

## UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

#### **FACULTAD DE QUÍMICA**

Fabricación y caracterización metalúrgica y mecánica de un acero avanzado (AHSS) de baja densidad (LD) microaleado con boro

#### TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE: INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA

PRESENTA:

CRISTINA MARIEL VIGUERAS GUTIÉRREZ







UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

#### DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

#### **JURADO ASIGNADO:**

PRESIDENTE:	Prof. Gerardo Aramburo Pérez				
VOCAL:	Prof. Jaime Francisco García Robledo				
SECRETARIO:	Prof. Antonio Enrique Salas Reyes				
1er. SUPLENTE:	Prof. Gabriel Ángel Lara Rodríguez				
2do. SUPLENTE:	Prof. María Gabriela Gonzáles Flores				
SITIO DONDE SE	DESARROLLO EL TEMA:				
	JÍMICA, EDIFICIO D.				
FACULTAD DE QU	MINICA, EDIFICIO D.				
ASESOR DEL TEN	MA:				
Dr. Antonio Enrique	Salas Bayos				
DI. Antonio Emique	e Salas Reyes:				
SUPERVISOR TÉCNICO:					
M					
ivi. eri i. Agustiii Ge	erardo Ruíz Tamayo:				
SUSTENTANTE:					
Cristina Mariel Vigueras Gutiérrez:					
Chaina Maner Vigu	CIAS GUIICITEZ				

#### **AGRADECIMIENTOS**

Al Programa de Apoyo a Proyecto de Investigaciones e Innovación tecnológica (PAPIIT) por los recursos otorgados para esta investigación, con clave IN104222, a cargo del Dr. Antonio Enrique Salas Reyes.

A la Universidad Nacional Autónoma de México por las oportunidades otorgadas en el tiempo que desempeñé como estudiante y permitir formarme como profesionista y crecer como persona.

A la Facultad de Química y al Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica por brindarme un conocimiento especializado y por las oportunidades que me fueron dadas para formarme como Ingeniera Química Metalúrgica.

#### Personas:

A mi asesor de tesis, el Dr. Antonio Enrique Salas Reyes, por todo su apoyo brindado para la realización de este proyecto y por permitir mi desarrollo académico. Por su tiempo, confianza y enseñanzas, así como por el gran interés que tiene para formar profesionistas de calidad.

Al Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez y al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas por el apoyo brindado para la realización de mi proyecto, al facilitarme el uso de las instalaciones del IIM-UNAM.

A los profesores M. en M. Sergio García Galán y M. en M. Gerardo Arámburo Pérez por permitirme el uso de los microscopios y los equipos para caracterización de materiales del laboratorio 205 de Postgrado del Departamento de Ingeniería Metalúrgica.

A los profesores M. en I. Agustín Gerardo Ruiz Tamayo y M. en I. Itzel Reyes Chaparro por el tiempo que me brindaron al resolver mis dudas y por sus conocimientos brindados.

A los miembros que conforman mi jurado: el M. en M. Gerardo Arámburo Pérez y el Prof. Jaime Francisco García Robledo por el apoyo y el tiempo dedicado para la revisión de este trabajo, así como el conocimiento que me ofrecieron durante la carrera.

#### RESUMEN

Los aceros de baja densidad (LD, por sus siglas en ingles) son parte de los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en ingles) de tercera generación. Con la situación medioambiental actual, estos aceros se catalogan entre los materiales más atractivos debido a sus excelentes propiedades mecánicas y reducción de la densidad de hasta 20%, así como su bajo costo en relación con otros materiales ligeros como lo son las aleaciones de Al y Mg. El objetivo fundamental del presente trabajo de investigación fue fabricar un acero de baja densidad y microalearlo con boro (B) para determinar su efecto sobre la estructura de solidificación y la resistencia del material. Para este propósito se realizaron mediciones mediante el software de simulación JMatPro para predecir propiedades termo-físicas y diagramas de fase en función de la composición química y la temperatura. Se utilizó la técnica de picnometría de helio para determinar la densidad de los aceros, logrando obtener una densidad de 6.74 g/cm³ para el acero LD-B0 y 6.83 g/cm³ para el acero LD-B1, lo cual representa una disminución del 14.14% y 13% respecto a los aceros convencionales.

Por otro lado, se realizó un análisis metalográfico y de fases presentes mediante microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos-X (DRX), con la finalidad de determinar la naturaleza de la estructura de solidificación del material y la precipitación de partículas de segunda fase. De acuerdo con el estudio estadístico, se determinó que la adición de B tiene un efecto positivo en el comportamiento del acero LD, generando un refinamiento de la estructura dendrítica que ayuda a mitigar el problema de segregación. Asimismo, se determinó la resistencia (microdureza) de los aceros en condición de solidificación y se encontró que el aumento de la dureza puede deberse a la condición de maclaje presente y/o a la alta población de partículas precipitadas.

#### **ABSTRACT**

Low density steels (LD) are part of the third-generation of advanced high-strength steels (AHSS). With the current environmental situation, these steels are between more attractive materials due to their excellent mechanical properties and density reduction of up to 20%, as well as their low cost in relation to other light materials such as Al and Mg alloys. The main objective of this research work was to fabricate a low-density steel and microalloy it with boron (B) to determine its effect on the solidification structure and strength of the material. For this purpose, calculations were made using JMatPro software packages in order to predict thermophysical properties and phase diagrams according to the chemical composition and temperature. The helium pycnometry technique was used to determine the density of the steels, exhibited a density of 6.74 g/cm³ for LD-B0 steel and 6.83 g/cm³ for LD-B1 steel, which represents a decrease of 14.14% and 13% compared to conventional steels.

On the other hand, metallographic and structural analysis were carried out by means of optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) in order to clarify the nature of the solidification structure of the material and the precipitation of second phase particles. According to the statistical study, it was determined that the addition of B has a positive effect on the behavior of LD steel, generating a refinement of the dendritic structure that helps to mitigate the segregation problem. Likewise, the strength (microhardness) of the steels in solidified condition was determined and it was found that the increase in hardness may be due to the twinning condition and/or the high population of precipitated particles.

#### ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS.	i
Resumen	iii
Abstract	iv
Capítulo I: PRESENTACIÓN	1
1.1. Introducción	2
1.2. Hipótesis	4
1.3. Objetivos	4
1.3.1. Objetivo general	4
1.3.2. Objetivos específicos.	4
1.4. Justificación.	5
Capítulo II: MARCO TEÓRICO	2
2.1. Generalidades de los aceros de baja densidad	7
2.2. El sistema Fe-Mn-Al-C y sus subsistemas.	8
2.2.1. Diagrama de fase Fe-Al.	8
2.2.2. Diagramas de fase Fe-Mn-C y Fe-Al-C.	9
2.2.3. Diagrama de fases Fe-Mn-Al-C	11
2.3. Clasificación de los aceros de baja densidad	13
2.3.1. Metalurgia de los aceros de baja densidad (según la constitución de las fases)	13
1) Aceros ferríticos (α)	13
2) Aceros austeníticos (γ)	15
3) Aceros de doble fase (γ+α)	17
4) Aceros de triple fase (γ+α+κ)	17
2.4. Efecto de la composición química en los aceros LD.	19
2.4.1. Efecto de los elementos de aleación	19
2.4.2. Efecto de los elementos de microaleación.	21
2.5. Generalidades del fenómeno de solidificación.	24
2.5.1. Teoría del subenfriamiento constitucional	25

2.5.2. Tipos de estructuras en aleaciones: Crecimiento dendrítico	26
2.5.3. Fenómeno de segregación dendrítica	27
2.5.4. Modos de solidificación.	29
2.6. Revisión del estado del arte de la solidificación de los aceros de baja densidad	30
Capítulo III: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	36
3.1. Cálculos teóricos de los diagramas de equilibrio y propiedades termofísicas me	ediante
JMatPro	37
3.2. Fabricación de los aceros LD	38
3.2.1. Cálculo de carga	38
3.2.2. Acondicionamiento del horno de inducción y de la lingotera	40
3.3. Fundición del acero de baja densidad	41
3.4. Desmoldeo y corte de probetas	42
3.5. Determinación de la composición química	43
3.6. Caracterización estructural	43
3.7. Medición de la densidad del acero	44
3.8. Caracterización metalográfica	45
3.9. Ataque químico	46
3.10. Caracterización microestructural en condición de colada	47
3.10.1. Microscopía óptica (MO).	47
3.10.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB)	48
3.11. Medición de la estructura de colada (brazos dendríticos)	48
3.12. Caracterización mecánica en condición de colada (Microdureza Vickers)	50
Capítulo IV : RESULTADOS Y DISCUSIÓN	52
4.1. Resultados del análisis químico	53
4.2. Análisis de la predicción de diagramas de equilibrio mediante JMarPro	54
4.3. Resultados de la difracción de rayos-X (DRX).	58
4.4. Resultados de la medición de la densidad.	59
4.5. Resultados de la caracterización metalográfica en condición de colada	60
4.5.1. Microscopia óptica de luz (MO).	62
4.5.2. Microscopía óptica de barrido (MEB).	65

4.6. Estudio estadístico de la estructura de colada	69
4.7. Análisis de la microdureza	71
Capítulo V: CONCLUSIONES	74
5.1. Conclusiones.	75
Referencias bibliográficas	76
ANEXO I	83

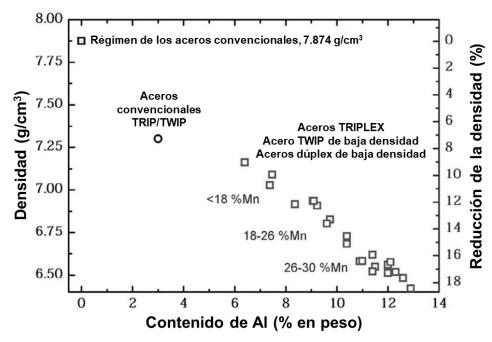
# Capítulo I PRESENTACIÓN

#### 1.1. Introducción.

El acero se ha convertido en uno de los materiales más utilizados en múltiples industrias debido a sus excelentes atributos y bajo costo en relación con otros materiales, convirtiéndose en un material clave para el desarrollo de la propia humanidad y como un impulsor de la economía mundial. Una de las industrias con mayor mercado para los productos de acero es el sector automotriz, ya que actualmente el acero representa alrededor del 65% del peso medio de un vehículo, es decir, se utilizan alrededor de 900 kg de acero, formando la columna vertebral de todo el vehículo [1]. No obstante, en una era de reducción de peso, el acero no se percibía como un material liviano debido a su alta densidad de 7.8 g/cm³ [2], por lo que la industria siderúrgica ha tenido que introducir nuevos grados de acero y conceptos de diseño innovadores para enfrentar los desafíos relacionados con la eficiencia estructural, así como los impactos económicos y medioambientales.

La respuesta de los productores de la industria siderúrgica a estos requisitos ha sido desarrollar los "aceros de baja densidad" o "low-density" (LD por sus siglas en inglés), que forman parte de la tercera generación de aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) y pertenecen al sistema de aleación Fe-Mn-Al-C. Estos aceros, como su nombre lo indica, permiten alcanzar una reducción de la densidad de hasta un 18% debido a su alto contenido de aluminio (1.3% de reducción de la densidad por 1% en peso de adición de Al, ver Figura 1.1). Recientemente, la posibilidad de adoptar este tipo de aceros de baja densidad para fines estructurales, en particular para la industria del automóvil, ha atraído una atención considerable, ya que pueden utilizarse potencialmente para estructuras de carrocería ligeras y resistentes a los choques debido a que cuentan con unas propiedades mecánicas extraordinarias, como una alta absorción de energía, alta resistencia a la fluencia y a la tracción (hasta 950 MPa y 1.1 GPa), alta tenacidad a temperatura ambiente y baja temperatura, una alta ductilidad plástica no inferior al 40%, buena fatiga y resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas, así como una considerable capacidad de endurecimiento por trabajo [3]. En este sentido, la reducción del peso de los vehículos se ha convertido en una de las principales prioridades de la industria del automóvil ya que, de acuerdo con la literatura, una reducción del 10% del peso supone un ahorro del 6-8% en el consumo de energía, una

reducción de la distancia de frenado de más del 5%, así como un mejor rendimiento de la resistencia a la fatiga [1,4,5].



**Figura 1.1.** Reducción de la densidad en aceros de baja densidad en función del contenido de Al [3].

Aunque el concepto del acero de baja densidad parece bastante simple, sus aplicaciones todavía no son frecuentes debido a la falta de conocimientos relacionados con las propiedades, por lo que la producción masiva y estable es la vía fundamental para promover la amplia aplicación de este acero tanto en el sector automotriz como en otras áreas industriales. Esto se debe a que los aceros de baja densidad en función de la temperatura y el contenido de los elementos de aleación (Al, C y Mn), pueden tener una estructura ferrítica, austenítica o una mezcla de ambas fases, clasificándose en cuatro tipos basándose en las características microestructurales: 1) Aceros LD ferríticos  $\alpha$ , 2) Aceros LD austeníticos  $\gamma$ , 3) Aceros LD de doble fase  $\alpha+\gamma$  y 4) Aceros LD de triple fase  $\alpha+\gamma+\kappa$ . Además, la adición de Al necesaria para obtener un efecto de aligeramiento introduce cambios perjudiciales en la microestructura del acero, esto debido a que con el aumento del contenido de Al pueden formarse compuestos intermetálicos frágiles, lo que conduce a una disminución en la ductilidad [2]. Diversas

investigaciones [7,8,9,10,11] han reportado que el B puede utilizarse eficazmente en aceros con alto contenido en Al para mitigar su efecto perjudicial sobre la ductilidad. Las explicaciones que se han generado acerca del beneficio del B en la ductilidad se centran en su segregación en los límites de grano de la austenita que reduce su deslizamiento debido a que este elemento posee un radio atómico pequeño, además de poder ocupar sitios vacantes y actuar como formadores de sitios de nucleación que producen un refinamiento de grano. En el presente trabajo se estudia el proceso de fabricación de un acero de baja densidad y la influencia de los elementos de aleación y microaleantes sobre la estructura de solidificación y resistencia del material.

#### 1.2. Hipótesis.

Con la adición de elementos más ligeros en el sistema de aleación base Fe-Mn-C, tales como Al, se espera obtener una sustancial reducción de la densidad, que permita obtener un acero avanzado de tercera generación con alto contenido de Mn. Así mismo, se espera obtener un refinamiento en la estructura de solidificación debido a la microadición de B al acero, y que esto promueva un menor grado de segregación interdendrítica.

#### 1.3. Objetivos.

#### 1.3.1. Objetivo general.

Fabricar un acero avanzado de alta resistencia de tercera generación de baja densidad y realizar una caracterización metalográfica, estructural y mecánica para determinar el efecto de la microadición de B en la estructura de solidificación.

#### 1.3.2. Objetivos específicos.

- Diseñar y fabricar aceros de baja densidad (LD) de composición base Fe-Mn-Al-C microaleado con B.
- Determinar los diagramas de fase de equilibrio teóricos del acero LD de referencia y microaleado con B.
- 3. Determinar la densidad absoluta de los aceros LD mediante la técnica de picnometría por gas.

- 4. Estudiar el efecto del B sobre la estructura de solidificación mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB).
- 5. Determinar las fases y su estructura presentes en los aceros LD de referencia y microaleado con B mediante difracción de rayos-X (DRX).
- 6. Caracterizar las partículas de segundas fases formadas en el acero LD mediante el empleo de microscopía electrónica de barrido (MEB).
- 7. Estimar la resistencia de los aceros LD mediante ensayos de microdureza.

#### 1.4. Justificación.

La necesidad de sustituir componentes estructurales de acero, como son rigidizadores, armazones, refuerzos de puertas, placas de asiento y componentes del chasis, por aleaciones metálicas de Al y Mg, polímeros y diversos materiales compuestos ha ido en aumento con fin de obtener componentes de menor densidad, sobre todo al buscar la reducción del consumo de energía que permita cumplir con los requisitos actuales de un transporte ecológico. No obstante, este tipo de aleaciones presentan dos grandes problemas que comprenden la relación calidad/precio, ya que generalmente el costo de estos componentes es más caro y no logran satisfacer los requisitos de seguridad porque sus propiedades mecánicas son inferiores a las del acero. Por lo tanto, la necesidad de comprender el comportamiento metalúrgico de los aceros de baja densidad es crucial para promover su amplia aplicación en la industria.

De acuerdo con la revisión bibliográfica, existe muy poca información sobre la caracterización de la estructura de solidificación y sus propiedades en aceros de baja densidad, particularmente el efecto de la adición de elementos microaleantes como el B, cuyo uso en otras aleaciones del sistema Fe-Mn-C ha generado un comportamiento interesante y benéfico en relación con la microestructura y las propiedades mecánicas. Dicha estructura desempeña un papel muy importante para las subsiguientes etapas de procesamiento del acero, por lo que contar con una buena estructura de solidificación inicial permitirá obtener mejores resultados, tanto en el procesamiento del material como en sus propiedades. Debido a esto, en este trabajo de investigación se estudia el efecto de la adición de B en el sistema Fe-Mn-Al-C en la evolución de la estructura de solidificación.

### Capítulo II MARCO TEÓRICO

#### 2.1. Generalidades de los aceros de baja densidad.

La primera mención de los aceros de baja densidad se remonta a los años 30 por parte de Korter y col. [12]. Años después, en la década de 1950 y derivado al elevado costo de los elementos de aleación de los aceros inoxidables como el Ni y Cr, Ham y col. [12] plantearon la posibilidad de sustituirlos por elementos más baratos como Mn y Al, respectivamente. No fue hasta los años 80 y 90 que los aluminuros a base de Fe (FeAl y Fe<sub>3</sub>Al) se investigaron a fondo como reemplazo para aceros inoxidables y superaleaciones base Ni [3]. No obstante, el efecto de las adiciones de Al en la reducción de la densidad del acero no había sido mencionado, hasta que Frommeyer y col. [12,13] informaron a finales de los 90 de una relación lineal entre el contenido de Al y la densidad en las aleaciones binarias Fe-Al (1.5% de reducción de la densidad por adición de 1% en peso de AI, tal y como se mostró anteriormente en la Figura 1.1). Este hallazgo dio pie al creciente interés por los aceros de baja densidad. Aunque el concepto de los aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C puede parecer sencillo, "en el sentido de que estos aceros deben contener elementos más ligeros que el hierro"[29], Chen y col. [14] mencionan que las aleaciones base Fe-Mn-Al-C presentan una serie de características que las distinguen de otras aleaciones basadas en el hierro y que hacen que su metalurgia física sea compleja e interesante, produciendo diversas microestructuras y alcanzar una amplia gama de propiedades mecánicas, como se muestra en la Figura 2.1 [15,16]. Para comprender estos principios, se describen a continuación los diagramas de fase de equilibrio de estos sistemas de aleación.

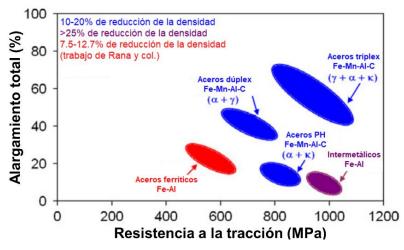


Figura 2.1. Diagrama que relaciona las propiedades mecánicas de varios aceros LD [17].

#### 2.2. El sistema Fe-Mn-Al-C y sus subsistemas.

De acuerdo con Hallstedt y col. [18], los sistemas básicos necesarios para estudiar estos aceros de baja densidad son el sistema binario Fe-Al, los sistemas ternarios Fe-Mn-C y Fe-Al-C, así como el sistema cuaternario Fe-Mn-Al-C.

#### 2.2.1. Diagrama de fase Fe-Al.

Los aceros ferríticos de baja densidad se basan principalmente en este diagrama de fases binario, el cual se muestra en la figura 2.2. De acuerdo con el diagrama, la solubilidad del Al en la austenita está limitada al 0.65% en peso. Cuando la concentración de Al es superior al 1% en peso el sistema binario no presenta ninguna transformación de templabilidad (austenita a martensita) y es básicamente ferrítico en el rango de solución sólida.

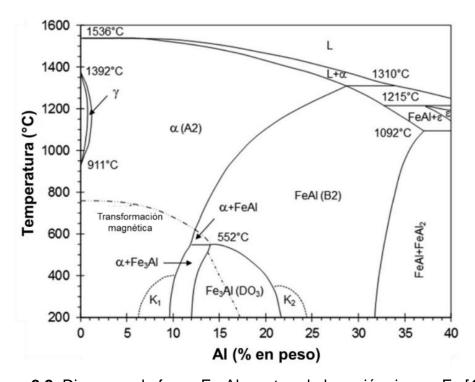


Figura 2.2. Diagrama de fases Fe-Al mostrando la región rica en Fe [14].

