



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

Efecto del contenido de boro en la capacidad de maclaje
mecánico en un acero TWIP

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

P R E S E N T A

DANIEL DE LA TORRE OROZCO

Asesor: Antonio Enrique Salas Reyes



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2023



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO.

PRESIDENTE	GABRIEL ÁNGEL LARA RODRÍGUEZ.
VOCAL	LILIANA ROMERO RESÉNDIZ.
SECRETARIO	ANTONIO ENRIQUE SALAS REYES.
1º SUPLENTE	JOSÉ FERNANDO FLORES ÁLVAREZ.
2º SUPLENTE	JAIME FRANCISCO GARCÍA ROBLEDO

SITIO DE DESARROLLO DEL TRABAJO.
FACULTAD DE QUÍMICA, EDIFICIO D.

ASESOR DEL TEMA

DR. ANTONIO ENRIQUE SALAS REYES _____

SUPERVISOR TÉCNICO

DR. GABRIEL ÁNGEL LARA RODRÍGUEZ _____

SUSTENTANTE

DANIEL DE LA TORRE OROZCO _____

AGRADECIMIENTOS

DEDICATORIA

Índice

PÁG.

AGRADECIMIENTOS.....	i
DEDICATORIA.....	ii
1.1 Introducción.....	1
1.2 Objetivos.....	2
1.2.1 Objetivo general.....	2
1.2.2 Objetivos específicos.....	2
1.3 Hipótesis.....	3
1.4 Justificación.....	3
2.1 Estado del arte para los aceros TWIP.....	5
2.1.1 Comportamiento de la ductilidad en caliente de aceros TWIP microaleados con Ti y B.....	5
2.1.2 Efecto de la temperatura de deformación sobre la evolución de la microestructura y las propiedades mecánicas de un acero con bajo contenido de carbono y alto contenido de manganeso.....	9
2.1.3 Estudio adicional de la cinética de recristalización y crecimiento de grano del acero TWIP laminado en frío.....	12
2.1.4 Mejora de la resistencia mecánica de un acero TWIP trabajado en caliente mediante un tratamiento de recocido secundario óptimo.....	14
2.1.5 Influencia del tamaño de grano, la precipitación y la adición de boro en la ductilidad en caliente de un acero TWIP con alto contenido de Al, V.....	18
3.1 Fabricación del acero TWIP.....	25
3.1.1 Uso de software de simulación para cálculos termodinámicos.....	25
3.1.2 Procedimiento para el cálculo de carga y fusión.....	26
3.2 Análisis químico.....	34
3.3 Difracción de rayos-X (DRX).....	34
3.4 Acondicionamiento de probetas.....	34
3.4.1 Tratamiento térmico de homogenización.....	36
3.4.2 Procesamiento termo-mecánico.....	36
3.4.3 Procesamiento mecánico.....	39
3.4.4 Tratamientos térmicos.....	40
3.5 Preparación metalográfica.....	44
Tabla 3.12. Tiempos de residencia empleados para el pulido de probetas.....	46
3.6 Caracterización microestructural y análisis químico de partículas de segunda fase por MEB-EDS.....	48
3.7 Caracterización microestructural por microscopía óptica.....	48
3.8 Caracterización mecánica por ensayo de microdureza Vickers.....	49
3.9 Análisis dimensional de micrografías por SigmaScan Pro V5.....	49
4.1 Predicción de fases y composición química experimental.....	51
4.2 Difracción de rayos-X (DRX).....	53

4.2 Análisis microestructural por microscopía óptica.	53
4.3 Caracterización por MEB-EDS.	60
4.4 Resultados del análisis dimensional.	62
4.5 Ensayo de microdureza Vickers.	63
4.6 Medición y análisis de imágenes.	65
5. Conclusiones.	67
Referencias bibliográficas.	68

CAPÍTULO I

PRESENTACIÓN



1.1 Introducción.

Debido a la fuerte competencia en las últimas décadas entre las industrias metalúrgicas ferrosas y no ferrosas para la producción de aleaciones de baja densidad y alto rendimiento, se han desarrollado por parte de los productores de la industria del acero nuevas clases de aceros conocidos como aceros avanzados de alta resistencia (AHSS). Dentro de esta clase se encuentran los aceros TWIP (plasticidad inducida por maclaje) con alto contenido de manganeso (Mn), pertenecientes a la segunda generación. Estos aceros están recibiendo especial atención por parte de la industria automotriz debido a sus altas propiedades mecánicas a temperatura ambiente, principalmente por su alta resistencia a la tracción y gran ductilidad. Actualmente, sus excepcionales conjuntos de propiedades mecánicas hacen concebir a este acero como un nuevo material, en fase de desarrollo, de alto rendimiento, ya que puede ser empleado en estructuras automotrices de seguridad y de refuerzo, permitiendo esto diseñar componentes de geometrías complejas más delgados que promueven la reducción del peso total del automóvil, manteniendo la capacidad de absorción de energía de impacto ante choques y colisiones [1].

La característica principal de los aceros TWIP es su estructura cristalina completamente austenítica en un amplio rango de temperatura en el estado sólido. La fase gamma (γ) es estabilizada a temperatura ambiente por el alto contenido de Mn (entre 15 y 30% en peso) y por la adición de elementos tales como carbono (C), silicio (Si), aluminio (Al), entre otros.

Otra característica sustancial es que los altos contenidos de Mn y otros aleantes generan la activación del maclado mecánico del grano austenítico definido como un mecanismo secundario de deformación plástica. En el caso de los aceros TWIP, el contenido de carbono suele ser mantenido por debajo del 0.5% en peso para disminuir la precipitación de carburos que pueden llegar a ser perjudiciales y causar un decaimiento en las propiedades mecánicas. Uno de los inconvenientes de estos aceros que presentan un relativo bajo límite elástico. Esto dificulta su implementación práctica, sobre todo en procesos de conformado mecánico y aplicaciones estructurales. Por otro lado, la precipitación de partículas finas como: carburos, nitruro, carbonitruros e inclusive boruros, fomenta el endurecimiento por precipitación. Estos precipitados son logrados mayormente cuando el acero es microaleado con elementos como titanio (Ti), vanadio (V), niobio (Nb) o boro (B), principalmente.

