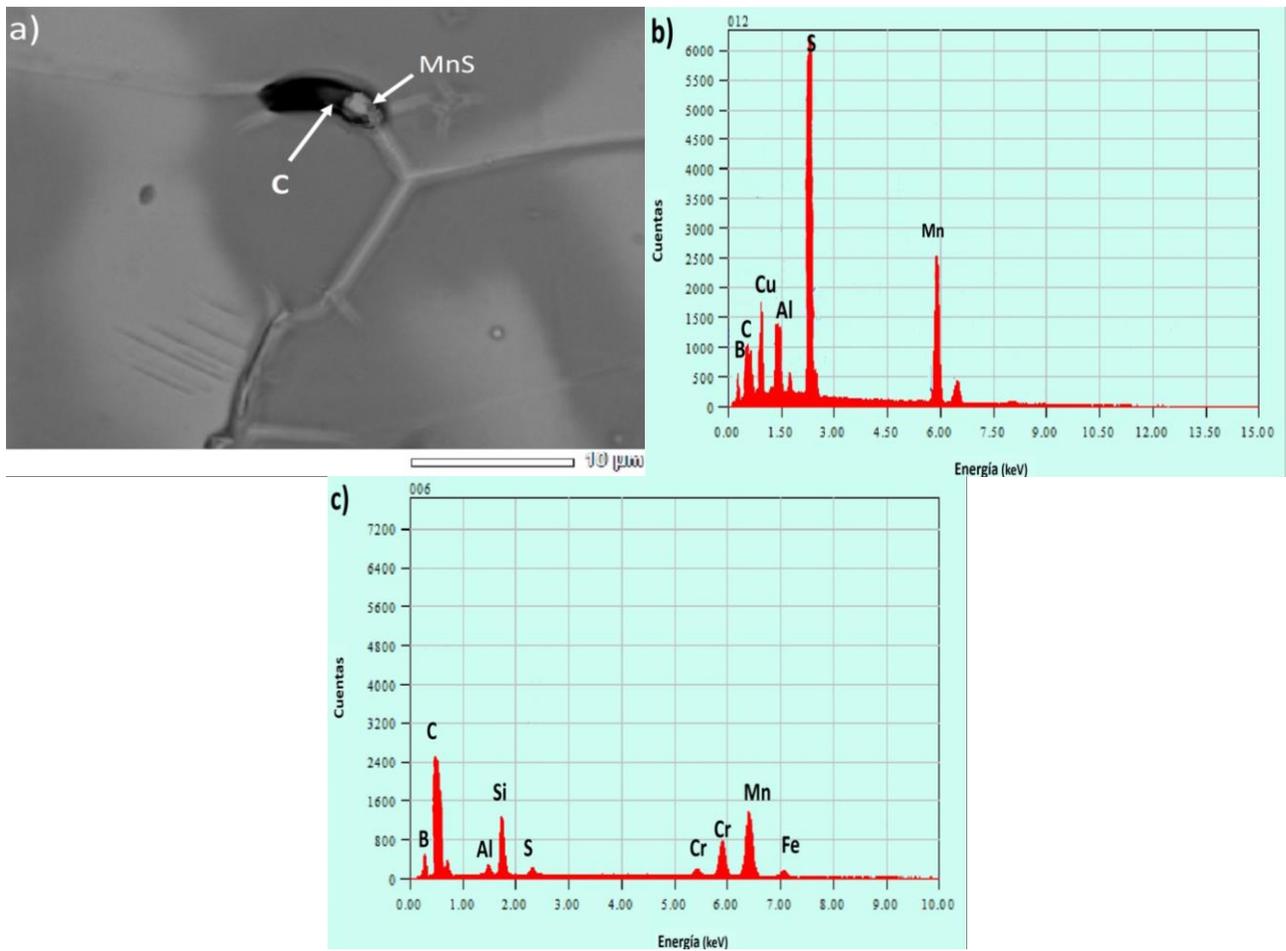


Figura 4.16. a) Micrografía de TW-1, b) Difractograma correspondiente a la partícula de MnS, c) Difractograma correspondiente a la partícula C (borocarburo).