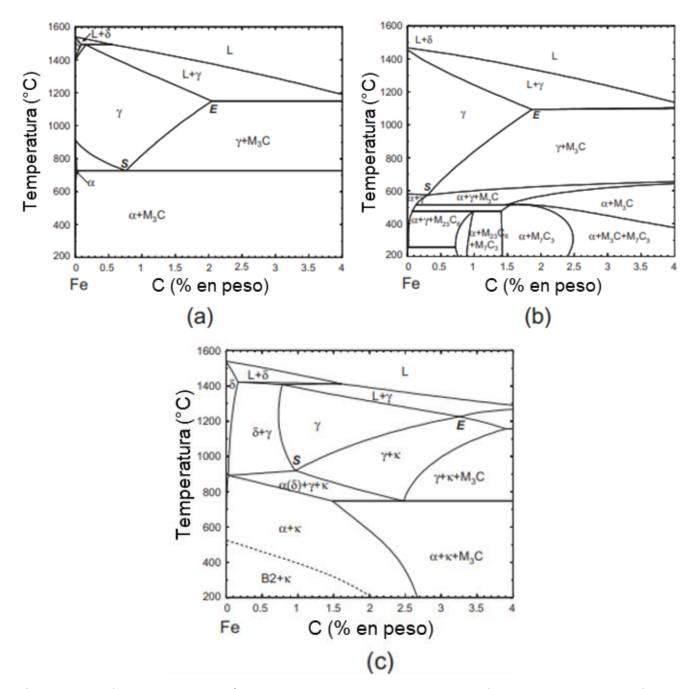
Además, existen las fases A2 ( $\alpha$ ) desordenada, B2 (FeAI) ordenada y DO<sub>3</sub> (Fe<sub>3</sub>AI). La fase desordenada  $\alpha$ -Fe disuelve hasta un 10% en peso de AI a temperatura ambiente, pero cuando el contenido de AI está en el intervalo de 10-32% en peso, la fase FeAI se forma por la

ordenación de α-Fe. En esta fase ordenada los átomos de Fe se sitúan en las posiciones centrales y los átomos de Al en las esquinas o viceversa. La fase Fe<sub>3</sub>Al se forma mediante una transformación de fase de segundo orden a partir del FeAl por debajo de 552 °C y está presente en el intervalo de 12-22% en peso de Al a temperatura ambiente. La fase Fe<sub>3</sub>Al posee 16 átomos (12 de Fe y 4 de Al) por celda unitaria [14]. En el diagrama también se indica la presencia de dos zonas indicadas como K1 y K2, que corresponden al llamado estado K, el cual es un estado intermedio caracterizado por complejas reacciones de ordenación de corto alcance que afectan la resistencia y ductilidad, así como el comportamiento elástico. Asimismo, se reportó que los estados K, B2 y DO3 muestran baja ductilidad y fractura frágil a temperatura ambiente [14].

#### 2.2.2. Diagramas de fase Fe-Mn-C y Fe-Al-C.

Para producir aceros austeníticos de baja densidad es necesario añadir elementos como el Mn y el C, ya que son formadores de austenita. En sistema de aleación Fe-C (ver Figura 2.3a) las fases sólidas básicas son ferrita  $(\alpha,\delta)$ , austenita  $(\gamma)$  y cementita  $(M_3C)$ . Cuando el Mn es adicionado a este sistema se observa un desplazamiento de la reacción peritéctica que está a alta temperatura a un rango de C más bajo y desaparece completamente cuando el contenido de Mn es mayor del 13% en peso, como se observa en la Figura 2.3b. Además, el campo de la  $\gamma$  se extiende, lo que indica la estabilidad de esta fase incluso a temperaturas más bajas. Otro efecto de la adición de Mn es la disminución de la temperatura eutectoide (punto S) y el contenido de C. La adición de Mn al sistema Fe-C promueve la formación de carburos del tipo  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$  además de cementita a temperatura más baja, así como la formación de una nueva fase denominada  $\beta$ -Mn.

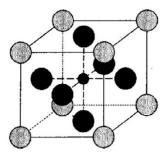
Cuando se adiciona AI en el sistema Fe-C se tiene un gran efecto sobre los campos de fase y constituyentes como se observa en la Figura 2.3c. Los rangos de composición y temperatura para la transformación peritéctica a alta temperatura se agrandan, lo que indica que puede ocurrir un mayor nivel de segregación elemental (micro y macro) durante el proceso de solidificación. Además, el área  $\delta$ + $\gamma$  se extiende y el área de la fase  $\gamma$  se desplaza hacia la derecha a medida que aumenta la temperatura y las concentraciones de C.



**Figura 2.3.** Efectos de la adición de Mn y Al en el componente de fase y los campos de fase del sistema Fe-C: a) Fe-C, b) Fe-15Mn-C y c) Fe-7Al-C. La línea punteada en la figura 2.2c indica la temperatura de transición A2 a B2 causada por la adición de Al [14].

Cuando el contenido de Al es superior al 2% se introduce una nueva fase denominada carburo kappa ( $\kappa$ ), el cual posee una estructura cristalina tipo perovskita designada como E21 en la

clasificación de Strukturbericht. El carburo  $\kappa$  mantiene una estequiometría ideal (Fe,Mn)<sub>3</sub>AlC, donde los átomos de Al ocupan cada esquina, los átomos de Fe y Mn se ubican en las caras y el átomo de C se encuentra en el centro de la celda unitaria, como se muestra en la Figura 2.4 [14,16]. Por lo tanto, el área  $\gamma$ +M<sub>3</sub>C en el sistema Fe-C se reemplaza por área  $\gamma$ + $\kappa$  y  $\gamma$ + $\kappa$ +M<sub>3</sub>C.

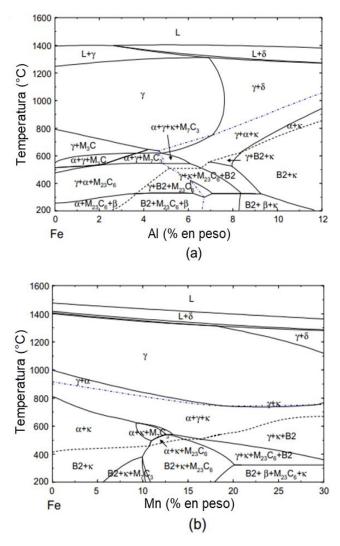


**Figura 2.4.** Estructura cristalina convencional del carburo κ. Las bolas grises representan los átomos de Al, las bolas negras los átomos de Fe/Mn y el átomo de C está situado en el centro, que es también un sitio octaédrico formado por Fe y Mn [14].

#### 2.2.3. Diagrama de fases Fe-Mn-Al-C.

El sistema cuaternario Fe-Mn-Al-C ha investigado durante muchas décadas y se han desarrollado bases de datos para aceros con alto contenido en Mn y Al para predecir el equilibrio de fases. Para tener una visión general del sistema cuaternario pueden predecirse diagramas de fase poli-térmicos (secciones de diagramas de temperatura frente a Al o C), los cuales han sido calculados a partir del programa FactSage como se muestra en la Figura 2.4. Los diagramas de fase de las aleaciones Fe-Mn-Al-C en función del Al para un contenido fijo de C del 0.85% y un Mn del 20% (Figura 2.5a) o en función del Mn para un contenido fijo de C del 0.85% y un contenido de Al del 7% (Figura 2.5b) muestran que las fases en equilibrio dentro de la zona rica en Fe pueden incluir: austenita ( $\gamma$ ), ferrita ( $\delta$ ), carburo  $\kappa$ , M<sub>3</sub>C, M<sub>26</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> y  $\beta$ -Mn y que pueden coexistir bajo diferentes condiciones dependiendo de la composición y temperatura. Además, el contenido de Al requerido para formar la fase  $\kappa$  se incrementa a más de 5% en peso cuando se agrega un 2% de Mn, indicando que el Mn restringe la formación de la fase  $\kappa$  y el Al restringe la formación de otro tipo de carburos tales como M<sub>3</sub>C y M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Con el aumento del contenido de Al y C la temperatura de formación de la fase  $\kappa$  se incrementa,

mientras que cuando el contenido de C y Mn se incrementa se amplía la región de fase austenítica para un contenido de Al dado. También se observa que la transición de ordendesorden de bcc-A2 a bcc-B2 ocurre cuando con contenido de Al es mayor al 2% y que la temperatura de transición aumenta a medida que los contenidos de Al y Mn se incrementan, pero disminuye conforme el contenido de C baja. Dicho comportamiento establece que el incremento de Al y Mn promueve la formación de fases ordenadas dentro de la ferrita, mientras que el incremento de C restringe la formación de fases ordenadas [14].



**Figura 2.5**. Las secciones poli-térmicas de los diagramas de fase para las aleaciones Fe-Mn-Al-0.85C calculadas a partir de FacStage: a) como una función de Al para Mn=20% y C=0.85% y b) en función de Mn para Al=7% y C=0.85% [14].

#### 2.3. Clasificación de los aceros de baja densidad

La composición de fases de los aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C puede ser ferrítica  $(\alpha)$ , austenítica  $(\gamma)$ , dúplex  $(\alpha+\gamma)$  o tríplex  $(\alpha+\gamma+\kappa)$  en función del contenido de elementos de aleación primarios de C, Mn y Al, cuya adición modifica los mecanismos de deformación, presentando plasticidad inducida por transformación (TRIP), plasticidad inducida por maclaje (TWIP), plasticidad inducida por banda de cizallamiento (SIP), entre otras [18,19,20]. Rana y col. [34] menciona que estos efectos de plasticidad se han reportado en los aceros dúplex y tríplex que contienen grandes cantidades de elementos de aleación, con un contenido de Mn mucho mayor que el contenido de Al (Mn: 20-30 wt%, Al: 6-10 wt%). Además, dependiendo de la composición química y del tratamiento termomecánico, estos aceros contienen una compleja distribución de carburos, de cuales los más relevante son los carburos de tipo MC, M<sub>3</sub>C, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> y M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, y los carburos ordenados fcc (L'1<sub>2</sub>) (Fe, Mn)<sub>3</sub>AlC denominados carburos kappa  $(\kappa)$  [3,18,19].

#### 2.3.1. Metalurgia de los aceros de baja densidad (según la constitución de las fases).

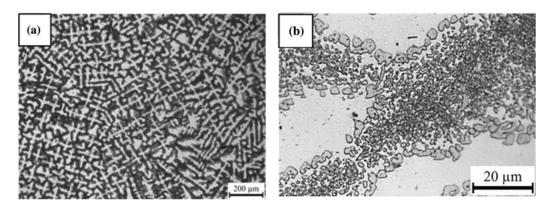
Las características físicas y microestructurales de los aceros de baja densidad son las siguientes:

#### 1) Aceros ferríticos (a).

Estos aceros contienen un bajo contenido de Mn (<5% en peso) y de C (<0.1% en peso), pero un contenido de Al relativamente alto (5-9% en peso) debido a que es un elemento estabilizador de la ferrita. No obstante, se ha informado que este tipo de aceros solo pueden tener un máximo de 11% en peso de Al, ya que una adición excesiva puede formar fases intermetálicas frágiles de aluminuro de hierro, tales como Fe<sub>3</sub>Al ordenado DO<sub>3</sub> y FeAl ordenado B2, lo que conduce a un deterioro de la ductilidad [17,20,29]. También pueden contener otros elementos de aleación que promueven la precipitación de carburos de tipo MC y el refinamiento de grano, tales como Si, Nb, Ti, V y Ta [3].

La δ-ferrita formada se produce por transformación de fase líquida-sólida a altas temperaturas y no desaparece por completo durante la posterior transformación de fase sólida, dando como

resultado una  $\delta$ -ferrita en forma de dendrita gruesa en la microestructura de colada, como se observa en la Figura 2.6. Este acero ferrítico en condición de solidificación estudiado por Pankaj y col. [24] presenta una microestructura dendrítica y carburos gruesos en la región interdendrítica, mientras que se observan carburos finos entre las dendritas. La formación de carburos gruesos se atribuye directamente a partir de la fusión y los carburos más finos pueden haber precipitado debido a transformaciones en estado sólido.

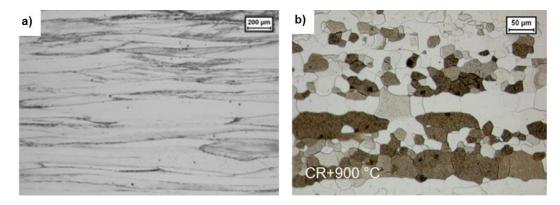


**Figura 2.6.** Micrografías ópticas de la aleación Fe-11Al-5Mn-1C en condición de colada. (b) Vista ampliada de la región interdendrítica. Las dendritas aparecen brillantes, mientras que los carburos κ formados en las regiones interdendríticas aparecen grises [23].

En trabajo en caliente, los granos de δ-ferrita se alargan a lo largo de la dirección de laminación (ver Figura 2.7a), lo que da lugar a una estructura de grano en forma de banda gruesa que no puede refinarse suficientemente mediante recristalización dinámica o estática debido a que el contenido de AI no solo extiende la región ferrítica a altas temperaturas, sino que también aumenta la temperatura de recristalización de la ferrita [3,14,15]. Por esta razón, no resulta práctico fabricar aceros ferríticos de baja densidad con un proceso de laminación en caliente y bobinado similar al utilizado para los aceros convencionales [29]. No obstante, Castan y col. [29,30] encontraron que las microestructuras laminadas en caliente de los aceros ferríticos pueden modificarse aplicando distintos parámetros (temperatura, deformación y velocidad de deformación) para activar la recristalización dinámica. Los estudios realizados a una aleación Fe-8%AI mediante torsión en caliente revelaron que existe una competencia entre dos mecanismos de recristalización en función de las condiciones de deformación; la

recristalización dinámica discontinua (DDRX) que se da a altas temperaturas y velocidades de deformación elevadas, y la recristalización dinámica continua (CRDX) a baja temperatura y velocidad de deformación reducida. De acuerdo con los resultados obtenidos, se mostró que la DDRX mejora la conformabilidad del acero debido a que se obtiene una microestructura con granos recristalizados en orientaciones aleatorias, que además limita el fenómeno "roping", por lo tanto, parece ventajoso favorecer este mecanismo.

Dado que no resulta práctico fabricar aceros ferríticos laminados en caliente, el laminado en frio y el recocido son necesarios para controlar sus microestructuras. Los aceros se laminan en frio y se calientan a una temperatura de recristalización en un rango de 700 y 1000 °C con el fin de controlar el tamaño de grano y la textura de la matriz de ferrita, así como la precipitación de carburos. En la Figura 2.7b se muestra la microestructura totalmente recristalizada de un acero ferrítico con 7% de Al que se obtuvo tras calentar el acero dentro del intervalo de 700 a 950 °C tras una reducción del 50% por laminación en frío. En general, estos aceros poseen una resistencia a la tensión de 250-600 MPa y una elongación del 10-30% [14].

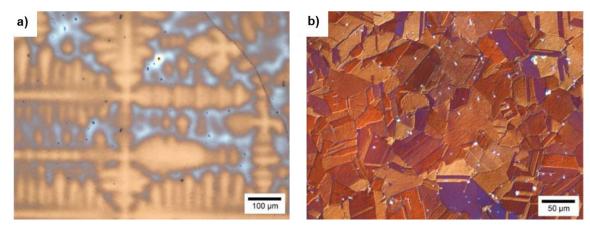


**Figura 2.7.** Características microestructurales de un acero ferrítico (Fe-7Al) de baja densidad en las condiciones de (a) laminado en caliente y (b) laminado en frio y recocido [14].

#### 2) Aceros austeníticos (γ).

Los aceros austeníticos están caracterizados por un alto contenido de Mn, normalmente entre el 12-30% en peso, Al entre 2-12% en peso y C entre el 0.6-2.0% en peso, presentando una buena combinación de resistencia (600-1700 MPa) y ductilidad (hasta el 85%) [3,6]. En

condición de colada las aleaciones están formadas por grandes dendritas que producen estructuras de grano del orden de milímetros, tal como se muestra en la Figura 2.8a, mientras que en la condición de trabajo en caliente presentan una microestructura de grano austenítico equiaxial que contiene maclas de recocido, como se muestra en la Figura 2.8b.



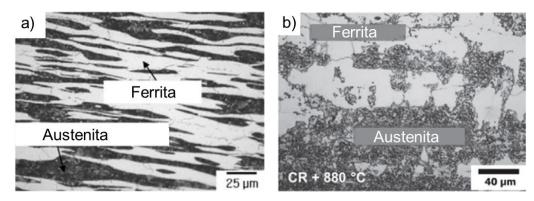
**Figura 2.8.** a) Micrografía de un acero austenítico Fe-28Mn-3Al-0.9Si-1.2C-0.6Mo en condición de colada y b) acero Fe-29Mn-6Al-0.9C-0.29Si-0.44Nb-0.44Mo laminado en caliente [32].

Este tipo de aceros obtienen su resistencia como resultado del endurecimiento por envejecimiento que se realiza en un rango de 500-900 °C mediante la precipitación coherente de carburos  $\kappa$  en el orden de corto alcance. La presencia de carburos  $\kappa$  no solo aumentan la resistencia del acero, sino que también son efectivos para aumentar la ductilidad, aunque esto dependerá de la morfología del carburo, ya que el precipitado fino de carburo  $\kappa$  que se forma durante el proceso de envejecimiento aumenta considerablemente el límite elástico, mientras que el carburo  $\kappa$  intergranular es muy grueso y reduce drásticamente la ductilidad [3,6,14]. La energía de falla de apilamiento de la austenita, así como la existencia de carburos  $\kappa$  modifican las características de deformación de los aceros austeníticos y da lugar a diferentes mecanismos de mejora de la ductilidad, tales como TWIP (plasticidad inducida por maclaje), SBIP (plasticidad inducida por bandas de corte) o MBIP (plasticidad inducida por microbandas), obteniendo propiedades mecánicas muy atractivas [19]. Estos aceros poseen una resistencia a la tensión de 800-1700 MPa y una elongación del 30-85% [14].

#### 3) Aceros de doble fase ( $\gamma$ + $\alpha$ ).

Los aceros de doble fase o dúplex se caracterizan por una compleja microestructura multifásica formada por  $(\alpha,\delta)$ -ferrita y  $\gamma$ -austenita, que dependiendo de las cantidades relativas de Al, Mn y C será la fase principal en la microestructura. Por lo tanto, estos aceros se subdividen en aceros de doble fase con matriz ferrítica (2-12% de Mn, 3-7% de Al y 0.05-0.5% de C), los cuales alcanzan una resistencia a la tensión de 400-900 MPa y una elongación del 10-40% y aceros de doble fase con matriz austenítica (10-25% de Mn, 5-12% de Al y 0.6-1.2% de C) que alcanzan una resistencia a la tensión de 800.1300 MPa y una elongación del 20-50% [3,6,14].

Al igual que con el acero ferrítico de baja densidad, el acero de doble fase con matriz ferrítica no resulta práctico fabricar productos laminados en caliente debido al tamaño de la ferrita (Figura 2.9a), por lo que estos aceros se laminan en frío y luego se realiza un tratamiento térmico de recocido a una temperatura intercrítico de 800 a 900 °C (figura 2.9b), seguida de un proceso de austemperizado. En el caso de los aceros de doble fase con matriz austenítica, existen muchas rutas de procesamiento para el laminado en caliente y en frío [14].



**Figura 2.9.** Características microestructurales de un acero de doble fase con matriz ferrítica (Fe-3.5Mn-6Al-0.4C) de baja densidad en las condiciones de (a) laminado en caliente y (b) laminado en frio y recocido [14].

#### 4) Aceros de triple fase $(\gamma + \alpha + \kappa)$

Los aceros de triple fase o tríplex consisten en una microestructura de austenita, una pequeña cantidad de ferrita y carburos  $\kappa$ , los cuales crecen dentro de áreas enriquecidas en C de la

matriz austenítica por descomposición espinoidal durante el temple y la precipitación. Dependiendo de la composición química, la ruta de procesamiento para estos aceros de triple fase implica un tratamiento de solubilizado en la región bifásica  $(\alpha+\gamma)$  o trifásica  $(\alpha+\gamma+\kappa)$  y temple en agua, seguido de un tratamiento térmico de envejecido [13,19].

En la Figura 2.10 se presenta la microestructura recristalizada de un acero tríplex Fe-26Mn-11Al-1.15C obtenido por Frommeyer y col. [13] que consiste en una matriz austenítica caracterizada por maclas de recocido y alrededor de 6 al 8% de volumen de ferrita. Además, la existencia de carburos  $\kappa$  de tamaño nanométrico dentro de la matriz austenítica se muestra en la imagen inferior derecha, obtenida por microscopía electrónica de transmisión de campo oscuro, TEM) insertada en la Figura 2.10. Este acero presentó un importante mecanismo de deformación que favorece el aumento de la ductilidad, el cual consiste en la formación homogénea de bandas de cizallamiento acompañada del deslizamiento de dislocaciones, que se produce por la disposición uniforme de nano-carburos  $\kappa$  coherentes con la matriz austenítica con un espacio definido entre partículas.

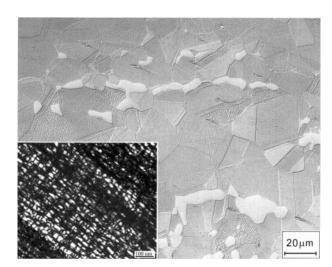


Figura 2.10. Microestructura de un acero tríplex Fe-26Mn-11Al-1.15C laminado en frio y recristalizado. La matriz de austenita revela maclas de recocido y la  $\alpha$ -ferrita aparece como fase brillante. La imagen insertada representa precipitados de carburo  $\kappa$  de tamaño nanométrico [13].

#### 2.4. Efecto de la composición química en los aceros LD.

El contenido de los elementos de aleación en los aceros de baja densidad tiene una gran influencia en las propiedades mecánicas, el cambio de densidad y en los constituyentes de fases e incluso en la alteración de la microestructura solidificada. Los principales elementos aleantes utilizados en el sistema Fe-Mn-Al-C son: C, Mn, Al y Si; además suelen adicionarse elementos de microaleación, como Ti, B, Nb y Mo en pequeñas cantidades, generalmente menores al 0.2% en peso, los cuales son fuertes formadores de fases precipitadas de carburos, nitruros y carbonitruros, por lo que controlan y/o modifican directa o indirectamente las propiedades mecánicas en la aleación [11]. El efecto principal de la adición de estos elementos se discute a continuación.