El primer acero austenítico alto en Mn, con un diseño microestructural similar al acero TWIP, fue inventado por Sir Robert Hadfield en 1888, quién reportó un contenido de Mn entre el 11 y 15%, caracterizado por presentar una alta resistencia mecánica combinada con una alta ductilidad y buena resistencia al desgaste [2]. Así mismo, varios estudios han reportado que el endurecimiento por maclado mecánico en este tipo de aceros está altamente condicionado por la energía de falla de apilamiento (EFA) o SFE (Stacking Fault Energy), cuyo valor debe situarse entre 20 y 40 mJ/m² a temperatura ambiente, ya que a valores más altos o más bajos otros mecanismos de



deformación son los dominantes [3]. El maclado mecánico juega un papel clave durante el endurecimiento de los aceros TWIP, ya que este comportamiento comúnmente se asocia a la reducción de la libre trayectoria de las dislocaciones con el aumento de la fracción de maclas de deformación, lo que resulta en el efecto dinámico tipo Hall-Petch, aumentando la resistencia mecánica del acero considerablemente [4].

En general, la EFA está fuertemente ligada a la composición química de la aleación y a la temperatura de deformación. A medida que disminuye la energía de falla de apilamiento, la plasticidad se logra mediante: (i) deslizamiento de dislocaciones parciales y deslizamiento perfecto, (ii) deslizamiento por desplazamiento y maclado mecánico y (iii) deslizamiento por desplazamiento y transformación martensítica [5].

Por otro lado, es conocido que la adición B en los aceros contribuye a mejorar sus propiedades mecánicas y a facilitar su procesamiento termo-mecánico, ya que este elemento suele segregarse en el límite de grano austenítico, dando lugar al ablandamiento de la matriz austenítica y a mantener la cohesión entre los granos, disminuyendo la componente de fragilidad intergranular, atribuido principalmente al trabajado mecánico y térmico que se aplique al acero.

1.2 Objetivos.

1.2.1 Objetivo general.

Analizar la influencia del contenido de B como elemento de microaleación para facilitar el maclado mecánico en aceros TWIP del sistema de aleación Fe-Mn-C-Al Si aleado con CrNiCuMoTi respecto de la evolución microestructural durante el procesamiento termo-mecánico, mecánico y térmico.

1.2.2 Objetivos específicos.

- 1) Diseñar y fabricar un acero TWIP del sistema de aleación Fe-Mn-C-Al-Si aleado con CrNiCuMoTi y microalearlo por separado con dos contenidos diferentes de B.
- 2) Realizar el acondicionamiento microestructural de los aceros TWIP bajo condiciones de tratamiento termo-mecánico (laminación en caliente), mecánico (laminación en frío) y térmico (recocido y relevado de esfuerzos).
- 3) Caracterizar microestructuralmente los aceros TWIP en cada etapa del acondicionamiento microestructural.
- 4) Realizar ensayos de microdureza Vickers para estimar la resistencia mecánica de los aceros TWIP fabricados.
- 5) Cuantificar el tamaño de grano austenítico y la población de maclas mecánicas.



1.3 Hipótesis.

Se espera que la presencia de B en el acero TWIP facilite el flujo plástico durante el procesamiento termo-mecánico y mecánico, de tal manera que su presencia influya de manera positiva en la evolución microestructural, sobre todo, en la capacidad de formar maclas mecánicas.

1.4 Justificación.

Numerosos estudios indican que uno de los principales sectores que más gases de efecto invernadero emite a la atmósfera es el transporte automotor de combustión interna. La Agencia Internacional de Energía (IEA) ha reportado que este sector contribuye hasta con un 22% del total de las emisiones, estimando que éstas puedan llegar al 40% en el año 2035 [6]. En pro de generar una mitigación a este tipo de emisiones, numerosos sectores se han unido y han realizado avances tecnológicos, por ejemplo, la implementación de motores más eficientes, motores híbridos o autos propulsados por energía eléctrica o renovables. Así, la continua investigación en la ingeniería aerodinámica para mejorar el coeficiente de arrastre de los vehículos ha dado fuerza a la industria llantera con la creación de neumáticos avanzados que propician una menor fricción entre la llanta y el pavimento. Además de estos avances es que también se hace indispensable que el sector siderúrgico aporte al desarrollo de nuevos materiales para mejorar el rendimiento de combustible, comodidad y seguridad de los usuarios de automóviles.

Es importante resaltar que hoy en día, en promedio, el acero representa el 65% del peso total de un vehículo comercial de pasajeros. En su mayoría, este peso está repartido en partes estructurales, de refuerzo y unión, como el chasis, puertas, toldo, cajuela, elementos de suspensión, elementos de protección contra impacto y otros accesorios. Casi la totalidad de los automóviles comerciales, de baja y media gama, emplean acero en su manufactura; por lo que el hecho de utilizar materiales de mayor resistencia, y al mismo tiempo con mayor tenacidad, permitirá reducir el peso de los vehículos. Proyectos recientes han demostrado que la implementación de diferentes grados de aceros AHSS, combinados con métodos de procesamiento innovadores y técnicas de optimización de diseño, pueden permitir lograr una reducción de peso de hasta el 39% en muchos componentes, prácticamente equivalente a la reducción de masa a niveles alcanzados por el aluminio y sus aleaciones.

Y es que, en este sentido, el acero TWIP representa ser un material prometedor para poder lograr los objetivos de reducción de peso, pero que se sigue considerando en fase de desarrollo, tanto a nivel industrial como académico. Sin embargo, debido a la limitada información que se tiene de estos aceros avanzados cuando se microalean con B y se deforman plásticamente en frío e inclusive, cuando se tratan térmicamente, es que el presenta trabajo de investigación surge la necesidad de estimar la influencia del contenido de B y su relación con la capacidad de formación de maclas mecánicas tras el acondicionamiento microestructural.

CAPÍTULO II

ESTADO DEL ARTE



2.1 Estado del arte para los aceros TWIP.

En este capítulo, se presenta la recopilación bibliográfica y análisis de varios estudios centrados en la caracterización microestructural y mecánica de aceros TWIP.

2.1.1 Comportamiento de la ductilidad en caliente de aceros TWIP microaleados con Ti y B.

Mejía y col. [1] analizaron el efecto de los microaleantes Ti y B en un acero TWIP con composición química base Fe–23Mn–1.5Al–1.3Si–0.5C, relacionando la microestructura de colada con la ductilidad en caliente. Para ello, designaron un acero TWIP como TW-NM (acero sin microaleaer) y un acero TWIP microaleado con Ti y B como TW-Ti-B. La solidificación de estos aceros se llevó a cabo en lingoteras permanentes metálicas (MM) y lingoteras de arena (SM). Esto lo realizaron con la finalidad de tener diferentes velocidades de enfriamiento y, así, poder estudiar si la condición de la microestructura de colada y si la misma presencia de B pueden llegar a tener una influencia en operaciones posteriores de conformado mecánico. Como punto inicial del acondicionamiento, realizaron tratamientos térmicos de homogenización a 1100 °C durante 15 minutos, esto con la finalidad de destruir la estructura dendrítica de colada y tener un tamaño de grano similar en todas las probetas. Al término de la homogenización, las probetas fueron enfriadas hasta diversas temperaturas (700, 800, 900 y 1000 °C) para ser ensayadas a tracción, excepto la probeta homogenizada a 1100 °C, la cual fue inmediatamente traccionada (ver Figura 2.1). Todas las probetas fueron ensayadas hasta su ruptura e inmediatamente se enfriaron en una corriente de argón. La composición química de los aceros TWIP se muestra en la Tabla 2.1.