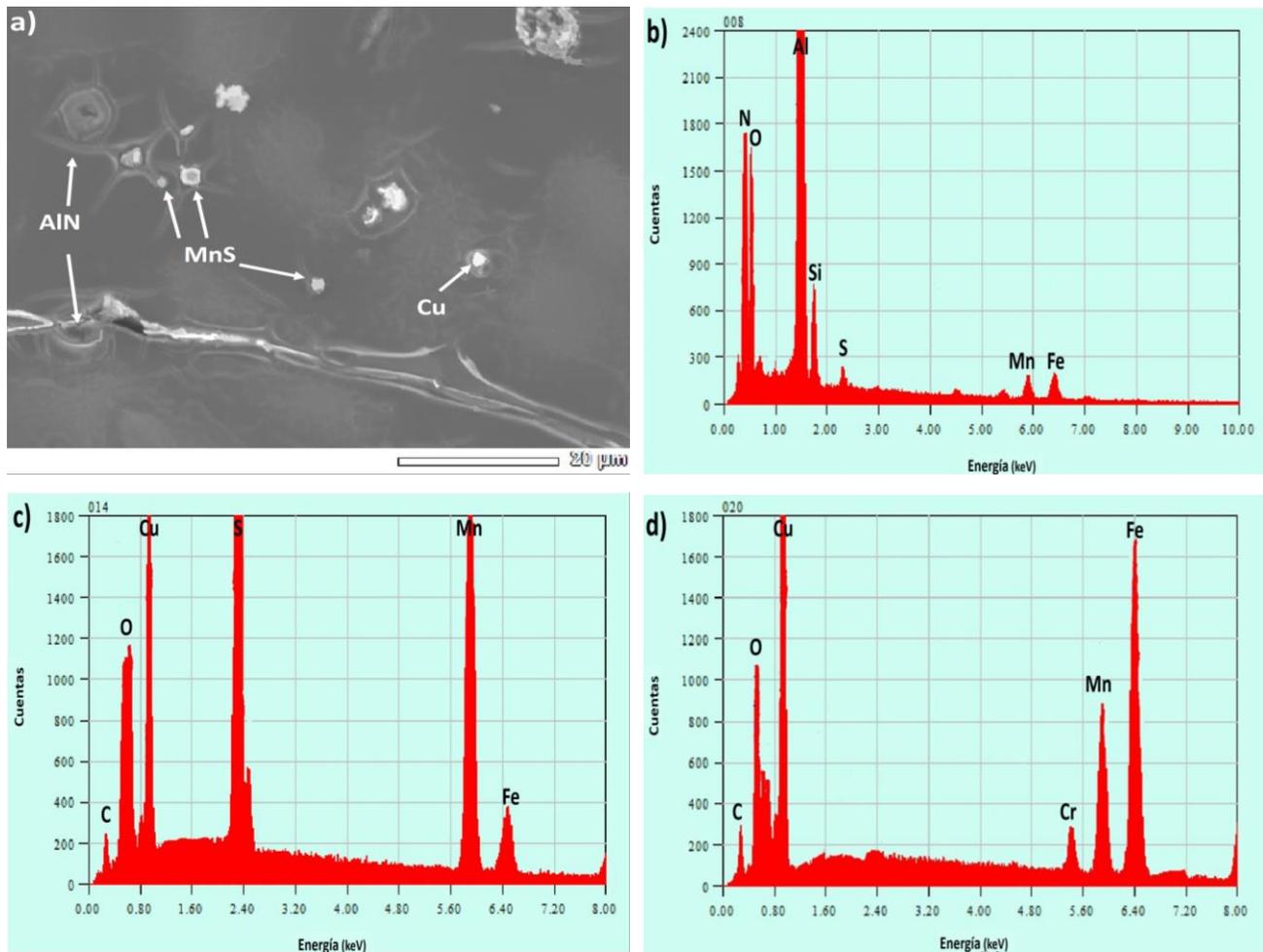


Figura 4.17. a) Precipitados presentes de MnS, AlN y Cu en TW-2 con su respectivo difractograma, b) MnS, c) AlN y d) Cu.