#### 2.4.1. Efecto de los elementos de aleación.

#### a) Manganeso.

El Mn disminuye la temperatura eutectoide, ampliando el rango de temperatura en el que la austenita es estable y retrasando la transformación de ferrita. Además, el Mn mejora la resistencia a la oxidación a través de una capa de (Fe,Mn)O, la cual se observó en la aleación Fe-30Mn-10Al-Si. Dicha capa establece una baja actividad de oxígeno, así como un bajo contenido de oxígeno entre la aleación y la capa [21,63]. Con contenidos de Mn mayor al 25% en peso se promueve la formación y estabilidad de la fase frágil  $\beta$ -Mn a temperaturas elevadas de envejecimiento [14,33]. La fase  $\beta$ -Mn nuclea dentro de la ferrita, lo cual se atribuye a la falta de solubilidad del Mn en la estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), disminuyendo la resistencia, la ductilidad y la tenacidad al impacto [40]. Diversas investigaciones [13,22] han demostrado que la adición de Mn tiene poco impacto en la densidad en comparación con el Al y el C.

#### b) Aluminio.

El Al es un estabilizador de la fase  $\alpha$ -ferrita, proporciona resistencia a la oxidación del acero mediante la formación de una capa protectora de alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), reduce la difusividad del C, aumenta la energía de falla de apilamiento (EFA) suprimiendo la transformación de fase  $\gamma$  a  $\epsilon$  [21]. La eficacia del Al en la reducción de la densidad se debe al hecho de que este elemento

es más ligero que el Fe, por lo que modifica el parámetro de red de los aceros y, al mismo tiempo, reduce la densidad en virtud de su baja masa atómica [33]. A pesar de que mayores adiciones podrían ser deseables para la reducción de peso, el Al aporta a los aceros transformaciones de orden-desorden a partir de un determinado nivel, por lo que este fenómeno limitará la cantidad de Al al provocar que el material se vuelva frágil por la presencia de estas fases ordenadas (B2 y/o DO3). Otra particularidad de la adición de Al es la precipitación de carburo  $\kappa$  en la fase austenítica por la descomposición espinoidal, lo que causa la modulación de C y Al dentro de la austenita de alta temperatura y la descompone en dos fases de austenita de baja temperatura: la fase pobre en soluto (C y/o Al)  $\gamma$ ' y la fase rica en soluto  $\gamma$ ". Al disminuir la temperatura se produce una reacción de ordenación de corto alcance (SRO) y la austenita rica en soluto  $\gamma$ " se transforma en la fase L'12 que posteriormente se transforma en el carburo  $\kappa$  reacomodando átomos de C. Sin embargo, la descomposición espinoidal no tiene barrera para la nucleación y se produce en aquellos sistemas que presentan una laguna de miscibilidad en el diagrama de equilibrio [16,19].

#### c) Carbono.

El C es considerado un gran estabilizador de la fase  $\gamma$ -austenita debido a que su solubilidad en la austenita es muy alta, por lo tanto, la estabiliza y la endurece simultáneamente [11]. Además, disminuye la resistencia a la fatiga en los regímenes LCF (fatiga de ciclo bajo) y ELCF (fatiga de ciclo extremadamente bajo). El aumento del contenido de C incrementa la estabilidad del carburo  $\kappa$  en los límites de grano y reduce la tenacidad de los aceros Fe-Mn-Al envejecidos [25].

#### d) Silicio.

Otro elemento que se adiciona a menudo en los aceros para reducir la densidad es el Si, que en contraste con el Al, reduce la fase  $\gamma$  y promueve la transformación martensítica durante el enfriamiento y/o la deformación. La adición de Si puede prevenir o al menos retardar la precipitación de la fase frágil  $\beta$ -Mn como lo han reportado varios autores [14,40,41]. Acselrad y col. [41] atribuyen este fenómeno al desplazamiento del Mn de la matriz a las partículas de

la fase  $\kappa$  y, de esta forma, tras tiempos de mantenimiento más largos, no queda suficiente Mn en solución para precipitar como  $\beta$ -Mn. Asimismo, Howell [40] mencionan que las aleaciones Fe-Mn-Al-C con Si son comparables a las fundiciones dúctiles en cuanto a fluidez y con mejores características de endurecimiento por envejecimiento. Dicho aumento en la fluidez puede deberse al alto contenido de Mn y a que la adición de Si reduce la temperatura de fusión. Además, se ha recomendado la adición de Si en las aleaciones Fe-Mn-Al-C para mejorar la resistencia a la oxidación mediante la formación de la capa pasiva protectora de SiO<sub>2</sub> [21].

#### e) Cobre y Níquel.

El Cu y el Ni son elementos estabilizadores de la austenita (en cantidades superiores al 4%) y pueden aumentar la templabilidad. Adiciones de Ni incrementa la ductilidad, disminuye ligeramente el esfuerzo de fluencia y disminuye la resistencia a la abrasión de los aceros al Mn. El Cu también puede precipitar como partículas de Cu dúctil, que confieren una considerable capacidad de refuerzo y mejora la tenacidad a la fractura cuando se endurece a 400-500 °C. Sin embargo, la adición de Ni aumenta la solubilidad del Cu en la austenita, de modo que el Cu puro no puede precipitar y fundirse a lo largo de los límites de grano de la austenita, lo que conduce al fallo intergranular. Ambos elementos aumentan la EFA y favorecen el deslizamiento cruzado, por lo que no se produce una acumulación de dislocaciones [10].

#### 2.4.2. Efecto de los elementos de microaleación.

#### a) Titanio.

El Ti se caracteriza por tener una solubilidad extremadamente baja, por lo que una pequeña adición puede inducir la precipitación de TiN, el cual es uno de los nitruros más estables termodinámicamente que tiene la capacidad de controlar el tamaño de grano austenítico a la temperatura de recalentamiento previa al conformado en caliente [11]. Se ha comprobado que la relación Ti/N óptima para el control del tamaño de grano austenítico en aceros guarda una relación estequiométrica próxima a 2 [58]. Cuando el Ti excede el límite necesario para combinarse estequiométricamente con el N, también puede combinarse con el C formando carburos estables que incrementan las propiedades mecánicas debido al endurecimiento por

solución sólida y por precipitación. Por otro lado, el Ti desempeña un papel muy importante en la protección del B que se une al BN y en la formación de AlN, lo que disminuye la tendencia a fragilizar el acero. El Ti aumenta la resistencia del acero debido al refinamiento de grano y al refuerzo por precipitación mediante partículas dispersas de carburos y carbonitruros [7,10].

#### b) Boro.

El rango óptimo para la adición de B en el caso de los aceros microaleados al B es de 10 a 100 partes por millón (ppm) y las diferentes formas en que se puede encontrar al B son: a) precipitado como carboboruro M<sub>23</sub>(B,C)<sub>6</sub>, b) como elemento intersticial en solución sólida, c) como un óxido, generalmente en bajas cantidades, d) combinado con el N como nitruros de boro (BN), que son extremadamente resistentes a la temperatura y sólo pueden ser disueltos a 1600 °C Los BN suelen formarse en ausencia de protección proporcionada por un formador de nitruro más fuerte, como el Ti, pero cuando el B está protegido tiende a formar compuestos menos estables, como el M<sub>23</sub>(B,C)<sub>6</sub> o carburos muy estables como B<sub>4</sub>C, los cuales solo pueden disolverse completamente a temperaturas cercanas a los 2350 °C [10,11,38].

Sharma y col. [38] mencionan que el B aumenta la templabilidad de los aceros limitando la nucleación de ferrita; este efecto puede deberse a una reducción de la energía interfacial a medida que el B segrega en los límites de grano de la austenita, provocando que los límites sean menos eficaces como sitios de nucleación [48]. Cuando hay un exceso de B se forman precipitados gruesos en los límites grano, principalmente M<sub>23</sub>(B,C)<sub>6</sub>, que pueden disminuir la templabilidad.

Se ha demostrado que B favorece la recristalización dinámica, así como el refinamiento del tamaño de grano de colada en aceros de alto contenido de Mn y Al, esto último probablemente al ralentizar el movimiento de los límites por arrastre de soluto; lo que aumenta la resistencia a la fractura. Otra ventaja del B es que se puede evitar el efecto perjudicial tanto del P como del S sobre la ductilidad en caliente, ya que el B segrega en los límites de grano, tanto en los de ferrita como en austenita, mucho más rápido que estos elementos y los refuerza en lugar de debilitarlos [7,10,38]. Un aspecto importante por resaltar es que el Ti puede ser asociado al

B, ya que con esto se logra alcanzar en gran medida la templabilidad del acero; de hecho, el Ti ayuda mucho a incrementar la efectividad del B como elemento de microaleación en solución sólida [11,19].

#### c) Molibdeno.

El Mo es usado eficiente y económicamente en aleaciones ferrosas debido a que mejora la templabilidad, reduce la temperatura de fragilización, promueve la resistencia a la corrosión (agrietamiento por hidrógeno y sulfuros), incrementa la resistencia a alta temperatura, mejora la solubilidad y la maquinabilidad [11]. Además, se ha encontrado que la adición de 0.1-0.2% en peso de Mo produce un refinamiento de grano y mejora sustancialmente el efecto de endurecimiento por precipitación en comparación con otros elementos, debido a su fuerte tendencia de formar carburos [58].

#### d) Vanadio y Niobio.

El V y Nb son fuertes formadores de carburos y carbonitruros finamente dispersos en el acero. El Nb se caracteriza por retardar la recristalización estática de la austenita durante el proceso de laminación en caliente por la precipitación inducida por la deformación de carbonitruros de Nb, los cuales se disuelven completamente en la austenita durante el recalentamiento, quedando disponibles para re-precipitar bajo una fina dispersión (hasta 20nm) durante el conformado posterior a temperaturas cercanas a los 1000 °C. Por otro lado, el afino de grano austenítico durante la laminación mediante la adición de V se alcanza por sucesivas recristalizaciones hasta bajas temperaturas, por lo que el V es el elemento menos efectivo para impedir la recristalización en comparación con Nb, Ti y Al [58]. Sin embargo, se encontró que concentraciones de V superiores al 0.75% en peso en una aleación Fe-29Mn-9Al-0.9C demostraron ser un mejor agente de refinamiento de grano en comparación con el Nb, ya que los carburos de Nb no pudieron precipitarse para afectar a la recristalización durante el trabajo en caliente [11,35,40].

En cuanto a las propiedades mecánicas, se estudió el efecto de la adición de 0.1% en peso de V y Nb en una aleación Fe-30Mn-5Al-0.3C y se encontró que la aleación modifica con Nb

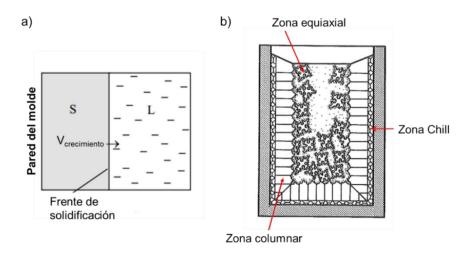
produjo mayor resistencia y ductilidad que la aleación modificada con V o que la aleación base. Además, la aleación que contenía Nb presentó una mayor tenacidad al impacto que la aleación que contenía V, pero no superó los valores de la aleación base [40].

#### 2.5. Generalidades del fenómeno de solidificación.

Se entiende por solidificación al proceso en el que los átomos pasan de un estado desordenado (líquido) a un estado más ordenado (sólido), controlado por leyes cinéticas y dependientes (en la mayoría de los casos) de una fuerza motriz. Este proceso involucra tres estados sucesivos: a) el enfriamiento del metal líquido, b) la solidificación y c) el enfriamiento del metal sólido [11]. La solidificación ocurre mediante la nucleación y crecimiento de una nueva fase; que de acuerdo con la teoría clásica, la nucleación puede ocurrir de manera homogénea, en donde es necesaria una sobresaturación muy elevada para que se formen los cristales en todo el volumen, o de manera heterogénea cuando los cristales se forman sobre un sustrato, el cual puede ser la pared del molde o cristales pequeños en la masa fundida, los cuales se forman mediante la adición de determinados elementos que actúan como inoculantes [49,57].

En la mayoría de las aleaciones, la nucleación ocurre de manera heterogénea y comienza cuando el metal líquido se pone en contacto con la pared del molde que conduce el calor fuera de la masa fundida, originando una capa sólida de espesor aproximadamente uniforme (Figura 2.11a). Dicha capa consta de muchos cristales más o menos equiaxiales que se forman espontáneamente debido a que las paredes enfrían bruscamente el metal. Una vez formada esta capa uniforme y delgada, hay un aumento en la temperatura del molde y una disminución de la velocidad de enfriamiento, por lo que la solidificación progresa con el crecimiento de cristales columnares perpendiculares a las paredes del molde y en dirección opuesta al flujo de calor, donde estos llegan a encontrarse en el centro del molde. Sin embargo, puede llegar un momento en el que la temperatura del metal líquido residual sea lo suficientemente baja para que solidifique antes de completarse el crecimiento de cristales columnares, originándose de nuevo en el centro del molde granos equiaxiales [11,26,57,84]. Por lo tanto, la extracción de calor conduce a un descenso de la temperatura en el metal líquido y dependiendo de la velocidad de enfriamiento, la composición de la aleación y la temperatura, se pueden observar

cambios microestructurales [26]. De la discusión anterior y de la teoría de solidificación, en general, en las piezas fabricadas por procesos de fundición pueden distinguirse tres zonas de solidificación: zona chill, zona columnar y zona equiaxial, tal como se muestra en la Figura 2.11b [57].



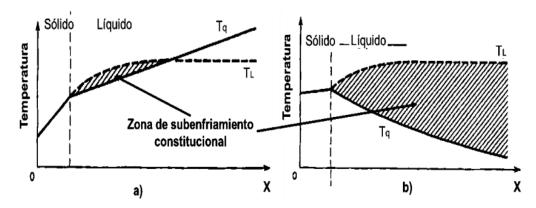
**Figura 2.11.** Proceso de solidificación en aleaciones: a) Nucleación heterogénea y b) Formación de la estructura de solidificación [26].

#### 2.5.1. Teoría del subenfriamiento constitucional.

La transformación de líquido en sólido implica la creación de una interfase sólido/líquido (S/L) curvada (debido a los efectos de capilaridad) desde la que se libera calor latente. Durante la solidificación de una aleación existe un cambio sustancial en la concentración de soluto enfrente de la interfase S/L debido a que este es rechazado constantemente hacia el baño metálico, por lo que en la interfase S/L hay una región de líquido rica en soluto, la cual decrece a medida que se avanza en la dirección opuesta al flujo de calor. Este cambio de concentración provoca una disminución de la temperatura de liquidus local de equilibrio en la interfase S/L, llegando a ser igual a la temperatura de solidus correspondiente a la composición inicial de la aleación. Por lo tanto, el baño metálico presenta un subenfriamiento, es decir, que se encuentra a menor temperatura que el metal solidificado. Esta diferencia de temperaturas genera la fuerza motriz para que la solidificación avance de manera dendrítica, sin embargo, dependiendo del gradiente de temperatura que se tenga en la interfase S/L, puede o no existir una zona de subenfriamiento constitucional [26,57].

# 2.5.2. Tipos de estructuras en aleaciones: Crecimiento dendrítico.

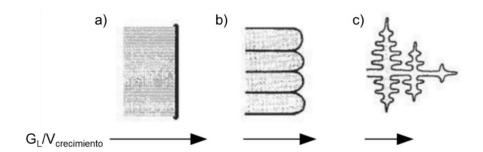
Existen diferentes tipos de crecimiento de cristales en la interfase S/L durante la solidificación, pudiéndose presentar un crecimiento con un frente de solidificación plano, celular o dendrítico, dependiendo del gradiente de temperatura y la temperatura de liquidus que se tenga en el baño [49]. Con un gradiente de temperatura alto y una velocidad de crecimiento baja, el frente de solidificación será plano (Figura 2.13a), pero si la tasa de crecimiento aumenta y el gradiente de temperatura disminuye, dos tipos de crecimiento tomarán lugar. Si el gradiente de temperatura es menor al crítico, pero no en gran medida, se presenta una zona de subenfriamiento constitucional restringida, como se observa en la Figura 2.12a, lo cual es característico del frente de solidificación celular (Figura 2.13b), lo que significa que está formado por células alargadas en un patrón de empaquetamiento denso. Cuando se tiene un gradiente de temperatura negativo el frente de solidificación será dendrítico (Figura 2.13c) debido a la amplia zona de enfriamiento constitucional que se forma, como se observa en la Figura 2.12b.



**Figura 2.12.** Diferentes grados de subenfriamiento constitucional: a) Zona de subenfriamiento constitucional pequeña, crecimiento característico celular y b) Zona de subenfriamiento constitucional amplia, crecimiento dendrítico característico [57].

Ambos tipos de crecimiento ocurren en la dirección opuesta de la extracción de calor, pero en el caso de las células, estas no tienen una dirección cristalográfica preferencial, como las dendritas. Debido a esta dirección de crecimiento preferencial, que es consecuencia de que las velocidades de crecimiento sean diferentes en cada una de las direcciones cristalográficas,

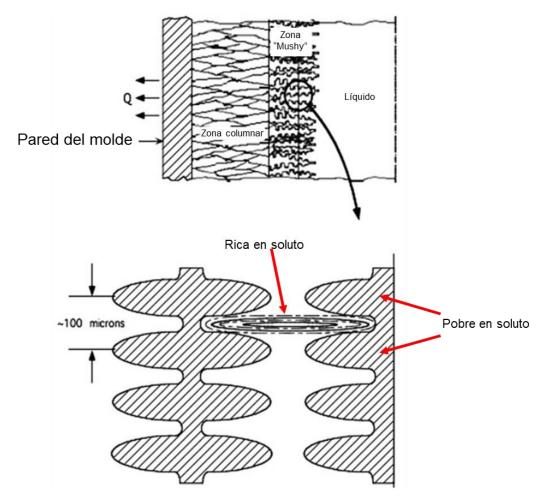
es que los brazos primarios de las dendritas forman brazos secundarios o de orden superior, los cuales tienen un crecimiento limitado al chocar con los brazos primarios o secundarios de las dendritas vecinas, formando así un esqueleto cristalino que se asemeja mucho en su forma arborescente a una hoja de helecho (Figura 2.13c) [11]. Durante el proceso de crecimiento dendrítico, los intersticios que quedan entre los brazos dendríticos (conocidos como zonas interdendríticas) se llenan de metal líquido que es rico en ciertas concentraciones de algunos elementos, a diferencia que el metal solidificado inicialmente para formar las dendritas, por lo que se tiene una variación de la composición química.



**Figura 2.13.** Esquema de los diferentes frentes de solidificación: a) Plano, b) celular y c) dendrítico. Las flechas muestran la dirección de crecimiento, mientras que la longitud de la flecha simboliza la disminución de la relación G∟/V<sub>crecimiento</sub> [49].

# 2.5.3. Fenómeno de segregación dendrítica.

De acuerdo con lo anterior, la presencia de una estructura dendrítica suele indicar heterogeneidades químicas como resultado de un subenfriamiento constitucional, el cual es causado por un rechazo del soluto por parte de la fase solidificada. A este fenómeno se le denomina segregación y es la causa por la cual la composición química del primer cristal solidificado es diferente que la composición de la fase líquida, aumentando así el gradiente de concentraciones en la interfase S/L. Por lo tanto, a medida que el proceso de solidificación avanza, el metal de la periferia de los brazos dendríticos tendrá una mayor concentración de soluto que el del centro, como se muestra en la Figura 2.14. La segregación en la estructura dendrítica puede reducir la resistencia y ductilidad del acero, y en el caso de segregación de impurezas puede debilitar los límites de grano, causando la nucleación y crecimiento de microcavidades durante la deformación plástica en caliente [58].



**Figura 2.14.** Ilustración esquemática de la topología superficial desarrollada cuando existe segregación dendrítica [70].

La segregación de elementos se describe, por un lado, con el coeficiente de distribución efectivo o coeficiente de partición,  $k_{ef}$ , que se define como la razón entre la concentración de soluto en el sólido  $C_s$  y la concentración de soluto en el líquido  $C_L$  (ecuación 1) y, por otro lado, geométricamente a través de la distancia de segregación de las dendritas y los brazos dendríticos. Ambos aspectos, el  $k_{ef}$  y la distancia de segregación, dependen en gran medida de la velocidad de solidificación, la composición química y la morfología de solidificación [58,85].

$$k_{ef} = \frac{C_s}{C_L}$$
 ec. (1)

Para coeficientes de partición menores a 1 la segregación es positiva, mientras que para coeficientes mayores a 1 la segregación negativa. Casi todos elementos de aleación comunes en el acero segregan positivamente, es decir, se acumulan en la masa fundida, pero existen algunas excepciones importantes, como el Si, Al (hasta aproximadamente el 3%), Cu, Ni o Co, los cuales segregan negativamente. Sin embargo, estas suposiciones son ideales y en realidad durante la solidificación y enfriamiento posterior ocurre algo de difusión en el sólido, haciendo que sea difícil calcular el coeficiente de partición [49,85].

#### 2.5.4. Modos de solidificación.

De acuerdo con Ares y col. [86], la microestructura de solidificación en aceros inoxidables austeníticos está gobernada esencialmente por la composición, principalmente por las cantidades de Cr y Ni, por lo que existen cuatro modos de solidificación posibles: Modo A, AF, FA y F. Los modos de solidificación son controlados por la fase primaria del proceso y por las transformaciones en el estado sólido, que están asociados a la composición de la aleación, expresada por la relación Creg/Nieq.

#### a) Modo A.

Ocurre cuando  $Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.25$  e involucra la transformación total del líquido en austenita, la cual es estable durante todo el proceso (transformaciones:  $L \to L + \gamma \to \gamma$ ).

#### b) Modo AF.

Ocurre cuando 1.25 <  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  < 1.48. La solidificación inicia con la formación de austenita, pero conforme avanza la solidificación el líquido remanente puede alterar su composición tornándose rico en estabilizador de ferrita y formando esa fase en las regiones interdendríticas (transformaciones:  $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$ ).