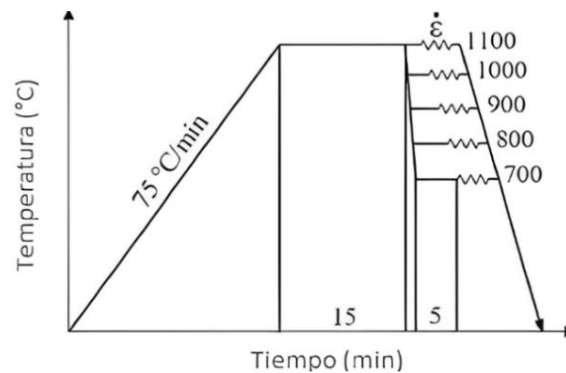


Figura 2.1. Diagrama de ciclo térmico empleado para los ensayos uniaxiales de tracción en caliente [1].

Tabla 2.1. Composición química de los aceros TWIP de acuerdo a Mejía y col. [1].

Acero TWIP	Mn	C	Si	Al	Ti	B	N	Fe
TW-NM	21.0	0.5	1.3	1.6	–	–	0.0120	Bal.
TW-Ti/B	23.0	0.5	1.3	1.5	0.014	0.004	0.0120	Bal.



La ductilidad en caliente de los aceros fue determinada con la medición de la reducción del área transversal (%RA) después de la ruptura de cada probeta, encontrando que las mejores condiciones de ductilidad en caliente se presentaron en las probetas ensayadas en el rango de temperatura media (800 y 900 °C), comportamiento debido a la influencia de los finos granos productos de la recristalización dinámica, los cuales reducen las tensiones provocadas por el endurecimiento por deformación. Las curvas de fluencia en caliente de los aceros TWIP se puede ver en la Figura 2.2 y las curvas tanto de los esfuerzos pico como de reducción de área en la Figura 2.3.

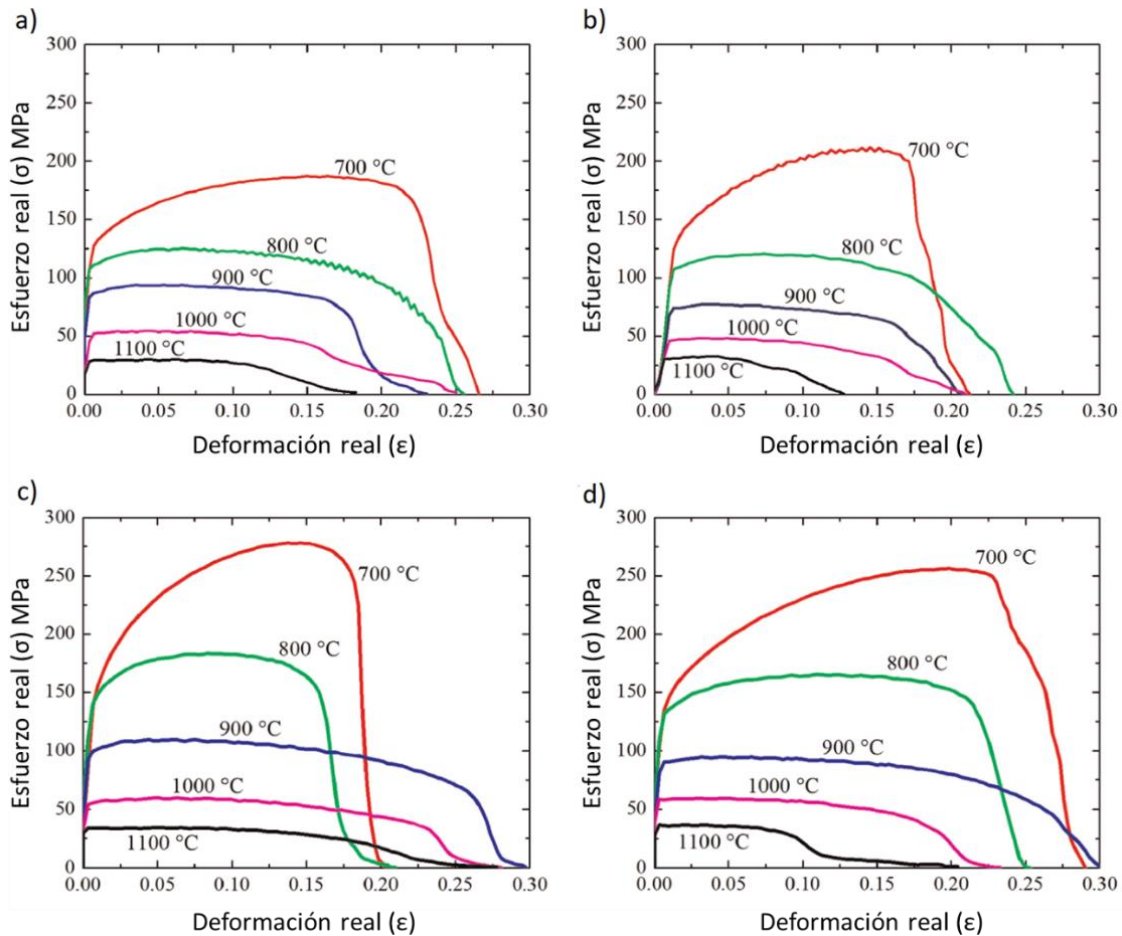


Figura 2.2. Curvas del esfuerzo real vs deformación real en función de la temperatura: a) TWIP no microaleado en condición de colada en molde metálico, b) TWIP no microaleado en condición de colada en molde de arena, c) TWIP microaleado en condición de colada en molde metálico, d) TWIP microaleado en condición de colada en molde de arena [1].