4.6 Análisis de la microdureza.

De manera general, en la **Tabla 4.7** se puede ver que las zonas columnares presentan una mayor dureza, a que al ser la zona más cercana al molde tiene una alta velocidad de enfriamiento, lo que suprime la macro segregación de los solutos y por tanto conduce a una distribución más homogénea de la dureza [13].

Por otro lado, en la zona de transición existe una disminución de la dureza debido al cambio de estructura de colada, de columnar a equiaxial. Finalmente, en la zona equiaxial la dureza disminuye y se homogeniza por efecto del tiempo consumido durante la solidificación al centro del lingote [16].



Respecto a la composición de los aceros TWIP, se puede observar que los valores menores de dureza se obtienen en el acero TW-1 debido a que existe una menor segregación, provocado por el refinamiento de las dendritas. La adición de elementos microaleantes en los aceros TWIP tendrá un efecto positivo, pues en etapas posteriores de conformado mecánico serán necesarios menores tiempos de algún tratamiento térmico que se le dé al material para disminuir el grado de segregación [17].

El aumento en la dureza en TW-2 respecto a TW-1 se debe a la presencia de precipitados de boro por ejemplo el Cr_2B que se observa en la **Figura 4.16b**, ya que como se mencionó este precipitado aumenta la dureza al impedir el movimiento de las dislocaciones.

Finalmente, al comparar los resultados obtenidos respecto a los de Villanueva [16] y Rodríguez [17], respecto a su probeta de Ti/B, cuya composición para ambos fue de Fe- 23Mn- 0.5C- 1.5Al- 1.3Si-0.012N, 140 ppm de Ti y 40 ppm de B, cuyas durezas (HV) obtenidas por Villanueva [16] en la zona columnar fue de 176.8, en la zona de transición 179.2 y en la zona equiaxial de 174.5, mientras que para Rodríguez [17] en la zona columnar fue de 189.2y en la zona equiaxial de 189.3. Se puede observar que en las probetas estudiadas en este trabajo poseen menor dureza, esto se atribuye tanto a la mayor cantidad de Ti y B, así como a los elementos aleantes presentes, por ejemplo, hay mayor contenido de Al y Si y menor cantidad de C, los cuales disminuyeron la dureza del material.

Tabla 4.7. Resumen estadístico de la microdureza.

Aceros	Zona columnar		Zona de transición		Zona equiaxial	
	Promedio microdureza $HV_{0.5}$ (Kg/mm ²)	Desviación estándar	Promedio microdureza $HV_{0.5}$ (Kg/mm ²)	Desviación estándar	Promedio microdureza $HV_{0.5}$ (Kg/mm ²)	Desviación estándar
TW-0	161.26	9.58	156.50	4.46	153.65	5.96
TW-1	146.44	2.52	134.42	5.85	129.81	6.43
TW-2	156.38	8.4	149.86	3.89	137.56	7.77

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES



5.1 Conclusiones.

Mediante caracterización metalográfica y análisis estadístico se ha estudiado el patrón de solidificación, en términos de la longitud de brazos dendríticos, primarios y secundarios, así como el tamaño de grano austenítico en la zona columnar y equiaxial, en un acero TWIP de composición base Fe-Mn-Al-Si-Cr-Ni-Cu-C-Ti microaleado con 180 ppm y 470 ppm de B. De los resultados obtenidos se concluye lo siguiente:

- a) Los cálculos termodinámicos realizados en el software JMatPro han permitido obtener diagramas teóricos de transformación de fases que ayudaron a la identificación de precipitados presentes, que perjudican al material. Este corresponde principalmente a MnS y carburos del tipo $M_{23}C_6$ y M_6C . Para el caso de los aceros microaleados con boro también se encontraron precipitados del tipo M_3B_2 y MB_2C_{32} . Específicamente para TW-2 se encontró la presencia de Cr_2B el cual es un precipitado que aumenta la dureza del material e impide la formación de Fe_2B .
- b) La estructura de solidificación en los aceros TWIP, corresponde a la estructura típica de colada, una zona con granos Chill, una zona con granos columnares y una zona con granos equiaxiales.
- c) Los resultados obtenidos por difracción de rayos-X muestran la presencia de ferrita en una cantidad mínima que modifica la EFA.
- d) De manera general en los resultados de barridos en línea, se puede observar que en los espacios interdendríticos existe un decremento de los elementos base del acero, Fe, Mn y un aumento de los elementos aleantes principalmente, Si, C, O y Al, lo cual favorece la formación de segundas fases consecuencia de la segregación. De los análisis puntuales se observa la presencia de MnS en los límites de grano que pueda afectar en procesos posteriores ocasionando fragilización.
- e) En cuanto a la dureza, los valores menores de dureza se encontraron en la zona equiaxial, los valores intermedios se presentan en la zona de transición y los valores mayores en la zona columnar, debido a los diferentes tiempos de solidificación en cada zona ocasionando un reparto diferente de los elementos.



- f)** La adición de boro afecta la dureza, disminuyéndola al compararse con el acero de referencia TW-0, pero al comparar el efecto que tuvo en ambos aceros microaleados con B (TW-1 y TW-2) se observa que, al aumentar la cantidad de boro, la dureza se incrementa probablemente por la presencia de precipitados boro.

- g)** Finalmente se encontró que la adición de Ti y B, tienen un efecto positivo sobre la estructura de colada, dicho efecto mejora al incrementar el contenido de B. Los beneficios corresponden con el refinamiento de la estructura dendrítica y el tamaño de grano austenítico. En consecuencia, el grado de segregación puede reducirse y, por lo tanto, disminuir la fragilidad asociada con la dureza.



Referencias bibliográficas.

- [1] Schaeffler, J. (2005). Introduction to Advanced High Strength Steels Part I: Grade Overview. *Stamping Journal*. Recuperado de <https://www.thefabricator.com/stampingjournal/article/metalsmaterials/introduction-to-advanced-high-strength-steels---part-i>
- [2] Keele, S. (2014) World Auto Steel: “Advanced High Strength Steel (AHSS) Application Guidelines”, Version 3, International, pp. 27-276.
- [3] De Cooman, B., Kwon, O. y Chin, K. (2012). State of the-knowledge on TWIP steels. *Materials Science and Technology*, 28(5). 513- 527. doi: 10.1179/1743284711Y.0000000095
- [4] Allain, S., Chateau, J., Bouaziz, O., Migot, S., y Guelton, N. (2004). Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanism in Fe-Mn-C alloys. *Materials Science and Technology A*, 387- 389(1), 158-162. doi: 10.1016/j.msea.2004.01.059
- [5] Mesquita, R., Schneider, R., Steineder, K., Samek, L. y Arenholz, E. (2013). On the austenite stability of a new quality of twinning induced plasticity steel, exploring new ranges of Mn and C. *Metal. Metallurgical and Materials Transactions A*, 44(9), 4015-4019. doi: 10.1007/s11661-013-1741-8
- [6] Kim, X. (2012). Multiphase particle-size grouping model of precipitation and its application to thermal processing of microalloyed steel. Tesis doctoral. Universidad de Illinois. p. 138.
- [7] Salas, E. A. (2014). Estudio de la ductilidad en caliente de aceros Fe-Mn-C-Al-Si de plasticidad inducida por maclaje (TWIP). Tesis Doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México.
- [8] Grajcar, A., Kalinowska-Ozgowicz, E., Opiela, M., Grzegorzczuk, B. (2012) Segregation of alloying elements in thermomechanically rolled medium-Mn multiphase steels. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 55(2), 256-264.