#### c) Modo FA.

Ocurre cuando 1.48 < Cr<sub>eq</sub>/Ni<sub>eq</sub> < 1.95. La solidificación inicia a partir de la formación de ferrita como fase primaria, pero conforme avanza la solidificación el líquido remanente es enriquecido

con elementos estabilizadores de austenita. Este modo se caracteriza por microestructuras de encaje, vermiculares e intercelulares (transformaciones: L  $\rightarrow$  L +  $\gamma$   $\rightarrow$  L +  $\delta$  +  $\gamma$   $\rightarrow$   $\gamma$  +  $\delta$ ) [82].

# d) Modo F

Ocurre cuando 1.95 <  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  y resulta en la formación completa de ferrita, que puede transformarse parcialmente en austenita, dependiendo del valor de  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ . Este modo de caracteriza por placas de austenita aciculares o Widmanstätten formadas en los límites de grano de la  $\delta$ -ferrita (transformaciones:  $L \to L + \delta \to \delta \to \delta$ ).

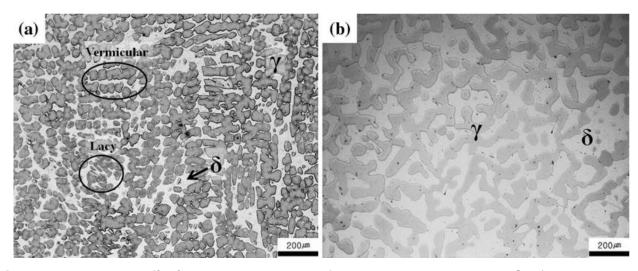
Por lo tanto, la morfología de la estructura dendrítica dependerá del modo de solidificación. Sin embargo, en la literatura se tiene muy poca información sobre el modo de solidificación de aceros de baja densidad con altos contenidos de Mn y Al.

#### 2.6. Revisión del estado del arte de la solidificación de los aceros de baja densidad.

Para las aleaciones Fe-Mn-Al-C, las características de la estructura solidificada han sido poco estudiadas, y los estudios existentes han mostrado que la estructura dendrítica es relativamente gruesa. La solidificación de los aceros de baja densidad es una etapa importante del proceso de producción, ya que tiene una gran influencia en la microestructura y el tratamiento posterior. Como se discutió en la sección anterior, bajo diferentes condiciones de solidificación la microestructura se desarrolla en forma de interfaces planas, celulares o dendríticas, cuyas morfologías tienen grandes efectos en el agrietamiento por solidificación, las propiedades de tensión, la fractura a baja temperatura y la textura cristalográfica. En consecuencia, si se controla el proceso de solidificación se puede mejorar considerablemente el rendimiento del material [62,82,83].

Lee y col. [82] investigaron el proceso de solidificación y transformación en estado sólido de un acero de baja densidad Fe-9.3Mn-5.6Al-0.2C basándose en la clasificación de los modos de solidificación de los aceros inoxidables. De acuerdo con el criterio de  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  determinaron que la solidificación ocurre por el modo F, sin embargo, al realizar la caracterización microestructural observaron que esta consistía en  $\delta$ -ferrita y  $\gamma$ -austenita con una estructura

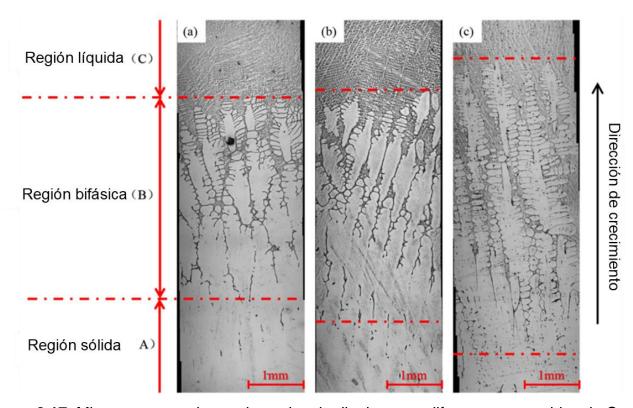
vermicular y de encaje en la esquina de la pieza (Figura 2.15a), y una estructura intercelular en el centro (Figura 2.15b), indicando que la solidificación se produjo por el modo FA. Esta aparente desviación se produjo debido al enfriamiento del metal líquido a través de un estrecho campo de fase de  $\delta$ -ferrita, seguido directamente por el campo de fase dual de  $\delta$  +  $\gamma$ .



**Figura 2.15.** Micrografía óptica del acero solidificado Fe-9.3Mn-5.6Al-0.2C: a) En la esquina del molde y b) en el centro del molde [82].

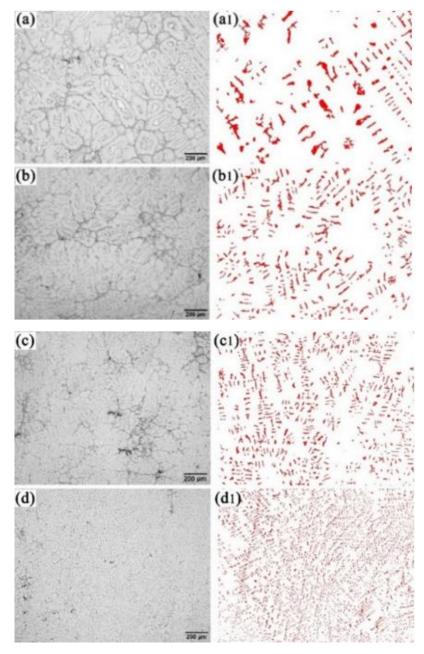
Shen y col. [62] estudiaron el comportamiento del crecimiento dendrítico en un acero Fe-xC-18.02Mn-1.35Al con contenidos variables de C (0.06, 0.024 y 0.68% en peso) y del acero Fe-0.68C-18.02Mn-1.35Al a diferentes velocidades de crecimiento (5, 10, 25, 50 y 100 μm/s), mediante experimentos de solidificación direccional. Los resultados indican que la estructura de solidificación de todas las aleaciones se desarrolla en la forma típica de dendrita debido al gran subenfriamiento constitucional en la parte frontal de la interfase S/L y que al aumentar la velocidad de crecimiento se produce un refinamiento de la microestructura. El contenido de C también afecta a la morfología dendrítica (ver Figura 2.17), mostrando una estructura mejor desarrollada con contenidos de C bajos, mientras que a altos contenidos de C se observaron dendritas largas debido a que se tiene un rango de solidificación mayor por la ampliación de la región bifásica. Además, el aumento del contenido de C modifica el modo de solidificación, siendo del modo FA para las aleaciones con 0.06 y 0.24% de C en peso y modo A en el caso de la aleación con 0.68% de C en peso. Por lo tanto, se determinó que la estructura de

solidificación puede refinarse aumentando la velocidad de crecimiento y que modificar el contenido de C puede ser beneficioso para evitar la reacción peritéctica.



**Figura 2.17.** Microestructura de secciones longitudinales para diferentes contenidos de C a  $V=5~\mu m/s$ : a) 0.06% C, b) 0.24% C y c) 0.68% C en peso [62].

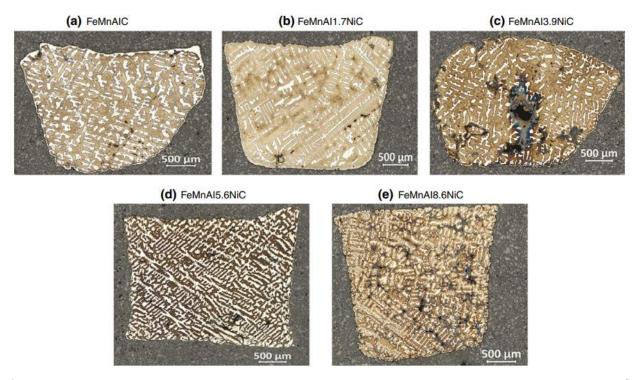
Huang y col. [53] estudiaron el efecto de la velocidad de enfriamiento sobre la morfología del grano y la segregación de elementos en cuatro aceros de baja densidad Fe-30Mn-10Al-1.1C durante la solidificación. Los resultados mostraron que la microestructura dendrítica consiste principalmente en austenita con una pequeña cantidad de ferrita, cuyo tamaño de grano disminuye a medida que se incrementa la velocidad de enfriamiento, como se observa en la Figura 2.16. Al disminuir la velocidad de enfriamiento se produce una distribución no uniforme de los elementos, principalmente de Mg y Al, en los aceros, por lo que un aumento de la velocidad de enfriamiento ayuda a prevenir la segregación de Al y Mn en el acero Fe-30Mn-10Al-1.1C.



**Figura 2.16.** Morfología y cantidad de precipitación de la fase ferrita a diferentes velocidades de enfriamiento: a,a1) 1.69, b,b1) 2.01, c,c1) 5.87, d,d1) 10.28 °C/s [53].

Balaško y col. [83] estudiaron el efecto del Ni en la solidificación de un acero de doble fase Fe-15Mn-10Al-xNi-0.8C con contenidos variables de Ni (0.1, 1.7, 3.9, 5.6 y 8.6% Ni en peso). La estructura de solidificación de todas las aleaciones presenta crecimiento dendrítico (ver Figura 2.18) que consta de dos fases, la fase  $\delta$ -ferrita (zona clara) y la fase  $\gamma$ -austenita (zona oscura)

con carburos precipitados. Los resultados mostraron que la adición de Ni no modifica el modo de solidificación de los aceros dúplex de baja densidad, siguiendo la siguiente secuencia: 1) L  $\rightarrow$  L +  $\delta$ , 2) L  $\rightarrow$  L +  $\delta$  +  $\gamma$  y (3) L  $\rightarrow$   $\delta$  +  $\gamma$ . En general, la adición de Ni reduce tanto la temperatura solidus como la temperatura liquidus, además con el aumento del contenido de Ni se disminuye el espaciamiento dendrítico secundario (SDAS), pero aumenta ligeramente la densidad del material.



**Figura 2.18.** Microestructuras de las secciones transversales de muestras de calorimetría diferencial de barrido para: a) 0.1% Ni, b) 1.7% Ni, c) 3.9% Ni, d) 5.6% Ni y e) 8.6% Ni en peso [83].

En una investigación realizada por Villanueva-Pérez [19] a un acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B (ver Figura 2.19) se observó un patrón de solidificación similar a la mayoría de las aleaciones ferrosas, presentando una pequeña zona chill, una zona amplia de granos dendríticos columnares y una zona de granos equiaxiales. Al microalear el acero con Ti y B se produjo un refinamiento de las dendritas y como resultado una mayor nucleación de granos austeníticos dendríticos, así como una disminución en el grado de segregación.



**Figura 2.19.** Microestructura en condición de solidificación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

El refinamiento dendrítico inducido por el B se ha estudiado en aleaciones basadas en TiAl [74] y Fe-6.5% Si [59] y se han propuesto tres mecanismos diferentes para este fenómeno. El primero supone que las partículas de boruro añadidas a las aleaciones actúan como inoculantes, es decir, que los boruros no se disuelven completamente durante la fusión. El segundo sugiere que los precipitados de boruro precipitan primero durante la solidificación y posteriormente actuaron como nucleantes en la masa fundida. El tercer mecanismo sugiere que los fragmentos rotos de dendritas actúan como nucleantes. Además, varios autores [59,74,87,88] mencionan la presencia de una capa rica en B en la interfaz S/L que restringe la transición de los solutos entre las fases sólida y líquida, lo que conduce a una reducción de la tasa de crecimiento de las dendritas y a una disminución de la temperatura solidus. Sin embargo, todavía no existe evidencia científica que compruebe la existencia de dicha capa.

# Capítulo III PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

# 3.1. Cálculos teóricos de los diagramas de equilibrio y propiedades termofísicas mediante JMatPro.

Se realizó un estudio termodinámico de los aceros LD con composición base Fe-25Mn-8Al-0.8C-0.1Ti y microaleado con B fue estudiado mediante el programa JMatPro, el cual es un paquete de programas basado en cálculo de diagramas de fase (CalPhaD) y otros modelos que permiten calcular una amplia gama de propiedades de materiales para aleaciones, tales como: equilibrio de fase estable y metaestable, comportamiento y propiedades de solidificación, propiedades mecánicas, propiedades termofísicas y físicas, así como transformaciones de fase. Este programa, es ampliamente utilizado en la industria del acero, así como en el cálculo de propiedades de material para su uso en análisis de elemento finito (simulación de procesos de fundición, formado y tratamientos térmicos). En la Figura 3.1 se muestra la interfaz de usuario del software JMatPro y los diferentes módulos que puede calcular. Bajo este concepto, se determinaron diagramas de fase en equilibrio, temperaturas de transformación, la naturaleza de las fases precipitadas y propiedades termofísicas bajo la composición química del acero, tamaño de grano austenítico promedio y taza de enfriamiento.



Figura 3.1. Interfaz de usuario en el software JMatPro 7.0.

#### 3.2. Fabricación de los aceros LD.

El proceso de fusión y colada de los aceros LD con sistema Fe-25Mn-8Al-0.8C-0.1Ti y Fe-25Mn-8Al-0.8C-0.1Ti-0.021B se realizó en el Laboratorio de Materiales Metálicos Avanzados del IIM-UNAM en un horno de inducción con atmósfera controlada de gas inerte (argón). La cantidad de acero líquido a fundir se estableció mediante el cálculo del volumen del molde y la densidad del acero LD reportado en la literatura, considerando un porcentaje de contracción del 10%, arrojando un total de 2.7 kg.

# 3.2.1. Cálculo de carga.

Esta etapa es una de las más importantes para asegurar el éxito de los aceros LD a fabricar, ya que determina la correcta adición de cada uno de los elementos en peso que forman la aleación. Para fabricar 2.7 kg de acero LD líquido se procedió a realizar el cálculo correspondiente, partiendo del consumo de chatarra de primera calidad baja en C (Acero 1018), de material rico en C (metal Sorel), de una aleación maestra Fe-Mn y de los diferentes elementos aleantes y microaleantes. La aleación maestra Fe-Mn se fabricó utilizando como materia prima chatarra de acero 1018 y Mn electrolítico con el objetivo de proveer la composición de Mn deseada, así como para hacer frente a los problemas relacionados con la alta sensibilidad a la oxidación por la afinidad del Mn con el O, la falta de homogeneidad y la presencia de porosidad.

La composición química de la chatarra de acero 1018 y del metal Sorel se muestra en la Tabla 3.1, mientras que la composición de la aleación maestra, los elementos aleantes y microaleantes se muestran en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.1.** Composición química de la chatarra y metal Sorel.

Materia prima	Elemento (% en peso)					
materia prima	С	Si	Mn	Р	S	Fe
Chatarra	0.200	0.300	0.900	0.040	0.050	98.510
Sorel Fe-C	4.050	0.132	0.028	0.030	0.023	95.737

**Tabla 3.2.** Composición química de los elementos de aleación y microaleación.

Forma de la aleación	Composición		
FeMn	75% Mn – 25% Fe		
Al metálico	99.9% AI		
Fe-Cr	70% Cr – 30% Fe		
Fe-Mo	62.5% Mo – 37.5% Fe		
Fe-Ti	71% Ti – 29% Fe		
Ni metálico	99% Ni		
Cu metálico	99.9% Cu		
B metálico	99.9% B		

El balance de carga se realizó conociendo la cantidad de acero LD líquido a obtener, la cual es de 2.7 kg e indicando el porcentaje en peso de cada uno de los elementos para cada tipo de acero LD a obtener, tomando en cuenta la composición química nominal del acero LD (Fe-25Mn-8Al-0.8C-0.1Ti) y 0.021% en peso del elemento microaleante B. Para ello se realizaron los cálculos correspondientes, determinándose así las cantidades de las materias primas y de los elementos de aleación y microaleación. En la Tabla 3.3 se resume el balance de carga para cada una de las fundiciones.

Tabla 3.3. Resumen del balance de carga para la fabricación de cada uno de los aceros LD.

Aleantes para la colada base	Elementos de aleación y microaleante		
Chatarra (Acero 1018) = 0.656 kg	Fe-Ti = 0.0053 kg		
Sorel (Fe-C) = 0.694 kg	Fe-Cr = 0.187 kg		
Aleación maestra (Fe-Mn) = 1.15 kg	Fe-Mo = 0.0058 kg		
AI = 0.260 kg	Ni = 0.0054 kg		
TOTAL = 2.76 + Elementos de aleación y microaleantes	B = 0.000565 kg		

# 3.2.2. Acondicionamiento del horno de inducción y de la lingotera.

Para llevar a cabo una correcta fusión de los aceros LD se inspeccionó de manera exhaustiva las condiciones de operación del horno de inducción, ya que cualquier anomalía, ya sea en el revestimiento refractario o en el sistema de enfriamiento, puede dañar severamente la bobina inductora y provocar explosiones violentas. En la Figura 3.2 se presenta la configuración del horno de inducción del IIM-UNAM y el acondicionamiento que se realizó con ayuda de fibra de vidrio. En el caso del crisol se realizó un recubrimiento con pintura de zirconia para asegurar una buena calidad superficial.

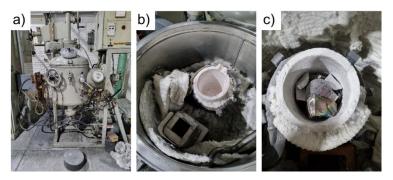
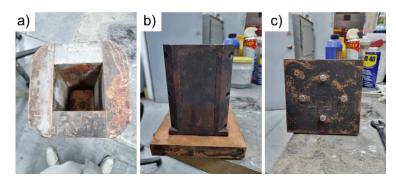


Figura 3.2. Horno de inducción: a) Vista frontal, b) Vista interior y c) Carga de materia prima.

La lingotera es un molde metálico de Cu electrolítico hueco apropiado para contener el acero líquido en su cavidad y permitir una buena transferencia de calor que asegure una rápida solidificación. Las dimensiones de este molde fueron utilizadas para calcular la cantidad de metal líquido a fundir. En la Figura 3.3 se muestra el molde con forma rectangular empleado durante la fabricación.



**Figura 3.3.** Molde metálico utilizado para obtener el acero LD: a) Vista superior, b) Vista lateral y c) Vista inferior. Las dimensiones del molde son 15.2×5.2×5 cm.

Para la fabricación de los aceros LD se utilizó como materia prima chatarra de acero 1018, una aleación maestra Fe-Mn fabricada previamente y como ajuste de carga se empleó Sorel, ferroaleaciones de: Cr, Ti, Mo, así como Ni, Al, Cu y B metálico. Una vez determinada la cantidad de elementos a emplear, se realizó una limpieza para retirar el óxido y/o suciedad de cada materia prima. En la Figura 3.4 se muestra la materia prima y en la Figura 3.2c el acomodo de la materia prima en el crisol, la cual se realizó en capas de manera alternada.

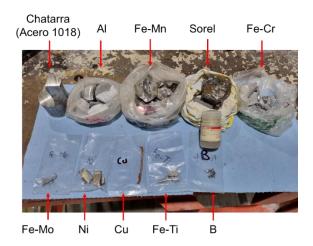
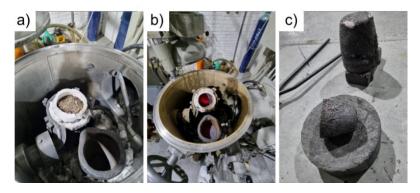


Figura 3.4. Materias primas utilizadas para la fabricación del acero LD.

# 3.3. Fundición del acero de baja densidad.

La primera parte del proceso de fusión para obtener el acero LD fue la fabricación de la aleación maestra Fe-75% Mn. La fusión se realizó en el horno de inducción como se muestra en la Figura 3.5.



**Figura 3.5.** Fabricación de la aleación maestra Fe-Mn: a) Carga de la materia prima, b) Aleación fundida y c) Desmoldeo del crisol.

Después de obtener la aleación maestra se realizaron dos procesos de fusión, el primero para obtener el acero LD de referencia denominado LD-B0, el cual no contiene B, y posteriormente se realizó la fusión del acero con 210 ppm (0.021% en peso) de B denominado LD-B1. Terminado el proceso de fusión se dejó enfriar cada uno de los lingotes de acero como se muestra en la Figura 3.6 y se procedió a desmoldar.

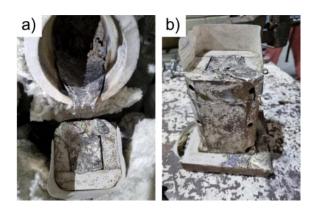


Figura 3.6. Enfriamiento del lingote de acero LD: a) Dentro del horno y b) fuera del horno.

# 3.4. Desmoldeo y corte de probetas.

Para realizar el desmoldeo del lingote se retiró la parte inferior del molde y se empujó con ayuda de un destornillador, como se muestra en la Figura 3.7. Las dimensiones de los lingotes obtenidos son de 15 cm de altura × 5.2 de ancho × 5 cm de largo.

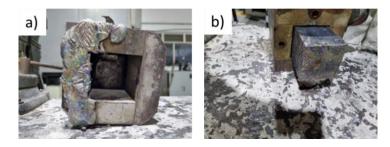
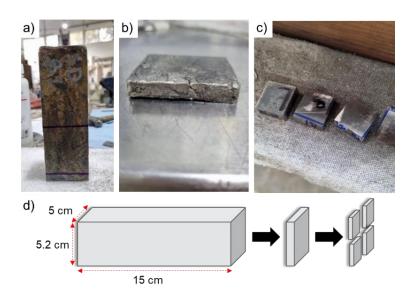


Figura 3.7. Desmoldeo del lingote de acero LD: a) Parte superior y b) Parte inferior.