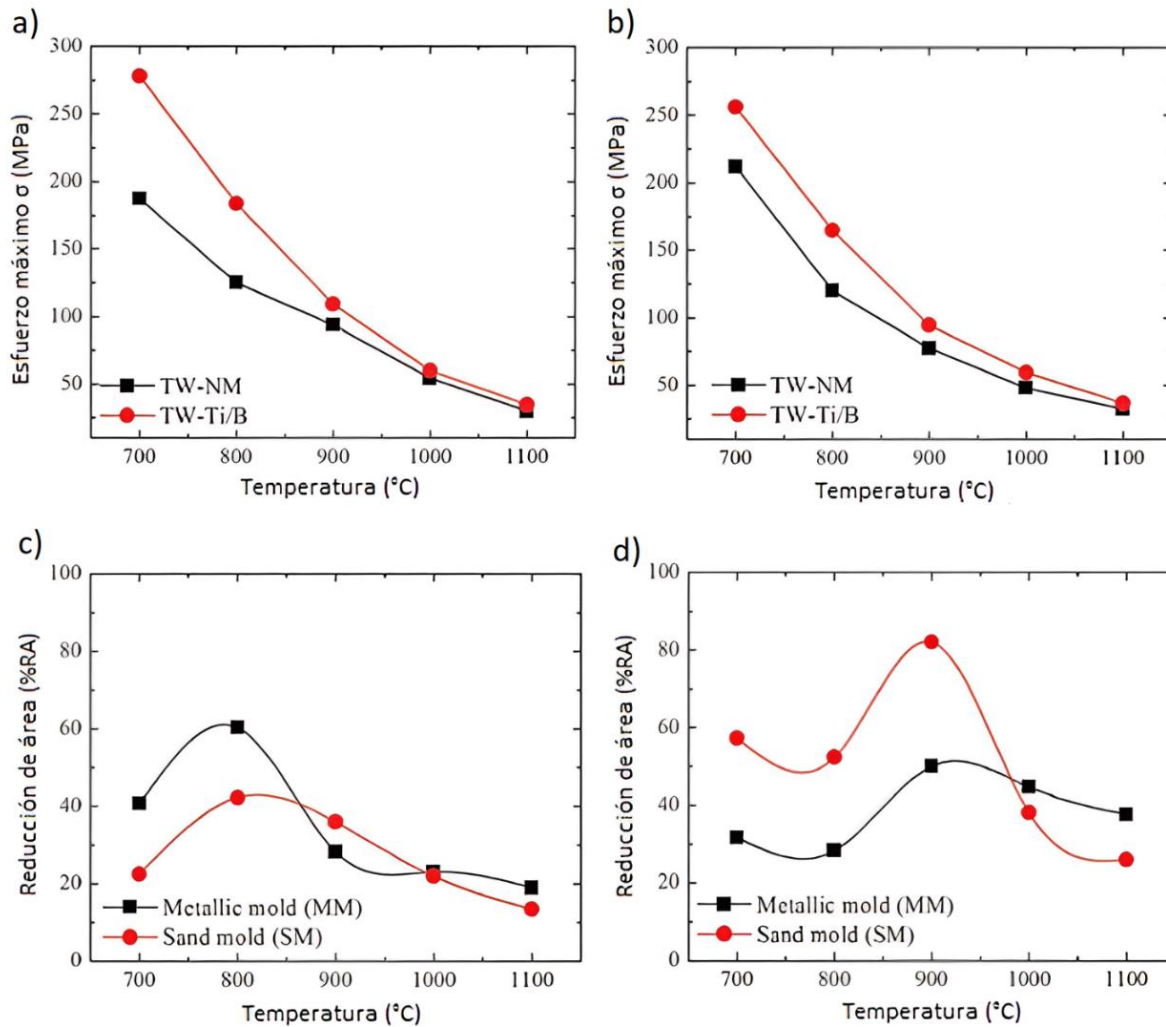


Figura 2.3. a-b) Esfuerzo máximo (σ_t) en función de la temperatura de ensayo de los aceros TWIP solidificados en molde metálico y de arena, respectivamente y c-d) Curvas de ductilidad en caliente en función de la temperatura de ensayo de los aceros TWIP solidificados en molde metálico y de arena, respectivamente [1].

Para determinar la relación entre la microestructura y los fenómenos de fractura, realizaron la caracterización de las zonas de ruptura, corroborando que los aceros TWIP presentaban una matriz austenítica (fcc), independientemente de la condición de colada o microadición o no de elementos como el Ti y B, además de partículas de segunda fase precipitadas en los límites de grano. Así mismo, los aceros que fueron traccionados a menor temperatura presentaron un modo de falla del tipo dúctil, mientras los aceros ensayados a temperaturas más altas mostraron una zona de falla del tipo dúctil-frágil (Figura 2.4), caracterizados por la propagación de microgrietas debido a la nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades.