- [9] Haldar, Arunansu, Suwas, Satyam, Bhattacharjee, Debashish. (2009) *Microstructure and Texture in Steels: And Other Materials*, E-Publishing, Springer-Verlag, Londres.
- [10] Lan, P., Song, L., Du, C. y Zhang, J. (2014). Analysis of solidification microstructure and hot ductility of Fe–22Mn–0.7C TWIP Steel. *Materials Science and Technology*, 30(11), 1297-1304. doi: 10.1179/1743284714Y.0000000560
- [11] Lan, P. y Zhang, J. (2015). Thermophysical Properties and Solidification Defects of Fe–22Mn–0.7C TWIP Steel. *Steel Research International*, 87(2), 250-261. doi: 10.1002/srin.201500022
- [12] Lang, P., Tang, H., y Zhang, J. (2016). Solidification Microstructure, Segregation, and Shrinkage of Fe-Mn-C Twinning Induced Plasticity Steel by Simulation and Experiment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(6), 2964-2984. doi: 10.1007/s11661-016-3445-3
- [13] Wang, B., Zhong, H., Li, X., Wang, X., Wu, T., Liu Q. y Q. Zhai, Q. (2019). Thermal Simulation Study on the Solidification Structure and Segregation of a Heavy Heat-Resistant Steel Casting. *Metals*, 9(2):249, doi: 10.3390/met9020249
- [14] Kim, J., Kwon, M., Bian, J., Mohrbacher, H., Song, T., Kim, S. y De Cooman, B. (2018). Solidification Microsegregation and Hot Ductility of Fe-Mn-C-Al-xNb TWIP Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*. doi: 10.1007/s11661-018-4893-8
- [15] Scott, C., Allain, S., Faral, M. y Guelton, N. (2006). The development of a new Fe-Mn-C austenitic steel for automotive applications. *Revue de Métallurgie*, 103(6), 293-302. doi: 10.1051/metal:2006142.
- [16] Villanueva, O. (2016). Determinación estadística del tamaño de dendritas en aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) microaleados y solidificados en molde metálico. Tesis de licenciatura. Universidad Politécnica Juventino Rosas. Guanajuato, México.



- [17] Rodríguez, R. (2017) Caracterización de la estructura de colada de aceros avanzados de alta resistencia de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) en condición de enfriamiento lento. Tesis de licenciatura. Facultad de Química. Universidad Nacional Autónoma de México.
- [18] ASM International. (2004) .Metallography and Microstructures, Solidification structure of steel and cast iron, ASM Handbook, Vol. 9
- [19] Higerá, O., Tristáncho, J. y Florez, C. (2007). Fundamentos teóricos de los aceros auteníticos al manganeso (Aceros Hadfield). Scientia et Technica. Recuperado de: https://www.researchgate.net/publication/26544287_Fundamentos_teoricos_de_los_aceros_auteniticos_al_manganeso_aceros_hadfield
- [20] García, A., Varela, Á., Mier, J., Camba, C. y Barbadillo, F. (2010). Estudio tribológico de aceros austeníticos tipoHadfield: influencia del manganeso en su respuesta frente al desgaste. Revista de Metalurgia, 46, 47-52. doi: 0.3989/revmetalmadrid.04.1XIIPMS
- [21] Díaz, A. (2007). Modelado de la segregación central en desbastes de acero mediante técnicas de aprendizaje automático. Tesis de licenciatura. Universidad de Ovied. España
- [22] Calvo, J. (2006). Efecto de los elementos residuales e impurezas en la ductilidad y mecanismos de fragilización en caliente de un acero de construcción 0.23C-0.9Mn-0.13Si. Tesis Doctoral. Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad Politécnica de Cataluña, España.