Para realizar la caracterización de los aceros LD se cortó una sección de la parte inferior del lingote con 1 cm de espesor y se obtuvieron 4 probetas con dimensiones de 2.5 cm de ancho x 2.2 cm de largo x 1 cm de espesor, como se muestra en la Figura 3.8. De las cuatro probetas,

una se utilizó para realizar el análisis químico, otra para determinar la densidad del acero y una más para la caracterización microestructural.



**Figura 3.8.** Secuencia de corte de los aceros LD: a) Lingote de acero, b) Corte transversal de la parte inferior, c) Probetas obtenidas para la caracterización del acero y d) Esquema.

# 3.5. Determinación de la composición química.

Las muestras del acero LD bajo estudio fueron analizadas en el Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN (CINVESTAV – Unidad Saltillo) por Espectrometría de Emisión Óptica por Chispa con el equipo marca SPECTRO modelo M11 y por Espectrometría de Emisión Atómica por plasma (ICP) mediante un espectrómetro de emisión por plasma marca PERKIN ELMER modelo OPTIMA 8300. Además, elementos como el C, S y N fueron determinados por combustión en el equipo marca LECO.

#### 3.6. Caracterización estructural.

Para la determinación de fases y su estructura presente en los aceros LD se utilizó la técnica de difracción de rayos-X (DRX). Los análisis se realizaron en el IIM-UNAM con el difractómetro SIEMENS modelo D5000 con muestras desbastadas con lija SiC del #600, un rango de barrido (2 $\theta$ ) de 20-120°, radiación de Cu K $\alpha$ , tipo de ensayo  $\theta$ /2 $\theta$ , incrementos de 0.02 y velocidades de paso de 4 segundos.

#### 3.7. Medición de la densidad del acero.

Para determinar la densidad absoluta de los aceros LD se empleó la técnica no destructiva de picnometría por gas, la cual permite obtener el volumen y densidad de materiales sólidos empleando el principio de Arquímedes de desplazamiento de fluidos y la técnica de expansión de gas según la ley de Boyle (ecuación 1).

$$P \propto \frac{1}{V} \tag{1}$$

Dicho estudio se realizó en el equipo Ultrapyc 1200e de Quantachrome Instruments (que utiliza el método de desplazamiento de gases) localizado en el IIM-UNAM, como se muestra en la Figura 3.9. La muestra se coloca en una cámara de volumen estable que se llena con un fluido de densidad conocida, en este caso helio, ya que éste actúa como un gas ideal y debido a sus dimensiones atómicas de las moléculas se logra acceder a todos los poros de la muestra y grietas de hasta 0.2 nm. A continuación, se abre una válvula a una cámara vacía separada con volumen conocido y se mide la presión después de llenar la cámara de la muestra y la presión descargada en la cámara de expansión para poder obtener el volumen de la muestra (ecuación 2). Finalmente, la densidad se determina dividiendo el peso de la muestra, introducido antes del experimento, por el volumen medido (ecuación 3) [28].

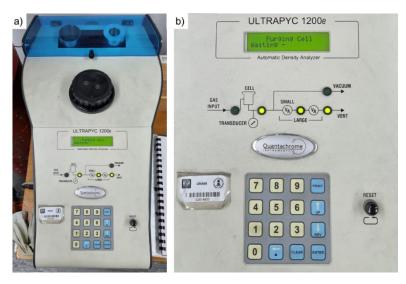


Figura 3.9. Picnómetro de helio Ultrapyc 1200e: a) Equipo y b) controlador.

$$V_{muestra} = V_{c\'amara\ de\ la\ muestra} - \frac{V_{c\'amara\ de\ expansi\'on}}{\frac{P_1}{P_2} - 1} \tag{2}$$

$$\rho_{\text{muestra}} = \frac{m_{\text{muestra}}}{V_{\text{muestra}}} \tag{3}$$

# 3.8. Caracterización metalográfica.

Para el desbaste de las probetas se utilizaron lijas comerciales de SiC, empezando por grano grueso y acabando con grano fino. La secuencia utilizada fue la siguiente: 180, 240, 320, 400, 800, 1000, 1500, 2000. Para esto, se montó el papel abrasivo, el cual se mantiene constantemente húmedo con agua y se ejerce presión suavemente sobre la superficie a observar hasta que sea cubierta totalmente de rayas paralelas. Posteriormente se cambia de grado de lija con la precaución de girar la probeta 90° para que las rayas de pulido sean perpendiculares a las producidas anteriormente.

Para el pulido fino se utilizó la pulidora metalográfica Buehler EcoMet 3 y como abrasivo suspensión de diamante de 1 y 0.1 µm utilizando de lubricante alcohol etílico, como se muestra en la Figura 3.10. La velocidad utilizada en la pulidora fue de 110 rpm para cada grado y un tiempo entre 10-15 minutos. Terminando cada proceso de la preparación se realizaba una limpieza con ayuda de agua, alcohol y secado con aire caliente.



**Figura 3.10.** Etapas de la preparación metalográfica de las probetas: a) Desbaste, b) Pulido fino, c) Suspensión de diamante empleadas y d) Superficie final de la pieza secada con aire caliente.

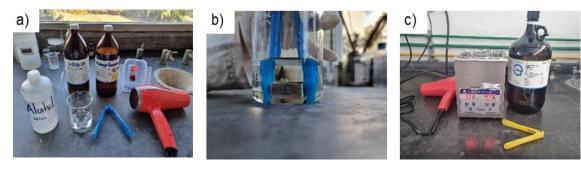
# 3.9. Ataque químico.

El análisis metalográfico de las probetas se realizó con dos reactivos diferentes a temperatura ambiente, Nital al 10% (ver Figura 3.11) y Glyceregia al 10%; este último mostró mejores resultados al observar las muestras en microscopía electrónica de barrido, mientras que con el ataque de Nital-10% se obtuvieron las imágenes de microscopía óptica. En la tabla 3.4 se resume la preparación de los reactivos, así como las condiciones y modo de empleo.

Condición	Reactivo	Preparación	Tiempo	Limpieza
Solidificación en	Nital-10%	10 mL HNO <sub>3</sub> + 90 mL Alcohol	5 min	Alcohol + Aire Caliente
molde metálico (as-cast)	Glyceregia-10%	4 mL HNO <sub>3</sub> + 8 mL glicerina + 8 mL HCl	1.5 min	Agua destilada + Alcohol + Aire caliente

**Tabla 3.4.** Reactivos utilizados para el microataque de los aceros LD.

Para las sesiones de microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) se realizó una limpieza más profunda haciendo uso del baño ultrasónico durante 15 minutos, seguido con limpieza de alcohol y aire caliente, como se muestra en la Figura 3.11c.



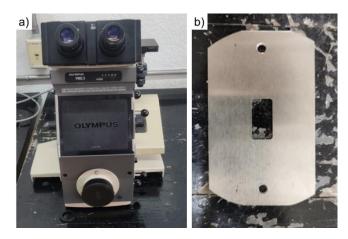
**Figura 3.11.** Etapas para la caracterización microestructural de las muestras: a) Reactivos empleados para el ataque químico, b) Ataque químico y c) Limpieza profunda de las muestras.

#### 3.10. Caracterización microestructural en condición de colada.

Para analizar y caracterizar microscópicamente al material se utilizaron dos técnicas, una con el microscopio óptico de luz para obtener información sobre la condición de solidificación (ascast) de los aceros en el molde metálico y otra con el microscopio electrónico de barrido para detectar zonas de segregación, fases, precipitados y partículas de segunda fase, además de análisis puntuales y en línea, así como mapeos químicos elementales.

# 3.10.1. Microscopía óptica (MO).

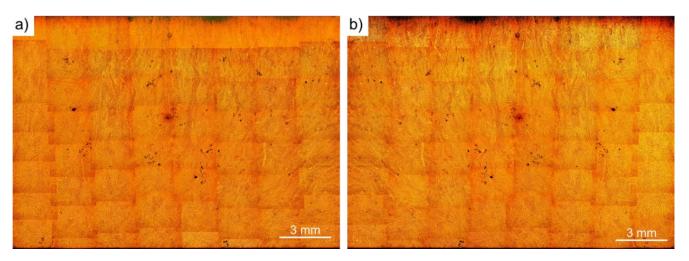
Las muestras de acero de baja densidad LD-B0 y LD-B1 pulidas y atacadas se analizaron en el microscopio óptico Olympus PMG 3 y el programa AmScope, como se muestra en la Figura 3.12a En total se tomaron 64 micrografías para cada muestra a 50 aumentos, con el objetivo de tener certeza estadística al momento de realizar las mediciones de la estructura dendrítica. Las micrografías se tomaron desde la orilla en contacto con el molde hacia el centro y posteriormente en dirección a la cara del corte, abarcando tanto la zona columnar como la equiaxial con un área de 3.20 cm² aproximadamente que corresponde al área de observación de la platina utilizada (ver Figura 3.12b).



**Figura 3.12.** a) Microscopio óptico Olympus PMG 3 y b) Platina utilizada para la toma de las micrografías (2.48×1.29 cm).

Las micrografías capturadas se unieron con ayuda del software Adobe Photoshop 2022 para formar un collage que permitiera observar la transición de ambas zonas y poder estudiar mejor

el proceso de solidificación. No obstante, debido a que en cada imagen varía la intensidad de la luz, fue necesario ajustar estos parámetros jugando con la Tonalidad/Saturación en cada una de las 64 micrografías hasta obtener una imagen uniforme como la de la Figura 3.13b.



**Figura 3.13.** Acero LD-B1: a) Collage antes y b) Después de la edición en Photoshop.

# 3.10.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB).

Para llevar a cabo la caracterización microestructural por barrido y realizar microanálisis químico elemental por EDS (Energy Dispersive Spectrometry, por sus siglas en inglés), así como mapeos y perfil de concentración (Line Scan), se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL JCM-6000 Plus ubicado en el Edificio D del Conjunto de la Facultad de Química.

# 3.11. Medición de la estructura de colada (brazos dendríticos).

Para determinar la longitud de los brazos dendríticos columnares y equiaxiales se utilizó el software de análisis de imágenes SigmaScan Pro-5. La siguiente secuencia se empleó para realizar las mediciones en ambas zonas:

- a) En la parte de ajustes de mediciones se selecciona distancia.
- b) Para la calibración se abre la imagen de la reglilla capturada al aumento correspondiente y se selecciona en imagen, después en distancia y área en dos puntos (ver Figura 3.14a).

Se coloca el cursor al inicio de la línea de la escala y se hace clic con el botón izquierdo, posteriormente se coloca el cursor en la distancia deseada y en la opción "distancia nueva" se coloca el valor real para esa distancia (100 a 1000  $\mu$ m), tal como se muestra en la Figura 3.14b.

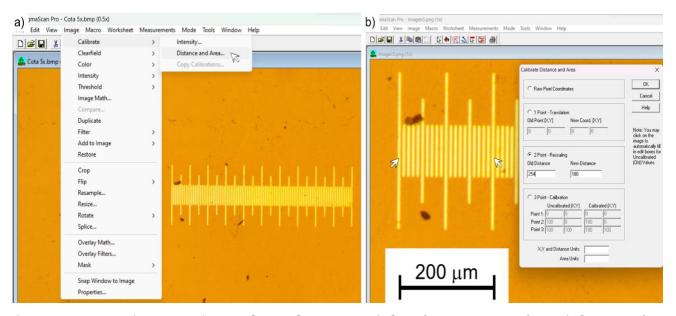
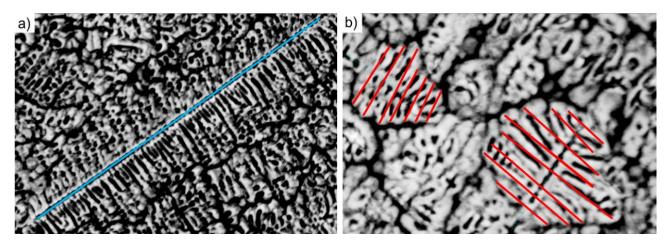


Figura 3.14. Interfaz del software SigmaScan Pro: a) Opción de calibración y b) Calibración a dos puntos. La imagen de la reglilla fue tomada a 50 aumentos, una división equivale a 10 μm y la longitud total es de 1000 μm.

- c) Una vez realizada la calibración se abre la imagen de la estructura de colada para identificar el brazo primario, se da clic con botón izquierdo en el inicio de la dendrita y se arrastra la cota hasta la punta final del brazo primario dando clic con botón izquierdo y finalmente se da clic con botón derecho para desactivar la cota de medición (ver Figura 3.15a).
- d) Para la medición de los brazos secundarios de la dendrita se realiza el mismo procedimiento, trazando líneas de manera perpendicular al brazo primario, tal como se muestra en la Figura 3.15b.

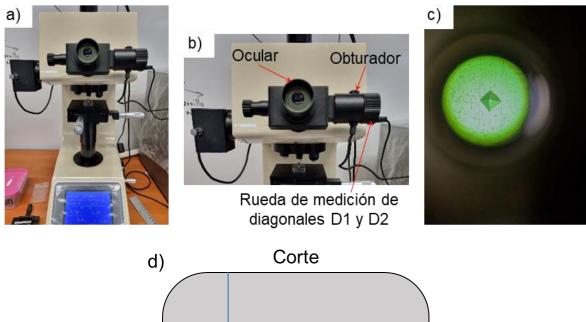


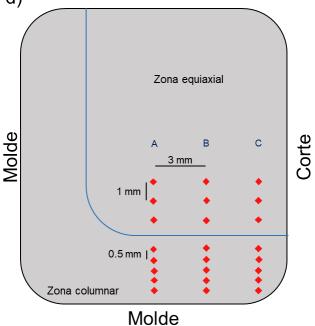
**Figura 3.15.** Mediciones realizadas en la zona dendrítica. a) Zona columnar-brazo primario (azul) y b) Zona equiaxial-brazo secundario (rojo).

#### 3.12. Caracterización mecánica en condición de colada (Microdureza Vickers).

Para evaluar el comportamiento mecánico del acero LD de referencia y microaleado con B se realizó el ensayo de dureza Vickers según la ASTM E 384. El ensayo de dureza se realizó en el Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados (CENISA) de la Facultad de Ingeniería de la UNAM, utilizando el equipo Digital Micro Vickers Hardness Testser HVS-1000 el cual se muestra en la Figura 3.16a, con una carga aplicada para las identaciones de 1 kgf (HV1) y un tiempo de carga de 10 segundos. La huella de forma piramidal generada por el identador de diamante (Figura 3.16c) se mide con ayuda del ocular que permite hacer el registro de las mediciones girándolo en los diferentes ejes (diagonales D1 y D2) y aplicando presión sobre el obturador (ver Figura 3.16b) para que el equipo realice el cálculo de la dureza.

En ambas probetas la manera en que se realizaron las identaciones fue de manera lineal, partiendo de la cara en contacto con molde metálico en dirección al interior del lingote (ver Figura 3.16d). La separación entre cada indentación fue de 500  $\mu$ m en la zona columnar y posteriormente de 1000  $\mu$ m en la zona equiaxial dando como resultado un total de 24 mediciones.





**Figura 3.16.** Toma de microdureza: a) Microdurómetro digital Vickers, b) Sistema de medición ubicado en el eje X, c) Huella remanente producida por el identador de diamante y d) metodología realizada para el ensayo de microdureza.

# Capítulo IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN

# 4.1. Resultados del análisis químico.

La composición química de ambos aceros LD se presentan en la Tabla 4.1, se puede observar que existe una diferencia significativa entre la composición base propuesta (Fe-25Mn-8Al-0.8C-0.1Ti) y la obtenida experimentalmente. Esto puede deberse a que en el balance de carga se consideraron pérdidas de los elementos, pero al trabajar en una atmósfera inerte no se tendría la oxidación de estos, por lo que se agregó un exceso de materia. En el caso del Mn, se tiene un exceso de casi el 14%, mientras que en el C es apenas de 0.5%. Esta justificación se obtuvo al realizar nuevamente el balance de carga sin considerar la eficiencia de los elementos, encontrando que efectivamente ese exceso del contenido corresponde a la variación experimental (ver Anexo I).

**Tabla 4.1.** Composición química de los aceros LD.

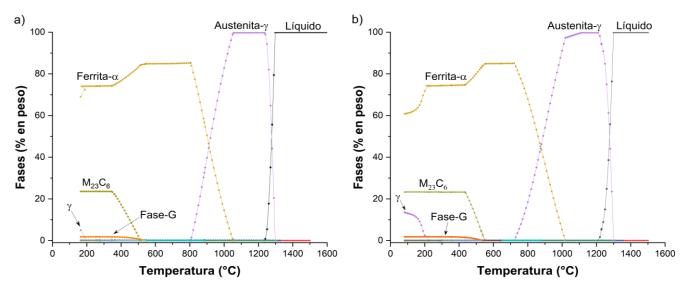
		1
ELEMENTO, % EN PESO	LD-B0	LD-B1
С	1.31	1.29
Mn	39.22	39.22
Si	0.245	0.245
Р	0.016	0.016
S	0.006	0.01
Cr	2.080	2.86
Мо	0.083	0.09
Ni	2.12	2.03
Al	9.56	8.68
Cu	0.164	0.15
Nb	0.026	0.0276
Ti	0.1	0.1
V	0.0277	0.0256
N	0.00252	0.00397
B (*ppm)	-	0.021 (210)
Fe	Bal.	Bal.

Por otro lado, los análisis de composición química reportan niveles elevados de Si asociado a la composición de la materia prima, ya que la chatarra y el metal Sorel contenían entre 0.10 a 0.30% de Si. No obstante, tanto el Si como el Al son considerados elementos ligeros [6], por lo que cumplen con el propósito de esta investigación en reducir la densidad del propio acero. Howell y col. [36] mencionan que a medida que se incrementa el contenido de Si en un acero con composición nominal Fe-30Mn-9Al-XSi-0.9C-0.5Mo se reduce la temperatura de liquidus y solidus, dando como resultado una temperatura de fusión comparable a la del hierro fundido, es por esta razón que la adición de Si es una práctica típica durante el proceso de fundición, ya que ayuda a aumentar la fluidez del acero.

La presencia de Nb y V puede deberse a la contaminación de las muestran por los crisoles empleados, que de acuerdo con algunas investigaciones [35] dedicadas al efecto de los elementos refractarios sobre la estructura y propiedades de los aceros austeníticos del sistema Fe-Mn-Al-C, estos elementos suelen formar carburos y carbonitruros que poseen una alta temperatura de disociación. Esto es especialmente importante para los aceros que suelen contener alrededor de un 1% C en peso, como el sistema bajo estudio, debido a que al estar presentes estos elementos en la solución sólida desaceleran los procesos de difusión, mientras que suprimen sustancialmente la actividad termodinámica del C.

# 4.2. Análisis de la predicción de diagramas de equilibrio mediante JMarPro.

La fracción de fases para ambos aceros LD en función de la temperatura calculados mediante el software JMatPro 7.0 se muestran en las Figuras 4.1 y 4.2. Para el acero LD-B0, el diagrama de fases en equilibrio (Fig. 4.1a) predice que la  $\alpha$ -ferrita comienza a transformarse en  $\gamma$ -austenita alrededor de los 800 °C. Aproximadamente a los 1050 °C la disolución de la ferita es completa y la austenita sigue presente por encima de los 1290 °C manteniéndose estable hasta el punto de fusión (1297 °C). En el caso de la aleación LD-B1 (Fig. 4.1b), el diagrama sugiere que la transformación de  $\alpha$ -ferrita en  $\gamma$ -austenita comienza a los 720 °C y se produce una disolución completa alrededor de los 1020 °C; la fase dual ( $\gamma$ +L) va desde los 1200 °C hasta el punto de fusión (1299 °C).



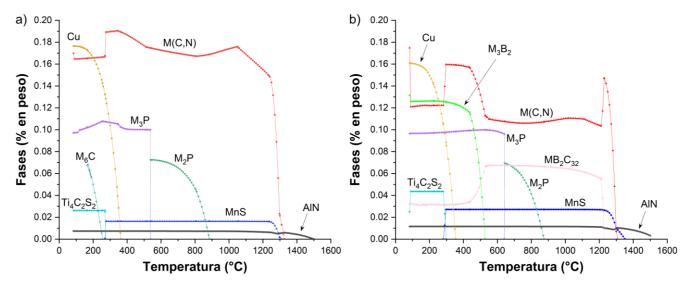
**Figura 4.1.** Diagramas de fases en equilibrio de los aceros bajo estudio (0-100%) calculados mediante el software JMatPro 7.0. a) LD-B0 y b) LD-B1.

Para las dos aleaciones se observa que la temperatura liquidus ronda los 1300 °C, mientras que la temperatura solidus varia para cada acero, siendo de 1230 °C para el acero LD-B0 y de 1210 °C para el acero LD-B1. Dicho comportamiento también ha sido reportado en diferentes investigaciones del grupo de trabajo [8,19,50,55,57,58]. De acuerdo con la literatura [56,62], conforme el contenido de C se incrementa se tiene un rango de congelación mayor que da lugar a una región bifásica más amplia que retrasa el final de la solidificación; en este sentido se esperaría que el acero LD-B0 que contiene mayor cantidad de C solidifique antes que el acero LD-B1. No obstante, las predicciones obtenidas mediante el software sugieren lo contrario. Todos los elementos son rechazados de vuelta al líquido hasta que se estabilice (o se forme) una fase sólida que pueda absorber cualquier elemento y agotarlo del líquido, por lo que cuanto antes se absorba un elemento en el sólido antes podrá solidificarse todo el líquido. La mayoría de los elementos, como Cr, Ni, Mn, Si, Mo, Nb, Ti, C, N, se dividen en fases sólidas que son estables a temperaturas relativamente altas y, en consecuencia, no es probable que estos elementos amplíen el intervalo de temperaturas de solidificación. Caso contrario, el S, B y P son continuamente rechazados al líquido y permanecen allí hasta temperaturas más bajas donde las fases que pueden absorberlos se vuelven estables [61]. Debido a que se tiene una misma concentración de S y P en ambas aleaciones, este retraso de 20 °C en el proceso de solidificación se asocia al efecto de la microadición de B, ya que se ha encontrado que a medida que avanza la solidificación los átomos de B son expulsados continuamente al líquido debido a que es casi imposible que entren en los sitios octaédricos de la estructura FCC (fase γ), lo que conduce a la disminución de la temperatura de solidificación y a la expansión de la región bifásica líquido-sólido [19,37,69]. En el sistema Fe-Mn-Al-C, el alto contenido de C y Mn conduce a la presencia y estabilización de la austenita a baja temperatura [14,33,34,39]. Esto se debe a que al aumentar el contenido de Mn se expande la región monofásica de la austenita a temperaturas y contenidos de C más bajos; dicho efecto fue estudiado por Chen y col. [14], quienes mencionan que a medida que aumenta el contenido de C y Mn en un acero de baja densidad la región austenítica se amplía para un contenido de Al dado y que, en efecto, mediante el análisis de difracción de rayos-X se corroboró dicha fase.