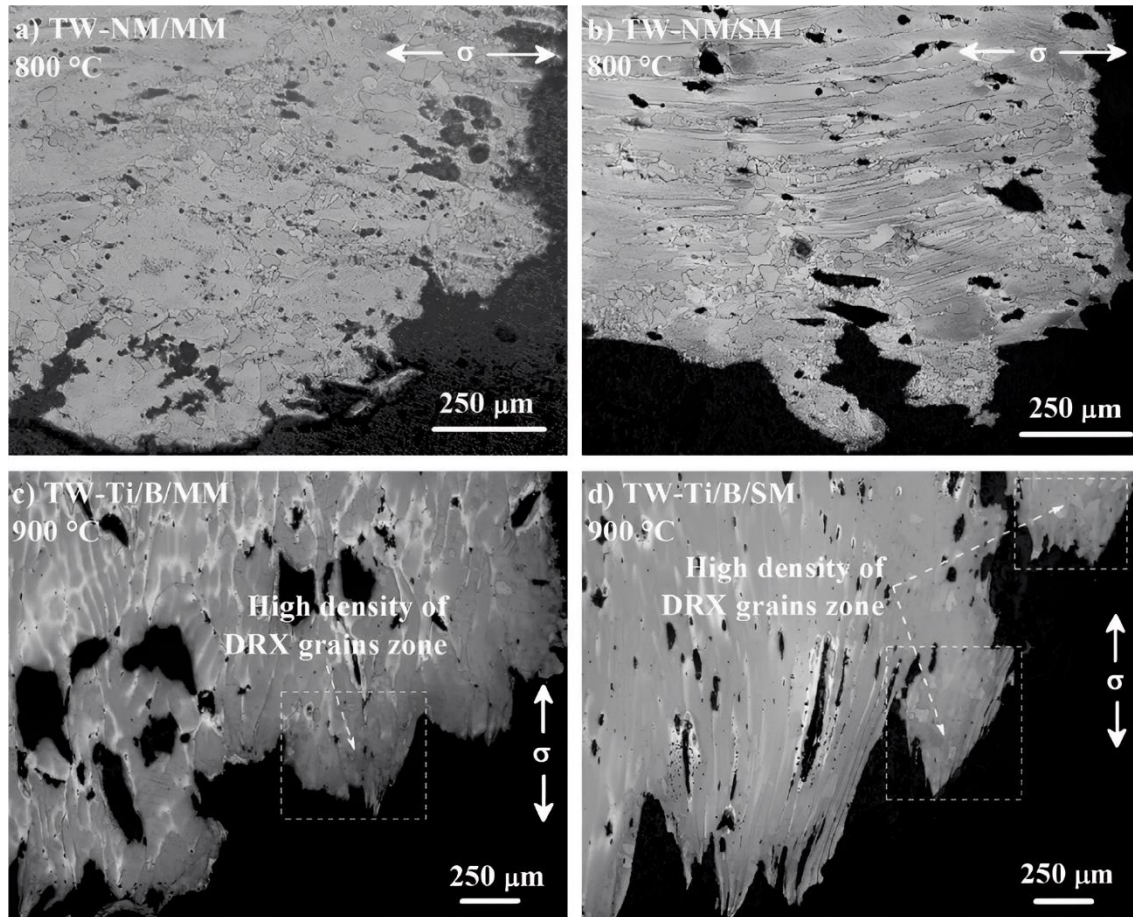


Figura 2.4. Microestructuras de la zona de fractura de los aceros TWIP ensayados a temperaturas de 800 y 900 °C: a-b) Acero TWIP no microaleado en condición de solidificación en molde metálico y de arena, respectivamente y c-d) Acero TWIP microaleado con Ti y B en condición de solidificación en molde metálico y de arena, respectivamente [1].

Al término de la investigación, Mejía y col. [1] sugieren que la temperatura de trabajo y el esfuerzo máximo de los aceros tienen una estrecha relación, presentando los valores más altos de resistencia a menor temperatura de ensayo (700 °C), también demostraron que la microadición de Ti y B favorece la ductilidad de los aceros TWIP, ya que los aceros con estas microadiciones mostraron un alargamiento mayor antes de ruptura que los aceros TWIP no microaleados. La condición de colada de los aceros no tiene un impacto significativo en los resultados de los ensayos, aunque los aceros vaciados en molde metálico presentaron una estructura más fina y homogénea. Sugieren que uno de los mecanismos principales para que los aceros presenten una buena ductilidad es la formación de estructuras de collar en el límite de grano, especialmente lo pudieron observar en los aceros ensayados en el rango de 800 - 900 °C. Estas microestructuras sirven como puntos de cohesión entre los granos, al reducir o impedir la propagación de microgrietas.

Los resultados también hacen denotar de manera clara que las microadiciones de elementos como Ti aumentan los valores de tensión máxima, ya que la gracias a la adición de estos elementos se producen las precipitaciones de carburos, nitruros y carbonitruros de Ti (ver Figura 2.5), los cuales por afinidad química reducen la formación de precipitados nocivos como lo son el AlN o el BN.

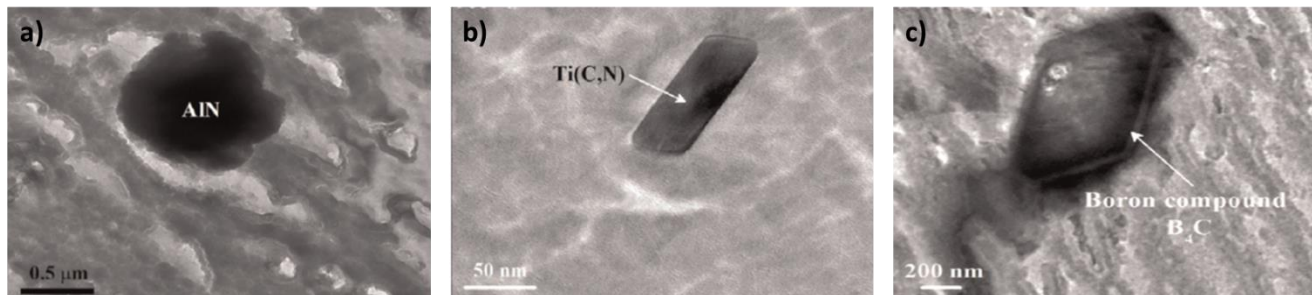


Figura 2.5. a) Precipitado nocivo de AlN en acero TWIP no microaleado, condición de colada en molde metálico, temperatura de ensayo 800 °C, b) Precipitado de Ti (C,N) en acero TWIP microaleado, condición de colada en molde metálico, temperatura de ensayo 900 °C, c) Precipitado de B en acero TWIP microaleado, condición de colada en molde metálico, temperatura de ensayo 900 °C [1].

Finalmente, indican que el mayor aporte del B en este tipo de aceros TWIP con matriz austenítica es la mejora de la cohesión de los límites de grano a través de la segregación de no equilibrio del B, lo que incrementa la ductilidad del acero ya que favorece la disminución de microgrietas intergranulares en el material debida a la deformación plástica en caliente.

2.1.2 Efecto de la temperatura de deformación sobre la evolución de la microestructura y las propiedades mecánicas de un acero con bajo contenido de carbono y alto contenido de manganeso.

Grajcar y col. [7] estudiaron el efecto de la temperatura de deformación en la evolución microestructural y las propiedades mecánicas de un acero austenítico bajo carbono y alto manganeso, llamado X6MnSiAlNbTi26-3-3 (ver Tabla 2.2), el cual forjaron en un intervalo de temperatura entre 900 - 1200 °C para después ser deformarlo por medio del proceso de laminación en caliente en un rango de temperaturas entre 1050 - 850 °C. Posteriormente, ensayaron probetas de tracción uniaxial en un rango de temperaturas similares a las del proceso del estampado.

Tabla 2.2. Composición química del acero X6MnSiAlNbTi26-3-3 de acuerdo a Grajcar y col. [7].

C	Mn	Si	Al	S	P	Nb	Ti	N	O
0.065	26.00	3.08	2.87	0.013	0.002	0.034	0.010	0.0028	0.0006

Sus resultados microestructurales sugieren que a temperaturas de ensayo más bajas el mecanismo responsable del alto endurecimiento por deformación es el maclaje, mientras a temperaturas más altas el mecanismo de deformación dominante es el deslizamiento de dislocaciones. Esto se puede observar con la densidad de dislocaciones y bandas de maclaje obtenidas en las diferentes temperaturas de los ensayos (ver Figura 2.6), comportamiento concordante ya que al aumentar la temperatura de trabajo la energía de falla de apilamiento del material cambia, favoreciendo la aparición de otros mecanismos de deformación.