La precipitación de la fase G en ambos aceros LD puede tratarse de un siliciuro intermetálico con estructura FCC que se ha observado en aceros inoxidables austeníticos estabilizados con Nb o Ti, así como en la martensita de los aceros inoxidables endurecidos por precipitación y en la ferrita de los aceros inoxidables de fase dual  $\gamma+\alpha$  [42-45]. Este precipitado intermetálico posee una fórmula general  $A_{16}B_6S_{17}$  [42-45], donde A y B corresponden a Ni y Ti respectivamente, aunque han sido reportadas muchas variaciones donde el Fe, Cr, Mn, Nb y Mo pueden sustituir al Ni y al Ti; Shuro y col. [45] señalan que el Cr y Mn pueden sustituir a los sitios de Ti, mientras que el Fe y Mo a los sitios de Ni. Por último, a más baja temperatura existe la formación de  $M_{23}C_6$ , que después de la  $\alpha$ -ferrita es la fase más abundante que se forma durante la solidificación. Todas las fases distintas de la austenita, ferrita y la  $M_{23}C_6$  se encuentran en cantidades pequeñas, normalmente <0.5% como se muestra en la Figura 4.2.

El diagrama mostrado en la Figura 4.2b muestra información importante sobre la forma de precipitación del B. El software JMatPro sugiere que el B precipita como dos fases estables: el boruro del tipo M<sub>3</sub>B<sub>2</sub> y el carboboruro del tipo MB<sub>2</sub>C<sub>32</sub>. De acuerdo con Salas y col. [8], elementos como el Ti, B, Mo, Cr, Mn y Al están presentes en el compuesto MB<sub>2</sub>C<sub>32</sub>, y del mismo modo el Mo, Cr, B, Fe y Ni en el compuesto M<sub>3</sub>B<sub>2</sub>. Ambos compuestos están presentes en un amplio intervalo de temperaturas en las cuales se realizan todas las operaciones típicas de

conformado y tratamientos térmicos, por lo que pueden resultar perjudiciales al afectar las propiedades del material [37,50,61].



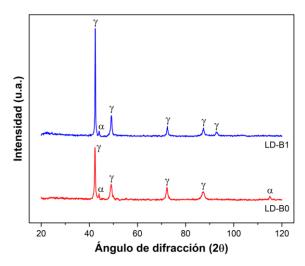
**Figura 4.2.** Diagramas de fases en equilibrio de los aceros bajo estudio (0-0.2%) calculados mediante el software JMatPro 7.0. a) LD-B0 y b) LD-B1.

Los diagramas de fases en equilibrio para las dos aleaciones indica la presencia de varios tipos de precipitados complejos, como el carbonitruro M(C,N), los fosfuros M<sub>3</sub>P y M<sub>2</sub>P, el sulfuro MnS, el AlN y el Ti<sub>4</sub>C<sub>2</sub>S<sub>2</sub>. Como ya se mencionó, el S y P son rechazados de vuelta al líquido, sin embargo, el S se elimina del líquido a temperaturas más altas una vez que el MnS se estabiliza. El MnS se forma normalmente alrededor de los 1250 °C y cuando la temperatura alcanza los 1200 °C alrededor del 75% o más del S se ha eliminado del líquido [61]. Como se muestra en la Figura 4.2a-b, estos precipitados se forman a bajos porcentajes en peso (0-0.2%) e incluso algunos de estos se forman casi al inicio de la solidificación y permanecen hasta temperatura ambiente, como el M(C,N) y el AlN. La presencia de AlN (forma angular) se debe a que el alto contenido de Al en las aleaciones reacciona fácilmente con el Ni, precipitando durante el proceso de solidificación debido al enriquecimiento de solutos, promoviendo el aumento de la zona columnar [40,46,50]. Este nitruro de Al se considera como una inclusión perjudicial para la ductilidad en caliente de los aceros porque precipita en los límites de grano [46,47]. No obstante, los efectos nocivos de este nitruro sobre las propiedades

mecánicas del material pueden disminuirse mediante la encapsulación con sulfuro de Mn (MnS), produciendo una inclusión más esférica que aporta una interfaz más flexible [40]. Pare el acero LD-B0 (Fig. 4.2a) se observa la presencia del carburo de tipo M<sub>6</sub>C, donde M es una combinación variable de elementos como Cr, Fe, Mo, Ni, Nb y Si [44], mientras que en el acero LD-B1 (Fig. 4.2b) se tiene la supresión del carburo. Esto puede deberse a que el contenido de Ni en el acero LD-B0 es relativamente mayor que en el acero LD-B1, promoviendo al carburo M<sub>6</sub>C como precipitado más estable [44].

# 4.3. Resultados de la difracción de rayos-X (DRX).

En la Figura 4.3 se muestran los patrones de difracción para los aceros LD-B0 y LD-B1 en condición de colada. La identificación de los picos de difracción corrobora la principal fase estable  $\gamma$ -austenita con número de ficha 00-052-0512 [80] a temperatura ambiente, con lo que se demuestra que el C y Mn ayudan a estabilizar la fase austenítica. Ambos aceros presentan débilmente la fase  $\alpha$ -ferrita con número de ficha 00-006-0696 [81]. En el acero LD-B0 se identificaron dos picos de fase  $\alpha$ -ferrita difractada en 20 = 44.1° (110) y 115° (113), mientras que en el acero LD-B1 solo se identificó un pico a 20 = 44.04° (110), este comportamiento se atribuye al efecto del B en la estabilización de la  $\gamma$ -austenita suprimiendo la transformación de  $\gamma$ -austenita a  $\alpha$ -ferrita [19].



**Figura 4.3.** Patrones de difracción de rayos-X para los aceros LD en condición de solidificación.

#### 4.4. Resultados de la medición de la densidad.

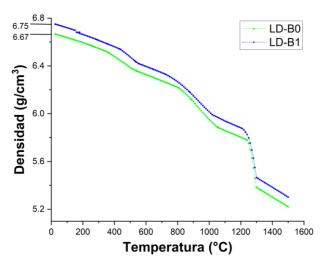
En la Tabla 4.2 se presentan los valores de la densidad promedio de cada acero bajo estudio y se incluye también el valor para un acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B (denominado LD-Ref) reportado por Villanueva-Pérez [19], obteniéndose un valor de 6.74±0.0013 g/cm³ para el acero LD-B0, de 6.83±0.0011 g/cm³ para el acero LD-B1 y de 6.87±0.0014 g/cm³ para el acero LD-Ref. Esto equivale a una reducción porcentual de la densidad del 14.14%, 13% y 12.48%, respectivamente, con respecto a un acero 4140 (7.85 g/cm³), el cual es ampliamente utilizado en componentes de automóviles, como ejes, cigüeñales, fijaciones, engranajes, barras, vástagos, entre otros [90].

La reducción de la densidad en estos aceros ocurre por dos mecanismos [25]: la reducción de la masa elemental y por la expansión del parámetro de red, que de acuerdo con Frommeyer y col. [13] este parámetro contribuye hasta un 10% de reducción. En este caso, el aumento del valor de la densidad para el acero LD-B1 y LD-Ref radica en la disminución del contenido de átomos ligeros de Al disueltos, lo que reduce la expansión de la red, aumentando la densidad de la celda unitaria, además de un aumento de la masa elemental por la sustitución de átomos de Fe de un mayor peso atómico en la red FCC. Por otro lado, la adición de B aumenta la densidad de los aceros debido a que forma compuestos intermetálicos con otros elementos presentes, además de que puede influir en la forma en que los átomos se empaquetan en la estructura cristalina, contribuyendo así al aumento en la densidad.

**Tabla 4.2.** Variables para la determinación de la densidad de los aceros LD a T<sub>amb</sub>.

Densidad						
Muestra	%Al en peso	Peso (g)	Volumen promedio (cm³)	Tiempo promedio de medición (min)	Densidad promedio	
LD-B0	9.56	36.7	5.45	20	6.74 g/cm <sup>3</sup>	
LD-B1	8.68	35.1	5.14	20	6.83 g/cm <sup>3</sup>	
LD-Ref [19]	7	27.5	4.00	15	6.87 g/cm <sup>3</sup>	

El software JMatPro (Figura 4.5) muestra tener una buena aproximación para la predicción de las propiedades termofísicas de las aleaciones bajo estudio, indicando una disminución de la densidad conforme se incrementa la temperatura y mostrando una disminución considerable en el rango de temperatura de 1200 a 1300 °C asociado al cambio de estado, es decir, del estado sólido a líquido. Este fenómeno puede explicarse mediante el modelo cinético, ya que a medida que aumenta la temperatura, los átomos del metal empiezan a vibrar cada vez más provocando que estos se alejen unos de otros y ocupen un mayor volumen.



**Figura 4.5** Predicción de la densidad de los aceros LD en función de la temperatura calculada en el software JMatPro.

# 4.5. Resultados de la caracterización metalográfica en condición de colada.

En la Figura 4.6 se muestra la macroestructura del acero LD microaleado con B. Se observa que durante la solidificación unidireccional el material experimenta diferentes cambios en la morfología debido a que la solidificación comienza en las paredes del molde y se extiende hacia el interior de la masa líquida del metal, formando una estructura cristalina no homogénea compuesta por tres zonas diferentes. Al entrar en contacto el metal líquido con el molde de Cu, la velocidad de enfriamiento está en su valor más alto debido a la temperatura del molde (T=T<sub>ambiente</sub>), debido al elevado gradiente térmico en esta zona se forman granos muy pequeños con orientaciones al azar, que nuclean en la superficie del molde, lo que se conoce como zona Chill (Zona 1). A medida que aumenta el subenfriamiento constitucional a causa de

un gradiente térmico menor, comienzan a crecer cristales columnares de menor y mayor tamaño que constituyen la microestructura del material en dirección opuesta al transporte de calor; en dichos cristales se desarrollan inestabilidades a lo largo de tronco de la dendrita primaria, lo que da lugar a la formación de brazos secundarios y terciarios que ayudan a acelerar la liberación del calor latente al líquido (Zona 2). Debido a que estos granos crecen al mismo tiempo se impide su crecimiento a lo ancho, limitándose a crecer paralelamente hasta llegar al centro del molde. Si el subenfriamiento constitucional es aún mayor comienzan a aparecer granos equiaxiales en el líquido lejos de la interfase (Zona 3) como resultado de dos mecanismos: (1) nucleación heterogénea y (2) rompimiento de las dendritas columnares ya existentes que se desprendieron debido a la turbulencia o competencia de crecimiento que difunden en el líquido restante [72]. Sasaki y col. [64] señalan que la formación de estructuras dendríticas equiaxiales debido a los elementos microaleantes es ocasionada por la ampliación de la región de subenfriamiento constitucional debido a la segregación de solutos hacia las dendritas primarias y por la acción de las partículas finas actuando como sitios de nucleación para las dendritas equiaxiales. Por lo tanto, el mecanismo de solidificación de este acero LD bajo estudio es puramente dendrítico columnar-equiaxial, que corresponde con el modelo actual de la evolución microestructural en los procesos de colada [51].

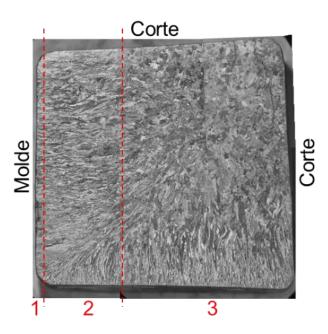


Figura 4.6. Macroestructura del acero LD-B1 atacado con glyceregia.

## 4.5.1. Microscopia óptica de luz (MO).

En la Figura 4.7a y 4.8a se observa una comparación del patrón de solidificación de los aceros LD-B0 y LD-B1 atacados con nital al 10%. El estudio revela que la estructura de colada para las dos aleaciones posee un crecimiento dendrítico que es visible gracias a que el reactivo actúa sobre los límites dendríticos, dejando las regiones ricas en Fe al descubierto, mientras que oscurece las zonas que poseen un relieve más profundo [11]; por lo que los granos dendríticos columnares o equiaxiales se han revelado como zonas claras, mientras que las regiones interdendríticas ricas en elemento soluto por efecto del enfriamiento constitucional en forma de microsegregaciones se han revelado como zonas oscuras. El crecimiento dendrítico es quizás la forma más común de solidificación y ocurre debido al gran subenfriamiento constitucional en la parte frontal de la interfase sólido-líquido. En estas condiciones, cuando una pequeña protuberancia se forma en la interfase se ve estimulada a crecer hacia el interior consumiendo el líquido remanente. A medida que la dendrita sólida crece, el calor latente de fusión es conducido al líquido subenfriado, elevando la temperatura del líquido hacia la temperatura de solidificación [71].

En el caso del acero LD-B0 se observa una estructura más gruesa en comparación con la estructura del acero LD-B1, la cual presenta una estructura más fina con la que se puede obtener un alto grado de homogenización a través de posteriores tratamientos térmicos o termo-mecánicos [72]. Esta diferencia en la morfología dendrítica se atribuye a dos razones: la primera es al aumento del contenido de C en el acero LD-B0 [62] y la segunda está relacionada con la microadición de B. En un trabajo reciente [37] se encontró que para aceros con un alto contenido en Mn y Al, el B refina el tamaño de grano y la estructura en la solidificación, lo que aumentaría la resistencia a la fractura, es decir, mejora la ductilidad, debido a que el B es capaz de segregarse en los límites de grano de la austenita [10]. Sin embargo, Fu y col. [59] señalan que la eficacia de la adición de B en el refinamiento de los granos puede disminuir con un aumento del contenido de B y encontraron que este efecto tiende a moderarse cuando el contenido de B supera el 0.040% en peso para aleaciones Fe-6.5% Si en peso.

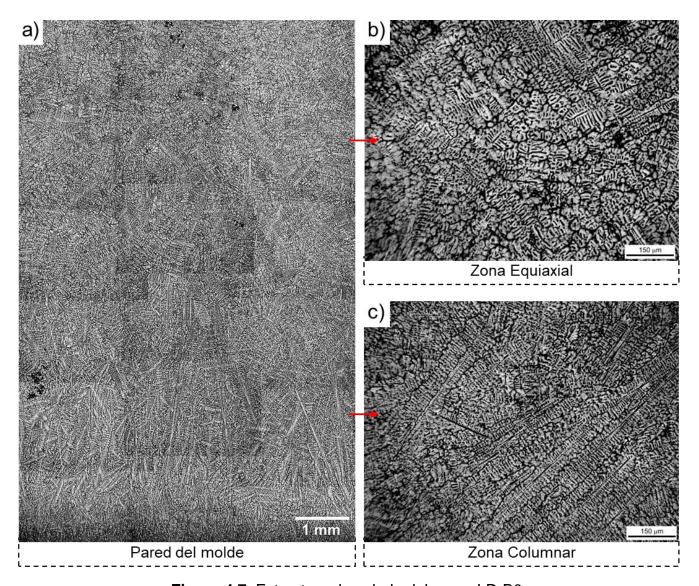


Figura 4.7. Estructura de colada del acero LD-B0.

De acuerdo con lo mencionado en la sección 2.6, existen tres mecanismos diferentes que buscan explicar el refinamiento de grano inducido por la adición de B en aleaciones TiAl y Fe-6.5%Si. Sin embargo, no existen observaciones experimentales que comprueben que estos mecanismos se presenten en los sistemas Fe-Mn-Al-C, por lo que los resultados obtenidos son consecuencia de un mecanismo alternativo basado en la nucleación en la región constitucionalmente subenfriada [50]. De la teoría se sabe que el grado de subenfriamiento de la fase líquida en la frontera de la interfase sólido-líquido tiene un efecto notable sobre la tasa

de nucleación y la velocidad de crecimiento del grano durante la solidificación. En este caso, la segregación del elemento B intersticial en el frente de solidificación conduce a un aumento importante del subenfriamiento constitucional que potenciará la formación de dendritas [37,59,60,73,74]. Esto es coherente con las observaciones realizadas por Plaskett, Winegard y Chalmers, quienes sugirieron que, en condiciones de subenfriamiento constitucional extremo, la nucleación podría tener lugar en el líquido por delante del frente de solidificación [74].

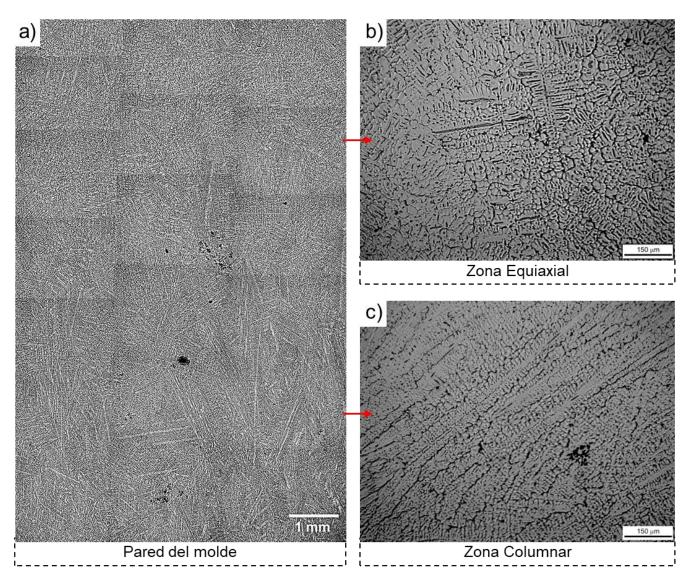


Figura 4.8. Estructura de colada del acero LD-B1.

Es importante señalar que el crecimiento dendrítico presenta un comportamiento peculiar, en el que las dendritas (incluidos brazos primarios, secundarios y terciarios) crecen en direcciones cristalográficas específicas determinadas por las propiedades fisicoquímicas del material [37,70]. La experiencia demuestra que la mayoría de las aleaciones que tienen una estructura cúbica solidifican con un crecimiento preferencial de las dendritas en la familia de direcciones (100), lo que da lugar a un crecimiento cristalino paralelo y opuesto al flujo de calor. No obstante, los brazos primarios también se pueden formar espontáneamente en otras direcciones, pero pierden la competencia y solo sobreviven las dendritas paralelas al gradiente de temperatura [49]. Para ambos aceros LD, el sistema cristalino corresponde al cúbico centrado en la cara (FCC), por lo que la formación de las dendritas será en esta familia de direcciones  $(100)_{\gamma}$ , siempre y cuando se tenga el suficiente espacio para crecer libremente [55]. Con el refinamiento de la estructura provocado por la adición de B se cuenta con una mayor cantidad de dendritas, las cuales son más pequeñas y finas como resultado de la competencia mutua. Este cambio en la morfología dendrítica coincide con los diversos estudios en aceros TWIP [11,55,57] y LD [19] microaleados con Ti y B, en donde se ha reportado que el Ti ayuda a incrementar la efectividad del B como elemento de microaleación en el acero.

# 4.5.2. Microscopía óptica de barrido (MEB).

En la Figura 4.9 se muestra la caracterización por MEB realizada en el acero LD-B1 en condición de colada y el arreglo donde se realizaron análisis puntuales. Los puntos 1-2 corresponden a la distribución localizada de los elementos soluto sobre el cuerpo del grano dendrítico, mientras que los puntos 3-4 al espaciado interdendrítico. Una vez formada una dendrita la solidificación continuará por el engrosamiento y crecimiento de sus brazos. Durante este proceso de solidificación la concentración de los elementos de aleación en la masa fundida aumenta o disminuye, dependiendo de la diferencia de solubilidad en las fases sólida y líquida [69]. En consecuencia, la concentración de elementos de aleación es diferente, por lo que se produce una condición inhomogénea del soluto en el sólido (fenómeno conocido como segregación) [11,19,49], lo que afecta a todo el procesamiento posterior y, finalmente, a las propiedades mecánicas, ya que puede provocar fragilización y agrietamiento en los aceros

[55], así como la presencia de segundas fases que pueden actuar como lugares de nucleación de microgrietas/microcavidades por la concentración de esfuerzos mecánicos [11,52]

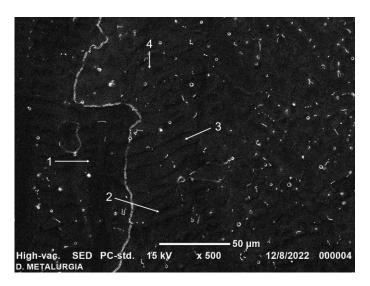


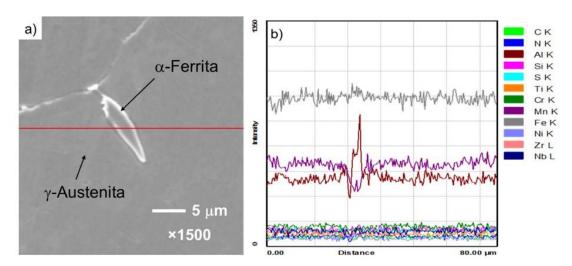
Figura 4.9. Microanálisis puntuales para el acero LD-B0 en condición de colada.

En la Tabla 4.3 se presenta la concentración de los elementos obtenidos mediante microanálisis puntuales. Se observa claramente como los puntos 1 y 2 exhiben un incremento en el contenido de Al a la par de la disminución del contenido de C y Mn, esto se debe a que a que los elementos estabilizadores de la austenita, como Mn, Cr, Si, etc., siempre segregan en las regiones interdendríticas (en los puntos 3 y 4 se observa un incremento de Mn) y, por el contrario, el Al segrega negativamente [65-68]. Estos análisis muestran una tendencia similar en los resultados obtenidos por Villanueva-Pérez [19]; las regiones dendríticas son más pobres en estos elementos, mientras que las regiones interdendríticas son más ricas.

**Tabla 4.3.** Resultados de los microanálisis puntuales en regiones dendríticas e interdendríticas para el acero LD-B0 en condición de solidificación.

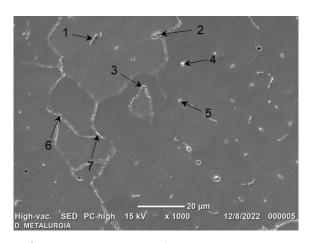
Microanálisis	(% en peso)						
WICT CATIONS	Fe	Mn	Al	С			
Punto 1 (Zona dendrítica)	64.19	20.12	9.85	0.73			
Punto 2 (Zona dendrítica)	63.82	19.69	10.05	0.93			
Punto 3 (Zona interdendrítica)	57.80	29.34	6.62	1.10			
Punto 4 (Zona interdendrítica)	50.23	35.20	5.99	1.70			

En la condición de solidificación, Villanueva-Pérez [19] reportó la presencia de fase  $\alpha$ -ferrita a lo largo de los límites de grano de la matriz austenítica con una microestructura globular. En el caso de los aceros LD bajo estudio se detectó también la presencia de  $\alpha$ -ferrita globular (ver Figura 4.10a), con un contenido de Al mayor, a la vez que el Mn disminuye, lo cual es característico de la ferrita en este sistema de aleación. Se observa que la mayoría de las partículas están basadas en Ti. Esto se debe a que el Ti desempeña un papel muy importante en la protección del B al unir el Ti con el nitrógeno en (Ti,Nb)(C,N). La presencia de precipitados de Nb y Zr se atribuye a la contaminación del acero por el crisol, formando carburos complejos junto con otros elementos de microaleación, principalmente con el Ti.



**Figura 4.10.** Morfología de la  $\alpha$ -ferrita en condición de solidificación y b) Barrido en línea.

En la Figura 4.11 y Tabla 4.4 se presenta la caracterización de partículas de segunda fase encontradas en los aceros LD en condición de colada. El punto 2 corresponde a una partícula de sulfuro de Mn complejo, la cual está situada en el límite de grano y alrededor de este la formación de una microcavidad. En el caso del punto 5, Mancilla y col. [79] explican que las partículas de forma cúbica con caras planas y vértices redondeados que se localizan en la matriz y no en los límites de grano se forman a partir de óxidos o sulfuros por lo que se puede tratar de igual manera de una partícula de Mns.



**Figura 4.11.** Partículas de segunda fase presentes en el acero LD-B0.

**Tabla 4.4.** Análisis puntales realizados en las partículas de segunda fase encontradas en el acero LD-B0.

Punto	Partícula	(% en peso)							
	i articula	Fe	Mn	Al	С	Ti	S	Zr	Nb
1	TiC	49.89	34.69	5.57	1.96	1.90	0.11	-	-
2	MnS	61.82	21.04	10.56	1.02	0.00	0.03	0.10	0.02
3	(Ti,Nb)C	41.66	27.45	5.32	4.99	13.21	0.63	-	0.83
4	(Zr,Nb)C	35.40	41.25	3.19	2.09	0.15	0.17	7.62	1.26
5	MnS	60.14	21.06	11.46	1.06	0.06	0.03	-	-
6	(Ti,Nb)C	33.43	24.86	4.51	6.36	21.19	1.02	0.02	0.50
7	(Ti,Zr)C	47.64	37.57	5.48	1.20	0.16	-	1.29	0.10

#### 4.6. Estudio estadístico de la estructura de colada.

En la Tabla 4.5 se resumen los resultados de las mediciones de longitud realizadas a lo largo de las zonas columnares y equiaxiales, comparando el tamaño de los brazos dendríticos primarios y secundarios. Se puede observar que la longitud del brazo primario columnar es mucho mayor para el acero LD-B0 (533.4 μm) que para el acero LD-B1 (372.0 μm). Como ya se mencionó en la sección 5.4.1, en el acero microaleado con B existe una gran competencia entre las dendritas por un incremento en la densidad de éstas, lo que provoca que los ejes primarios sean más cortos. También se puede observar que los brazos dendríticos secundarios en la zona columnar en ambos aceros son más cortos en comparación con los brazos primarios, esto se debe a un descenso en el gradiente de temperatura que comienza no sólo en el frente del brazo primario, sino también en direcciones perpendiculares a este, lo que provoca que el crecimiento de la intercara sea lento [58,75]. De igual manera se observa que los brazos primarios equiaxiales presentan un promedio de longitud mucho menor que los brazos primarios columnares, lo cual está relacionado con la manera en la que se extrae el calor latente a través del líquido subenfriado en las dendritas equiaxiales. En el caso de las dendritas columnares, estas crecen a un ritmo determinado por el subenfriamiento constitucional. Caso contrario, las dendritas equiaxiales crecen rodeadas por el líquido subenfriado, por lo que las dendritas en crecimiento están más calientes que gran parte de su entorno y el flujo de calor es más o menos radial y en la misma dirección que la del crecimiento [58,76,77]. En el caso de los brazos dendríticos secundarios de la zona columnar se observa una disminución de la longitud en el acero LD-B1 (74.5 μm) en comparación con el acero LD-B0 (99.9 μm), lo que confirma el efecto del refinamiento en la estructura de solidificación debido a la microadición de B. No obstante, es evidente que los brazos secundarios de la zona equiaxial para ambos aceros tienen una mayor longitud en comparación con la zona columnar (104.8 μm para el acero LD-B0 y 99.7 μm para el acero LD-B1). Este engrosamiento de las dendritas equiaxiales se debe a que están más alejadas de los frentes de solidificación.

De acuerdo con las desviaciones estándar de la Tabla 4.5, se observa que el acero LD-B0 presenta grandes valores en la zona columnar, mientras que en la zona equiaxial los valores son más grandes para el acero LD-B1. Una desviación estándar grande indica que se tiene

una mayor dispersión de valores respecto al promedio, por lo que este será menos representativo de la distribución.

**Tabla 4.5.** Valores promedio e histogramas de distribución normal de las mediciones en la estructura de colada de los aceros LD.

	Descripción	LD-B0	LD-B1	Histogramas
	Longitud de brazo dendrítico primario (µm)	533.4	372.0	a) 20- EO-B0 b) 20- EO-B1 LD-B1
lumnar	Desviación estándar	235.4	183.7	200 400 600 800 1000 1200 200 400 600 800 1000 1200 Longitud (μm)
Zona Columnar	Longitud de brazo dendrítico secundario (µm)	99.9	74.5	C) 90 LD-B0 d) 200 LD-B1
	Desviación estándar	43.0	26.0	50 100 200 300 50 100 150 200 Longitud (μm) Longitud (μm)
	Longitud de brazo dendrítico primario (µm)	175.1	161.2	e) 60 LD-B1 f) 60 ED 40
quiaxial	Desviación estándar	56.5	63.5	L 20 100 200 300 400 100 200 300 400 Longitud (μm) Longitud (μm)
Zona Equiaxial	Longitud de brazo dendrítico secundario (μm)	104.8	99.7	g) 160- 160- 100
	Desviación estándar	34.1	47.9	100 200 300 100 200 300 400 Longitud (μm)

En el caso de los histogramas de distribución normal presentados, se observa que los gráficos (b), (c), (f) y (h) poseen un sesgo positivo, esto ocurre porque las probabilidades disminuyen más lentamente en los valores altos. Los gráficos (a), (d), (e) y (g) parecen no presentar sesgo. Esto no significa que el sesgo sea exactamente igual a cero, ya que eso en la práctica es imposible, sino que cualitativamente la distribución exhibe simetría [78].

Las mediciones realizadas concuerdan con los datos obtenidos por Díaz-Pineda [10], Rodríguez-Velasco [57] y Villanueva-Pérez [58], cuya estructura para los aceros TWIP sin B y con B presentan una disminución de la longitud del brazo secundario columnar y brazo primario equiaxial con respecto a la longitud del brazo primario columnar, a la par de un aumento en la longitud del brazo secundario equiaxial respecto a la longitud del brazo secundario columnar.

Los aceros TWIP trabajados por Villanueva-Pérez [58] poseen un bajo contenido de C (<0.6% en peso), Al (<2% en peso) y Mn (≤22% en peso) en comparación con los aceros LD estudiados, por lo que se esperaría una estructura más fina independientemente de la microadición de B. No obstante, los aceros TWIP sin B presentan una longitud del brazo primario columnar de 417.27 μm, lo que representa una diferencia de 116.13 μm respecto al acero LD-B0; mientras que la longitud del brazo primario columnar para el acero TWIP microaleado con B (40 ppm) es de 223.58 μm, con una diferencia de 148.42 μm respecto al acero LD-B1. Esta diferencia puede resultar no relevante, sin embargo, comparando la longitud del brazo primario columnar del acero LD-Ref [19] microaleado con B (53 ppm), la cual es de 1255 μm, con la del acero LD-B1 (210 ppm B) se obtiene una reducción de 883 μm aproximadamente.

#### 4.7. Análisis de la microdureza.

Los resultados mostrados en la Tabla 4.6 indican que la microdureza para los aceros LD es ligeramente mayor en la zona columnar respecto de la equiaxial. Este resultado es el esperado, ya que en esta zona se presenta una velocidad de solidificación rápida debido a su proximidad con la pared del molde, por lo que en esta región se tiene una estructura más finamente distribuida en la que se suprime la macrosegregación de solutos, dando lugar a una distribución

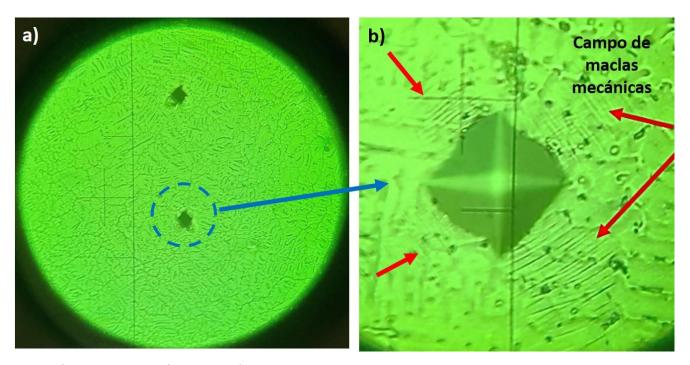
más homogénea de la dureza. Este efecto se atribuye principalmente a la tasa de crecimiento de las dendritas, la cual es muy rápida y provoca que el soluto en la fase sólida y en la fase líquida no puedan difundirse completamente [52]. Huang y col. [53] estudiaron el efecto de la velocidad de enfriamiento en la microestructura y la segregación en un acero de baja densidad Fe-30Mn-20Al-1.1C y encontraron que al aumentar la velocidad de enfriamiento se evita la segregación de Al y Mn. Caso contrario, en la zona equiaxial la dureza disminuye porque se tiene un tiempo de solidificación mayor, lo que se traduce a una extracción de calor más lenta que da como resultado una estructura más gruesa (véase la Tabla 4.5) con un grado de segregación mayor debido al enriquecimiento de solutos por la difusión [52,53,54]. De acuerdo con estas mediciones, el acero LD-B0 es el que presenta la mayor microdureza en las dos zonas de la estructura de solidificación. Salas-Reyes y col. [37,50] atribuyen este efecto a la cristalización incoherente de las dendritas, ya que las regiones de brazos secundarios finos proporcionan una resistencia a la penetración debido al multiarreglo de las fases austenita y ferrita.

**Tabla 4.6.** Microdureza Vickers HV<sub>1</sub> de los aceros LD.

	Zona	Columnar		Zona Equiaxial		
Acero	Promedio HV <sub>1</sub>	Desviación HRC		Promedio HV <sub>1</sub>	Desviación	HRC
	(Kg <sub>f</sub> /mm <sup>2</sup> ) estándar		пкс	(Kg <sub>f</sub> /mm <sup>2</sup> )	estándar	пкс
LD-B0	393.8	18.42	41.0	385.5	14.59	40.3
LD-B1	315.5	11.57	33.3	295.4	9.16	30.9

La caracterización mecánica realizada en el acero LD-Ref (40 ppm B) por Villanueva-Pérez [19] revela una microdureza mucho menor en ambas zonas en comparación con el acero LD-B1, obteniéndose una microdureza promedio de aproximadamente 240 HV en la zona columnar y de 235 HV en la zona equiaxial. Esta diferencia en la microdureza se debe al incremento en el contenido de B en el caso del acero LD-B1 (240 ppm B) bajo estudio, ya que puede existir una mayor presencia de precipitados de B que aumentan la dureza del material al impedir el movimiento de las dislocaciones. Este aumento de la dureza en los aceros bajo estudio también puede estar atribuido a la condición de maclaje, la cual se observó mediante

microscopía óptica y se concentró en las regiones donde se realizó la carga del identador, como se muestra en la Figura 4.12. De acuerdo con Salinas-Escutia [89] la deformación inducida por maclaje gradualmente va reduciendo la distancia de deslizamiento de las dislocaciones, actuando como límites de grano, lo cual resulta como efecto dinámico de endurecimiento por el mecanismo de Hall-Petch.



**Figura 4.12.** a-b) Maclaje formado alrededor de la carga aplicada en el ensayo de microdureza en el acero LD-B0.

Generalmente se esperaría que la dureza en aceros de baja densidad microaleado con B aumente en este tipo de sistema por el alto contenido de C, Al y Mn. Estudios previos [55,57,58] revelaron que en aceros TWIP la dureza en la zona columnar puede alcanzar valores de entre 189-146 HV y de 189-130 HV para la zona equiaxial, confirmando así el efecto del incremento en los elementos de aleación.

# Capítulo V CONCLUSIONES

#### 5.1. Conclusiones.

De acuerdo con los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación, se establecen las siguientes conclusiones sobre la caracterización y el comportamiento mecánico en la estructura de solidificación de aceros LD microaleados.

- 1. Los diagramas de fase de equilibrio calculados para los aceros LD-B0 y LD-B1 indican la presencia de austenita y ferrita, así como de precipitados de segundas fases, lo cual se confirma mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. En el caso del acero LD-B0 la T<sub>solidus</sub> tiene un valor de 1230 °C, mientras que para el acero LD-B1 ésta es de 1210 °C: En consecuencia, el B ayuda a reducir la temperatura de fusión del acero, pero ensanchando la zona bifásica.
- 2. La diferencia en la densidad entre el acero LD-B0 y LD-B1 es mínima (alrededor del 1%), pero comparado con un acero convencional utilizado en el sector automotriz, esta diferencia es cercana al 13%, lo que representa una reducción en el peso del material.
- 3. La adición de B en el acero LD-B1 tuvo un efecto positivo en el refinamiento de grano en comparación con el acero LD-B0. Así, se obtuvo una reducción de casi el 30% (B0 = 533.4 mm y B1 = 372.0 mm, respectivamente) en la longitud del brazo dendrítico primario en la zona columnar y de 8% (B0 = 175.1 mm y B1 = 161.2 mm, respectivamente) en la longitud del brazo dendrítico primario en la zona equiaxial. Esta disminución del tamaño de los brazos dendríticos permite un mejor control de las propiedades mecánicas pues se disminuye el grado de segregación interdendrítica.
- 4. En general, para ambos aceros LD, los valores máximos de dureza se presentan en la zona columnar. Es evidente el efecto del B en la disminución de la dureza, obteniéndose una reducción del 20% en la zona columnar y del 23% en la zona equiaxial en comparación con el acero LD-B0, lo cual está relacionado la capacidad que tiene el acero para deformarse permanentemente. Es decir, LD-B0 al deformarse macla mecánicamente, aumentando la resistencia, lo que no sucede en LD-B1.

### Referencias bibliográficas.

- [1] X. Hu, Z. Feng, Advanced High-Strength Steel—Basics and Applications in the Automotive Industry. Oak Ridge National Laboratory, Estados Unidos, 2021. Págs. 1, 4 15, 23.
- [2] F. Czerwinski: "Current Trends in Automotive Lightweighting Strategies and Materials". Materials, 14 (2021) 6631.
- [3] I. Gutierrez-Urrutia: "Low Density Fe-Mn-Al-C Steels: Phases Structures, Mechanisms and Properties". ISIJ International, 61 (2021) 16-25.
- [4] D. Mahmoud, Advanced High-Strength Steels. Science, Technology, and Applications. Ed. ASM International, Estados Unidos, 2013. Págs. 7, 11, 28, 51, 56, 69 80.
- [5] S. Hu, Z. Zheng, W. Yang: "Fe–Mn–C–Al Low-Density Steel for Structural Materials: A Review of Alloying, Heat Treatment, Microstructure, and Mechanical Properties". Steel Research International, 93 (2022) 2200191.
- [6] S. Khaple, B.R. Golla, V.V. Satya-Prasad: "A review on the current status of Fe-Al based ferritic lightweight steel". Defence Technology, (2022).
- [7] J. Komenda, C. Leo, J. Lönnqvist: "Interaction of Carbon, Titanium, and boron in Micro-Alloy steels and its effect on Hot Ductility". Alloys, 1 (2022) 133-148.
- [8] A.E. Salas-Reyes, G. Altamirano-Guerrero, J.F. Flores-Álvarez, J.F. Chávez Alcalá, A. Salinas, I.A. Figueroa, G. Lara-Rodriguez: "Influence of the as-cast and cold rolled microstructural conditions over corrosion resistance in an advanced TWIP steel microalloyed with boron". Journal of Materials Research and Technology, 9 (2020) 4034-4043.
- [9] A.E. Salas-Reyes, G. Altamirano-Guerrero, R. Deaquino, A. Salinas, D. Lara-Rodriguez, I.A. Figueroa, J.R. González-Parra, B. Mintz: "The Hot Ductility, Microstructures, Mechanical Properties and Corrosion Resistance in an Advanced Boron-Containing Complex Phase Steel Heat-Treated Using the Quenching and Partitioning (Q&P) Process". Metals, 13 (2023) 257.
- [10] B. Mintz, A. Qaban, S.E. Kang: "The Influence of Small Additions of Alloying Elements on the Hot Ductility of AHSS Steels: A Critical Review Part 2". Metals, 13 (2023) 406.
- [11] A.E. Salas-Reyes: "Estudio de la ductilidad en caliente de aceros Fe-Mn-C-Si-Al de plasticidad inducida por maclaje (TWIP)", Tesis Doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México, 2014.
- [12] R. Rana: "Low-density Steels". JOM, 66 (2014) 1730-1733.
- [13] G. Frommeyer, U. Brüx: "Microstructures and Mechanical Properties of High-Strength Fe-Mn-Al-C Light-Weight TRIPLEX Steels". Steel Research International, 77 (2016) 627-633.

- [14] S. Chen, R. Rana, A. Haldar, R. K. Ray: "Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels". Progress in Materials Science, 89 (2017) 345-391.
- [15] S. Liu, Y. Ge, H. Liu, J. Liu, Y. Feng, C. Chen, F. Zhang: "Tensile Properties and Microstructure Evolutions of Low-Density Duplex Fe–12Mn–7AI–0.2C–0.6Si Steel". Materials, 15 (2022) 2498.
- [16] P. Cheng, X. Li, H. Yi: "The κ-Carbides in Low-Density Fe-Mn-Al-C Steels: A Review on Their Structure, Precipitation and Deformation Mechanism". Metals, 10 (2020) 1021.
- [17] R. Rana, C. Liu, R.K. Ray: "Low-density low-carbon Fe-Al ferritic steels". Scripta Materialia, 68 (2013) 354-359.
- [18] B. Hallstedt, A.V. Khvan, B.B. Lindahl, M. Selleby, and S. Liu: "PrecHiMn-4—A thermodynamic database for high-Mn steels". Calphad, 56 (2017) 49-57.
- [19] O.E. Villanueva-Pérez: "Caracterización Metalográfica, Estructural Y Mecánica De Un Acero Avanzado De Baja Densidad Fe-Mn-Al-C Microaleado Con Ti/B", Tesis de Maestría, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México, 2019.
- [20] J. Hájek, Z. Nový, L. Kučerová, H. Jirková, P. Salvetr, P. Motyčka, J. Hajšman, T. Bystřická: "A New Alloying Concept for Low-Density Steels". Materials, 15 (2022) 2539.
- [21] O.A. Zambrano: "A General Perpective of Fe-Mn-Al-C steels". Journal of Materials Science, 53 (2018) 14003-14062.
- [22] H. Kim, D.W. Suh, N.J. Kim: "Fe-Al-Mn-C lightweight structural alloys: a review on the microstructures and mechanical properties". Science and Technology of Advanced Materials, 15 (2013) 014205.
- [23] L. Zhang, R. Song, C. Zhao, F. Yang, X. Yang, S. Peng: "Evolution of the microstructure and mechanical properties of an austenite–ferrite Fe–Mn–Al–C Steel". Mater. Sci. Eng. A, 643 (2015) 183–193.
- [24] P. Rawat, U. Prakash, V. Prasad: "Phase Transformation and Hot Working Studies on High-Al Fe-Al-Mn-C Ferritic Low-Density Steels". J. of Materi Eng and Perform, 30 (2021) 6297-6308.
- [25] R. Vaz-Penna: "Inclusion engineering in FeMnAl steels", Tesis de Maestría, Missouri University of Science and Technology, Estados Unidos, 2019.
- [26] D.M. Herlach: Solidification and Cristallization, Capítulo 1: "Complex Structures: A Symbiosis of Experiments and Numerical Studies", Capítulo 4: "Scaling Relations for Dendritic Solidification in Binary Alloys", Ed. Wiley-VCH, Alemania, 2004. Págs. 1-7, 27-32.
- [27] S. Pramanik, S. Suwas: "Low-Density Steels: The Effect of Al Addition on Microstructure and Properties". JOM, 66 (2014) 1868-1876.