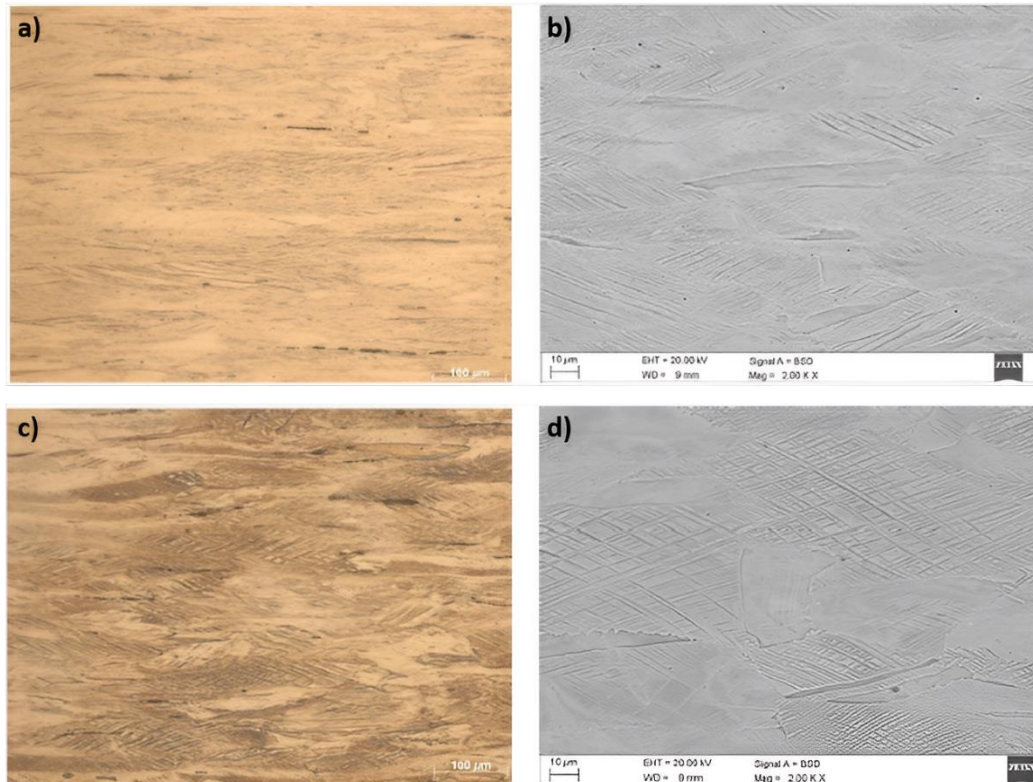


Figura 2.6. Microestructuras del acero X6MnSiAlNbTi26-3-3 deformado a diferentes temperaturas. a) -40 °C microscopio óptico, b) -40 °C microscopio electrónico de barrido, c) 200 °C microscopio óptico, d) 200 °C microscopio electrónico de barrido [7].

Los resultados del ensayo de tracción (ver Tabla 2.3), mostraron una estrecha relación entre la temperatura de ensayo, microestructura (mecanismo de deformación) y propiedades mecánicas, tal y como se indica en la Figura 2.7. En este sentido, encontraron un decaimiento en el esfuerzo de fluencia y la máxima resistencia a la tracción al incrementar la temperatura de deformación gradualmente desde -40 hasta 200 °C.

**Tabla 2.3.** Propiedades mecánicas del ensayo de tracción en el acero X6MnSiAlNbTi26-3-3 [7].

Temperatura °C	Esfuerzo Tensión (UTS) (MPa)	Esfuerzo de fluencia (YS _{0.2}) (MPa)	YS _{0.2} /UTS	Alargamiento Total (%)
-40	834	577	0.69	43.4
20	743	554	0.75	43.8
80	676	527	0.78	41.8
140	617	511	0.83	43.4
200	604	509	0.84	22.4

Esta disminución significativa de la plasticidad a mayores temperaturas se debe a la desaparición del maclado mecánico y el incremento de la importancia de procesos difusivos activados a altas temperaturas como el deslizamiento de dislocaciones, ya que cuando la temperatura aumenta, la importancia de las líneas de deslizamiento y las bandas en la deformación plástica también.

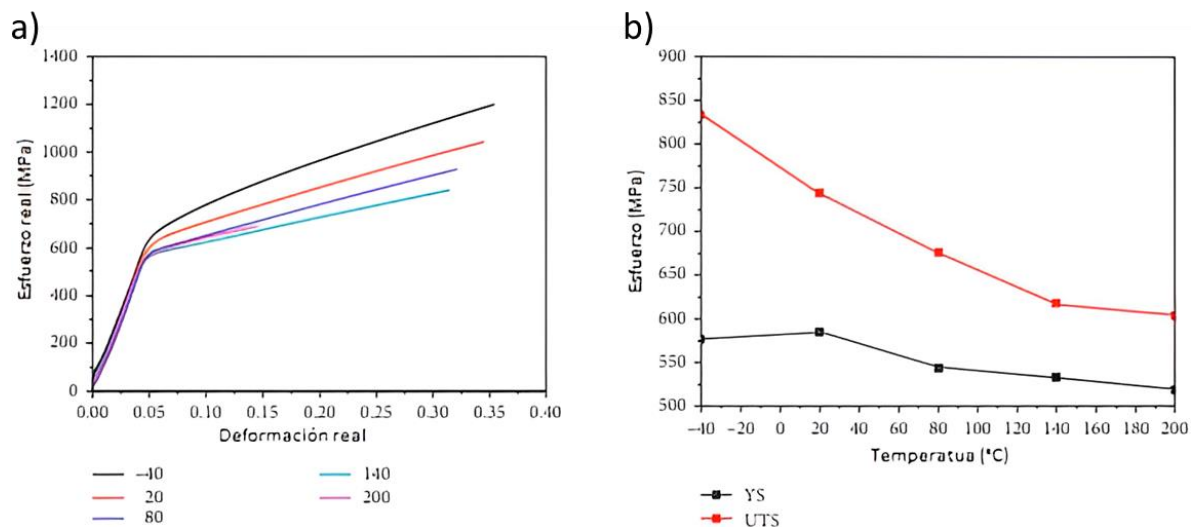


Figura 2.7. a) Esfuerzo real-Deformación real en un rango uniforme de elongación del acero X6MnSiAlNbTi26-3-3 a varias temperaturas de deformación, b) Propiedades mecánicas del acero X6MnSiAlNbTi26-3-3: límite elástico (YS) y esfuerzo último (UTS) a varias temperaturas de ensayo de tracción [7].

Al final, los autores exponen que es preciso maximizar el potencial de aplicación de los aceros TWIP, para esto será necesario modificar y tener un riguroso control de la composición química. Esto con el fin de reducir la energía libre de apilamiento (SFE) a altas temperaturas y poder tener la capacidad de obtener aceros TWIP deformados en caliente en los cuales el mecanismo predominante de endurecimiento sea el maclado.



2.1.3 Estudio adicional de la cinética de recrystalización y crecimiento de grano del acero TWIP laminado en frío.

De las Cuevas y col. [8] se centraron en el estudio de la precipitación, crecimiento de grano y la cinética de recrystalización de un acero TWIP con una composición química base de 22% Mn y 0.6% C (% peso) (ver Tabla 2.4), el cual fue deformado en caliente y en frío a diferentes porcentajes de reducción y sometido a distintos tiempos y temperaturas de recocido isotérmico en baño de sales, para finalmente ser templado en agua.

Tabla 2.4. Composición química del acero investigado por De las Cuevas y col. [8].

Elemento	Fe	C	Mn	Si	N	S	P	Nb
Acero TWIP	Bal.	0.59	22.30	0.22	-	-	-	-

Dentro de los resultados mostrados en la Figura 2.8, se puede notar que los aceros en los rangos de temperatura intermedia de recocido (600 y 650 °C) son los más susceptibles a tener un decaimiento en la dureza al término del tratamiento, comportamiento típico del reblandecimiento por recrystalización y crecimiento de grano, aunque en los ensayos microestructurales pudieron denotar que en este rango de temperaturas el crecimiento de grano es muy lento, alcanzando solamente un 87% según el análisis metalográfico. A temperaturas más bajas de recocido, el material no muestra cambio notable en la dureza, esto es debido a que el sistema no provee la energía suficiente para iniciar los procesos de recuperación del material (nucleación y crecimiento), mientras a temperaturas más altas (>800 °C), los aceros muestran valores de dureza muy bajos debido a la recrystalización casi total desde los tiempos más cortos del tratamiento. También encontraron en los aceros recocidos entre 600 y 700 °C una similitud muy cercana en la dureza final obtenida (ver Figura 2.9), lo que indicó que el porcentaje de deformación tampoco fue de gran influencia en términos del tamaño de granos finales.

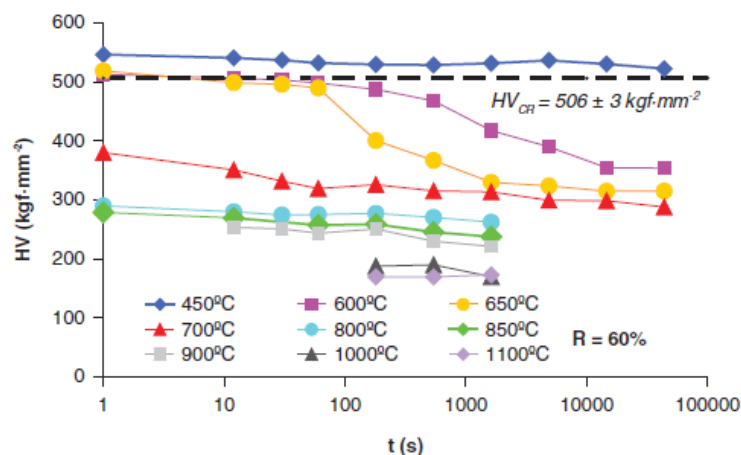


Figura 2.8. Dureza Vickers vs escala logarítmica de tiempo de tratamiento de recocido para una reducción del 60% del acero TWIP. Temperatura de recocido en un intervalo de 450 a 1100 °C [8].

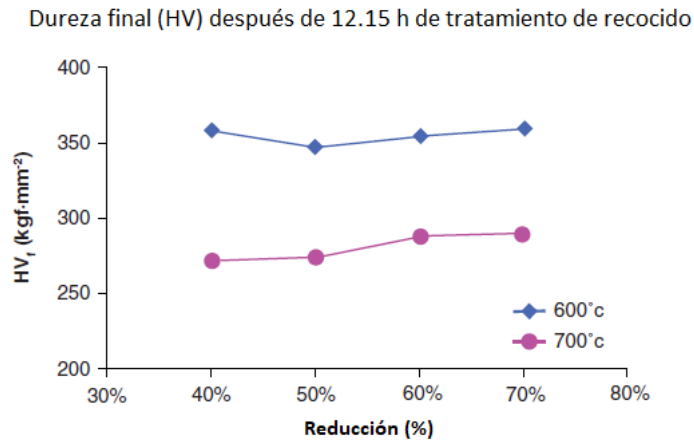


Figura 2.9. Influencia del porcentaje de reducción en frío en el tamaño de grano recristalizado en ensayos a 600 y 700 °C [8].

Posteriormente, con el interés de investigar la cinética de precipitación en función de la temperatura de recocido, procedieron a dejar los aceros a un largo periodo de tiempo, donde los tiempos de permanencia se muestran en la Tabla 2.5. Los resultados de este proceso mostraron mediante el uso de técnicas de microscopia electrónica de barrido la ausencia de precipitados ricos en carbono en las temperaturas más altas (>800 °C) (ver Figura 2.10), pero en su lugar lograron identificar múltiples partículas como óxidos y sulfuros como MnS. En cambio, a temperaturas intermedias (600 a 700 °C) lograron identificar partículas de carbono con un aproximado de 7% en peso (ver Figura 2.11), lo cual es concordante para asumir que son partículas de carburos.

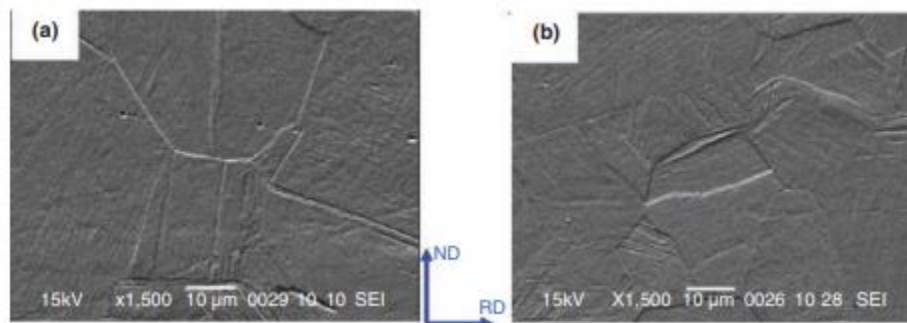


Figura 2.10. Microestructuras para los aceros TWIP después del recocido: a) 800 °C y b) 900 °C [8].