- [28] N. wonderling, G. Tambourine: "Density: Helium Pycnometry", Estados Unidos, en: <a href="https://www.mri.psu.edu/materials-characterization-lab/characterization-techniques/density-helium-pycnometry">https://www.mri.psu.edu/materials-characterization-lab/characterization-techniques/density-helium-pycnometry</a>. Fecha de consulta: Diciembre 2022.
- [29] S. Chen, R. Rana, High-Performance Ferrous Alloys, Capítulo VI: "Low-Density steels", Ed. Springer 1ra edición, Suiza, 2021. Págs. 211-289.
- [30] C. Castan, F. Montheillet, A. Perlade: "Dynamic recrystallization mechanisms of an Fe-8% Al low density steel under hot rolling conditions". Scripta Materialia, 68 (2013) 360-364.
- [31] R. Rana, C. Lahaye, R.K. Ray: "Overview of Lightweight Ferrous Materials: Strategies and Promises". JOM, 66 (2014) 1734-1746.
- [32] L. Bartlett, D. Van-Aken: "High Manganese and Aluminum Steels for the Military and Transportation Industry". JOM, 66 (2014) 1770-1784.
- [33] I. Zuazo, B. Hallstedt, B. Lindahl, M. Selleby, M. Soler, A. Etienne, A. Perlade, D. Hasenpouth, V. Massardier-Jourdan, S. Cazottes, X. Kleber: "Low-Density Steels: Complex Metallurgy for Automotive Applications". JOM, 66 (2014) 1747-1758.
- [34] R. Rana, C. Liu, R.K. Ray: "Evolution of microstructure and mechanical properties during thermomechanical processing of a low-density multiphase steel for automotive application". Acta Materialia, 75 (2014) 227-245.
- [35] I.S. Kalashnikov, B.S. Ermakov, O. Aksel'rad, L.K. Pereira: "Alloying of Steels of the Fe Mn Al C System with Refractory Elements". Metal Science and Heat Treatment, 43 (2001) 493-496.
- [36] R.A. Howell, R.J. Gerth: "Fe-Mn-Al-C ALLOY STEELS A NEW ARMOR CLASS". SAE Technical Paper 2017-01-1703.
- [37] A.E. Salas-Reyes, G. Altamirano-Guerrero, J.F. Chávez-Alcalá, A. Barba-Pingarrón, I.A. Figueroa, A.M. Bolarín-Miró, F. Sánchez-De Jesús, R. Deaquino-Lara, A. Salinas: "Influence of Boron Content on the Solidification Structure, Magnetic Properties and Hot Mechanical Behavior in an Advanced As-Cast TWIP Steel". Metals, 10 (2020) 1230.
- [38] M. Sharma, I. Ortlepp, W. Bleck: "Boron in Heat-Treatable Steels: A Review". Steel Research International, 90 (2019) 1900133.
- [39] S.H. Kim, H. Kim, N.J. Kim: "Brittle intermetallic compound makes ultrastrong low-density steel with large ductility". Nature, 518 (2015) 77-79.
- [40] R.A. Howell: "Microstructural Influence on Dynamic Properties of Age Hardenable FeMnAl Alloys". Doctoral Thesis, Missouri University of Science and Technology, United States, 2009.

- [41] O. Acselrad, R.A. Simao, L.C. Pereira, C.A. Achete, I.S. Kalashnikov, E.M. Silva: "Phase Transformations in FeMnAIC Austenitic Steels with Si Addition". Metallurgical and Materials Transactions A, 33 (2002) 3569-3573.
- [42] R.M. Boothby, D.R. Harries, T.M. Williams: "Precipitation and void-swelling in nickel-manganese austenitic stainless steels". Journal of Nuclear Materials, 115 (1983) 16-24.
- [43] T. Hamaoka, A. Namoto, K. Nishida, K. Dohi, N. Soneda: "Effects of aging temperature on G-phase precipitation and ferrite-phase decomposition in duplex stainless Steel". Philosophical Magazine, 92 (2012) 2518-2536.
- [44] A. Gharehbaghi: "Precipitation Study in a High Temperature Austenitic Stainless Steel using Low Voltage Energy Dispersive X-ray Spectroscopy". Master's degree Project, Royal Institute of Technology, Sweden, 2012.
- [45] I. Shuro, H.H. Kuo, T. Sasaki, K. Hono, Y. Todaka, M. Umemoto: "G-phase precipitation in austenitic stainless steel deformed by high pressure torsion". Materials Science and Engineering: A, 552 (2012) 194-198.
- [46] N. NguyenVan, K. Kato, H. Ono: "Precipitation Behavior of AIN Inclusions in Fe-0.5Al-2.0Mn Alloy Under Continuous Unidirectional Solidification Process". Frontiers in Materials, 8 (2021) 736284.
- [47] J.M. Jang, M.K. Paek, J.J. Pak: "smics of Nitrogen Solubility and AlN Formation in Multi-Component High Mn Steel Melts". ISIJ International, 57 (2017) 1821-1830.
- [48] K. Luitjohan: "Boron Segregation and its Effects in Advanced High Strength Steel". Open Access Dissertations, Purdue University, Indiana, 2018.
- [49] H. Fredriksson, U. Åkerlind, Solidification and Crystallization Processing in Metals and Alloys, Capítulo 2: "Thermodynamic Analysis of Solidification Processes in Metals and Alloys", Capitulo 9: "Faceted and Dendritic Solidification Structures", Ed. John Wiley & Sons 1ra edición, Reino Unido, 2012. Págs. 42-90, 529-573.
- [50] G.E. López-Velazco, A.E. Salas-Reyes, G. Altamirano-Guerrero, A. Barba-Pingarrón, J.F. García-Robledo, R. Deaquino: "Efecto de la microadición de boro en un acero TWIP sobre las características de la estructura de colada". Revista Tendencias en Docencia e Investigación en Química, 6 (2020) 408-416.
- [51] L. Bolzoni, M. Xia, N.H. Babu: "Formation of equiaxed crystal structures in directionally solidified Al-Si alloys using Nb-based heterogeneous nuclei". Scientific Reports, 6 (2016) 39554.
- [52] B. Wang, H. Zhong, X. Li, X. Wang, T. Wu, Q. Liu, Q. Zhai: "Thermal Simulation Study on the Solidification Structure and Segregation of a Heavy Heat-Resistant Steel Casting". Metals, 9 (2019) 249.

- [53] S. Huang, G. Li, Z. Zhang, Q. Tan, G. Zhu: "Effect of Cooling Rate on the Grain Morphology and Element Segregation Behavior of Fe-Mn-Al-C Low-Density Steel during Solidification". Processes, 10 (2022) 1101.
- [54] A.I. Kociubczyk: "Estructuras de solidificación y propiedades de aleaciones destinadas a la sustitución de tejidos duros". Tesis Doctoral, Universidad Nacional de Misiones, Argentina, 2021.
- [55] M. Díaz-Pineda: "Determinación del efecto de las microadiciones de Ti y B en un acero TWIP sobre las características de la estructura de colada", Tesis de Licenciatura, Universidad Nacional Autónoma de México, México, 2020.
- [56] D.R. Eo, S.G. Chung, J. Yang, W.T. Cho, S.H. Park, J.W. Cho: "Surface modification of high-Mn steel via laser-DED: Microstructural characterization and hot crack susceptibility of clad layer". Materials & Design, 223 (2022) 111188.
- [57] R. Rodríguez-Velasco: "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, Universidad Nacional Autónoma de México, México, 2017.
- [58] O.E. Villanueva-Pérez: "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, México, 2016.
- [59] H. Fu, Z. Zhang, X. Wu, J. Xie: "Effects of boron on microstructure and mechanical properties of Fe-6.5 wt.%Si alloy fabricated by directional solidification". Intermetallics, 35 (2013) 67-72.
- [60] H. Silva-Furtado, A. Trisão-Bernardes, R. Figueiredo-Machado, C.A. Silva: "The Effect of Adding Boron in Solidification Microstructure of Dilute Iron-Carbon Alloy as Assessed by Phase-Field Modeling". Materials Research, 14 (2011) 195-205.
- [61] Z. Feng, J.M. Vitek, T. Liu, Y. Wang: "Evaluation of the Effect of Alloy Chemistry on the Susceptibility of Weld Solidification Cracking of Alloy 709 Weldment and Development of Mitigation Strategy", OAK Ridge National Laboratory, 2018.
- [62] Y. Shen, J. Liu, S. Yang, B. Yan, Y. He, H. Liu, H. Xu: "Dendrite growth behavior in directionally solidified Fe–C–Mn–Al alloys". Journal of Crystal Growth, 511 (2019) 118-126.
- [63] R. Wang, M.J. Straszheim: "A High-Temperature Oxidation-Resistant Fe-Mn-Al-Si Alloy". Oxidations of Metals, 21 (1984) 71-79.
- [64] T. Sakai and J.J. Jonas: "Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations". Act Metall. 32 (1984) 189-209.

- [65] D. Senk, H. Emmerich, J. Resende, R. Siquieri: "Estimation of Segregation in Iron-Manganese Steels". Advanced Engineering Materials, 9 (2007) 695-702.
- [66] L. Ba, X. Di, C. Li, J. Pan, C. Ma, Y. Qu, X. Yang, W. Hu: "Enhancing hot ductility of a cryogenic high manganese steel at a high strain rate by matrix homogenization". Materials and Science and Engineering: A, 872 (2023) 145002.
- [67] Y. Guo, Z. Li, L. Li, K. Feng: "The Effects of Micro-Segregation on Isothermal Transformed Nano Bainitic Microstructure and Mechanical Properties in Laser Cladded Coatings". Materials, 13 (2020) 3017.
- [68] C. Slater, B. Bandi, P. Dastur, C. Dabis: "Segregation Neutralised Steels: Microstructural Banding Elimination from Dual-Phase Steel Through Alloy Design Accounting for Inherent Segregation". Metallurgical and Materials Transactions A, 53 (2022) 2286-2299.
- [69] A. Basso, I. Toda-Caraballo, D. San-Martín, F.G. Caballero: "Influence of cast part size on macro- and microsegregation patterns in a high carbon high silicon Steels". Journal of Materials Research and Technology, 9 (2020) 3013-3025.
- [70] M.E. Glicksman: Principles of Solidification: An Introduction to Modern Casting and Crystal Growth Concepts, Capítulo 9: "Constitutional Supercooling", Capítulo 13: "Dendritic Growth", Springer, Estados Unidos, 2011. Págs. 213-230, 305-324.
- [71] M. A. Jaafar, D.R. Rousse, S. Gibout, J.P. Bédécarrats: "A review of dendritic growth during solidification: Mathematical modeling and numerical simulations". Renewable and Sustainable Energy Reviews, 74 (2017) 1064-1079.
- [72] J.A. Juarez-Islas, Fundamentos de solidificación -crecimiento dendrítico-, Capítulo I: "Introducción", Capítulo IV: "Crecimiento dendrítico", Ed. Litografía Mier y Conchas, México, 2002, Págs. 7-24, 88-125.
- [73] M.N. Postnikova, A.D. Kotov, A.L. Bazlov, A.O. Mosleh, S.V. Medvedeva, A.V. Mikhaylovskaya: "Effect of Boron on the Microstructure, Superplastic Behavior, and Mechanical Properties of Ti-4Al-3Mo-1V Alloy". Materials, 16 (2023) 3714.
- [74] T.T. Cheng: "The mechanism of grain refinement in TiAl alloys by boron addition an alternative hypothesis". Intermetallics, 8 (2000) 29-37.
- [75] M.A. Alvarado-Ramírez: "Relación entre microestructura y propiedades mecánicas en piezas vaciadas de aluminio", Tesis de Maestría, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 1999.
- [76] M. López: "Análisis de la estructura de solidificación de fundiciones de hierro con grafito laminar y vermicular", Tesis Doctoral, Universidad Nacional del Mar del Plata, Argentina, 2020.
- [77] D.J. Browne: "Modelling Columnar and Equiaxed Growth", Tesis Doctoral, Universidad de Oxford, Reino Unido, 2002.

- [78] A. Porras-Velázquez: "Recordando las medidas de tendencia central, de dispersión y de la forma". Diplomado en Análisis de Información Geoespacial, CONACYT, 2017.
- [79] J.E. Mancilla, L. Berjec, C.A, Hernandez, F. Paraguay: "Estudio de los precipitados por deformación en un acero microaleado al niobio". Jornadas SAM-CONAMET, 9 (2001) 271-278.
- [80] ICDD, International Centre for Diffraction Data, in: Powder Diffraction File Number 00-052-0512, 2011.
- [81] ICDD, International Centre for Diffraction Data, in: Powder Diffraction File Number 00-006-0696, 2012.
- [82] C.Y. Lee, Y.K. Lee: "The Solidification Mode of Fe-Mn-Al-C Lightweight Steel". The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society, 66 (2014) 1794-1799.
- [83] T. Balaško, J. Burja, J. Medved: "Effect of Ni on solidification of duplex low-density steels". Journal of Thermal Analysis and calorimetry, 142 (2020) 1605-1611.
- [84] W. Kurz, D.J. Fisher: Fundamentals of Solidification, Capítulo 1: "Introduction", Capítulo 2: "Atom Transfer at the Solid/Liquid Interface", Capítulo 4: "Solidification Microstructure: Cells and Dendrites", Trans Tech Publications, 3ra edición, Países Bajos, 1989. Págs. 1-34, 63-85.
- [85] M. Hunkel: "Segregations in Steels during Heat Treatment A consideration along the Process Chain". HTM J. Heat Treatm. Mat, 76 (2021) 79-104.
- [86] A.E. Ares, R. Caram, M.A. Jaime, P. Ferrandini, A.T. Dutra, S.F. Gueijman, C.E. Schvezov: "Solidificación y microestructura de un acero inoxidable austenítico". ANALES AFA, 17 (2005).
- [87] H. Xu, Y. Zhang, H. Fu, F. Xue, X. Zhou, J. Xie: "Effects of boron or carbon on solidification behavior of Co-Ni-Al-W-based superalloys". Journal of Alloys and Compounds, 891 (2022) 161965.
- [88] G. Zhao, L. Yu, G. Yang, W. Zhang, W. Sun: "The role of boron in modifying the solidification and microstructure of nickel-base alloy U720Li". Journal of Alloys and Compounds, 686 (2016) 194-203.
- [89] Y. Salinas-Escutia: "Estudio de la Resistencia al Desgaste de Aceros Austeníticos Alto-Manganeso de Plasticidad Inducida por Maclaje (TWIP) Microaleado con Mo y Ti/B", Tesis de Maestría, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México, 2017.
- [90] P.A. Ruiz-Trabolsi, A. Chino-Ulloa, J.G. Miranda-Hernández, R. Tadeo-Rosas, R. Carrera-Espinoza, J.C. Velázquez, E. Hernández-Sánchez: "A Comparative Analysis of the Tribological Behavior of Hard Layers Obtained by Three Different Hardened-Surface Processes on the Surface of AISI 4140 Steel". Crystals, 12 (2022) 298.

#### **ANEXO I**

Fabricación de 2.7 kg de acero de baja densidad Fe-25Mn-8Al-0.8C-0.1Ti

- 1-. Consideraciones para llevar a cabo la fusión:
  - a) Eficiencia del Mn electrolítico = 75%
  - b) Eficiencia del Sorel (Fe-C) = 70%
  - c) Eficiencia del AI = 80%
- 2-. Composición química del acero LD a obtener:

**Tabla A.** Composición química requerida del acero LD.

Elemento	% en peso	kg
С	0.8	0.0216
Mn	25	0.6750
Р	0.003	0.0001
S	0.02	0.0005
Cr	4	0.1080
Мо	0.1	0.0027
Ni	2	0.0540
Al	8	0.2160
Cu	0.2	0.0054
Ti	0.1	0.0027
Fe	59.77	1.614
Total	100	2.7

## 3-. Ajuste del Manganeso:

Cantidad de Mn a adicionar = Cantidad de Mn requerido + Mn perdido =  $0.675 \text{ kg Mn} + (0.675 \text{ kg} \times 0.25)$ 

Si la aleación maestra (AM) contiene 73.48% de Mn, entonces la cantidad en kg de AM que se ocupan para ajustar el Mn del acero LD son:

$$kg - AM = \frac{(0.844 \text{ kg Mn})(100\%)}{73.48\%}$$

$$kg - AM = 1.15 kg$$

Por lo tanto, el peso de los elementos en 1.15 kg de AM es:

**Tabla B.** Composición química de la aleación maestra y la cantidad de material que aporta.

Elemento	Mn	Fe	S	Cu	Bi	Cd	Total
% en peso	73.48	26.36	0.06	0.05	0.03	0.01	100
kg	0.845	0.303	6.9×10 <sup>-4</sup>	5.8×10 <sup>-4</sup>	3.5×10 <sup>-4</sup>	1.2×10 <sup>-4</sup>	1.15

#### 4-. Ajuste del Carbono:

Cantidad de C a adicionar = Cantidad de C requerido + C perdido   
= 
$$0.0216 \text{ kg C} + (0.0216 \text{ kg} \times 0.30)$$
   
=  $0.0281 \text{ kg C}$ 

Si el Sorel contiene 4.05% de C, entonces la cantidad en kg de Sorel que se ocupan para ajustar el C del acero LD son:

$$kg - Sorel = \frac{(0.0281 kg C)(100\%)}{4.05\%}$$

$$kg - Sorel = 0.694 kg$$

Por lo tanto, el peso de los elementos en 0.694 kg de Sorel es:

**Tabla C.** Composición química del Sorel y la cantidad de material que aporta.

Elemento	С	Si	Mn	Р	S	Fe	Total
% en peso	4.05	0.132	0.028	0.03	0.023	95.74	100
kg	0.028	9.2×10 <sup>-4</sup>	1.9×10 <sup>-4</sup>	2.1×10 <sup>-4</sup>	1.6×10 <sup>-4</sup>	0.664	0.694

#### 5-. Ajuste del Hierro:

Si la Chatarra contiene 98.51% de Fe, entonces la cantidad en kg de Chatarra que se ocupan para ajustar el Fe del acero LD son:

$$kg - Chatarra = \frac{(0.647 kg Fe)(100\%)}{98.51\%}$$

$$kg - Chatarra = 0.656 kg$$

Por lo tanto, el peso de los elementos en 0.656 kg de Chatarra es:

**Tabla D.** Composición química del acero 1018 y la cantidad de material que aporta.

Elemento	С	Mn	Si	Р	S	Fe	Total
% en peso	0.2	0.9	0.3	0.04	0.05	98.51	100
kg	1.3×10 <sup>-4</sup>	5.9×10 <sup>-4</sup>	1.9×10 <sup>-4</sup>	2.6×10 <sup>-4</sup>	3.3×10 <sup>-4</sup>	0.647	0.656

#### 6-. Ajuste del Aluminio:

Si el Al<sub>electrolítico</sub> contiene 99.9% de Al, entonces la cantidad en kg de Al<sub>electrolítico</sub> que se ocupan para ajustar el Al del acero LD son:

$$kg - Al_{electrolítico} = \frac{(0.259 kg Al)(100\%)}{99.9\%}$$

$$kg - Al_{electrolítico} = 0.260 kg$$

De acuerdo con la composición química experimental, se tiene un exceso del 14.22% en peso de Mn, que en kg corresponde a:

$$kg - Mn_{exceso} = \frac{(2.7 kg LD)(14.22\%)}{100\%}$$

$$kg - Mn_{exceso} = 0.384 kg Mn$$

Se consideró una pérdida del 25% Mn que equivale a 0.168 kg de Mn extra que se adicionaron, por lo que la cantidad en kg en exceso reales que hay de Mn es de:

$$kg - Mn_{exceso} = 0.384 kg Mn - 0.168 kg Mn$$

$$kg - Mn_{exceso} = 0.216 kg Mn$$

Por lo tanto, la cantidad en kg de AM que hay en exceso es de:

$$kg - AM_{exceso} = \frac{(0.216 \text{ kg Mn})(100\%)}{73.48\% \text{ Mn}}$$

$$kg - AM_{exceso} = 0.294 kg$$

Ahora, si no se considera la eficiencia del Mn durante la fusión, la cantidad de Mn requerida seria de:

Cantidad de Mn a adicionar = Cantidad de Mn requerido = 0.675 kg Mn

Si la aleación maestra (AM) contiene 73.48% de Mn, entonces la cantidad en kg de AM que se ocupan para ajustar el Mn del acero LD son:

$$kg - AM = \frac{(0.675 \text{ kg Mn})(100\%)}{73.48\%}$$

$$kg - AM = 0.918 kg$$

Por lo tanto, la cantidad de AM que se tiene en exceso es de:

Cantidad de AM en exceso = Cantidad de AM con pérdidas— Cantidad de AM sin pérdidas = 1.15 kg - 0.918 kg = 0.232 kg AM, lo que corresponde al 14% en exceso.