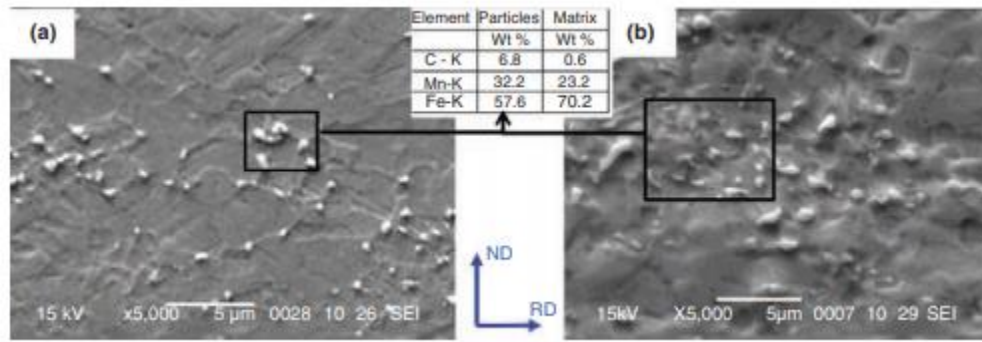


Figura 2.11. Carburos precipitados localizados en el límite de grano austenítico de una muestra de acero TWIP laminada en frío al 60 % después del tratamiento de recocido: (a) 700 °C y b) 600 °C [8].

Tabla 2.5. Parámetros empelados en el tratamiento térmico de recocido del acero TWIP [8].

Temperatura del tratamiento (°C)	Permanencia (s)
500	36000
600	36000
700	36000
800	36000
900	36000

Como consecuencia de la recristalización y el crecimiento de grano, la textura típica de laminación (granos alargados y orientados en dirección uniaxial) fue casi anulada, aunque visible todavía en algunos sitios del material.

Los resultados obtenidos de la investigación inducen fuertemente a concluir que el factor controlante de la recristalización y microestructura del acero TWIP estudiado es la nucleación, la cual ocurre de manera aleatoria y dispersa, sin ningún mecanismo de orientación preferente a lo largo de la matriz austenítica deformada. Ligan fuertemente la precipitación de carbonitruros al contenido de elementos aleantes como Ti, Al, Nb, V y a la estabilidad termodinámica de la fase austenítica el rango de 600 a 700°C, ya que en este rango de temperatura y a tiempos prolongados de recocido, se encontraron precipitados de $(Fe,Mn)_3C$ -cementita y carbonitruros de vanadio en los límites de grano, siendo más abundante la presencia de precipitados a 600 °C.

2.1.4 Mejora de la resistencia mecánica de un acero TWIP trabajado en caliente mediante un tratamiento de recocido secundario óptimo.

García y col. [9] centraron su trabajo en la optimización y homogenización del tamaño de grano por medio de la fijación y control de parámetros de tratamiento térmico de recocido de un acero TWIP microaleado con Ti, (composición química en Tabla 2.6). Previamente, los aceros fueron sometidos a secuencias de procesamiento



termo-mecánico (laminado en caliente), lo que propició que las muestras mostraran una microestructura con una alta heterogeneidad en el tamaño de grano, situación que conlleva a un decaimiento en la tasa de maclas mecánicas obtenidas y en las propiedades mecánicas. Para lograr su objetivo, siguieron la metodología de Taguchi por medio de una matriz de arreglo ortogonal (ver Tabla 2.7), en la cual se consideraron como parámetros la temperatura del tratamiento térmico, permanencia dentro del horno y medio de enfriamiento. Cabe resaltar que una de las características principales de su trabajo fue el proporcionar las mejores condiciones y parámetros de procesamiento que pudieran ser rentables en temas de costos para poder implementarse a nivel práctico e industrial. Todo el material base del trabajo partió de la condición de laminación en caliente con una reducción de espesor entre del 50 %, la temperatura del procesamiento la fijaron en 1100 °C con recalentamiento dentro del horno entre los pasos de laminación, posterior a este proceso, realizaron el primer tratamiento térmico de solubilizado a 1100 °C durante 30 minutos seguido de un temple en agua.

Tabla 2.6. Composición química del acero TWIP estudiado por García y col. [9].

Elemento	Fe	Mn	C	Al	Si	Ti	N
Acero TWIP	Bal.	22	0.57	1.8	1.2	0.021	0.012

Para poder comparar la evolución microestructural y mecánica del material recocido respecto de la condición de material base, ellos realizaron ensayos de microdureza Vickers y ensayos de tracción. El análisis microestructural lo realizaron usando microscopia electrónica de barrido, colorimetría y fluorescencia de rayos-X.

Tabla 2.7. Arreglo experimental del segundo tratamiento térmico aplicado al acero TWIP [9].

No. Experimento	A Temperatura (°C)	B Permanencia (min)	C Método de enfriamiento
1	650	15	Dentro del horno
2	650	30	Al aire
3	650	60	Temple en agua
4	710	15	Temple en agua
5	710	30	Dentro del horno
6	710	60	Al aire
7	850	15	Al aire
8	850	30	Temple en agua
9	850	60	Dentro del horno

Los resultados del análisis microestructural revelaron que el material base presentó una gran variedad de tamaños de grano (ver Figura 2.12), mayormente compuesto por granos alargados paralelos a la dirección de laminación, y nuevos granos producto de la recrystalización dinámica, además de mostrar una cantidad considerable de maclas de recocido y mecánicas, característica que indica que el material no liberó toda la energía de deformación en el tratamiento térmico de solubilizado, por lo que conserva tensiones residuales en su microestructura (ver Figura 2.13), lo que conlleva a tener puntos críticos. En esta condición, el microaleante Ti no tuvo gran impacto como refinador de grano, en cambio pudieron observar e identificar partículas de segunda fase precipitadas en toda la matriz compuestas de $Ti(CN)$ y TiC .

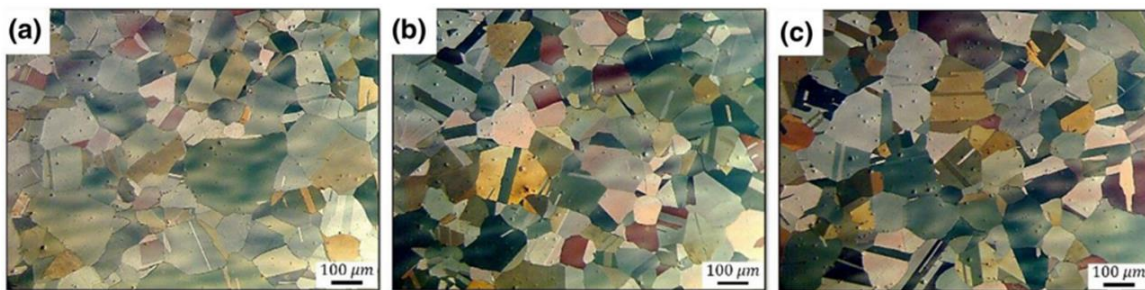


Figura 2.12. a-c) Diferentes microestructuras del tipo heterogéneo del acero TWIP en condición base, producto del tratamiento termo-mecánico (laminación en caliente y solubilizado) [9].

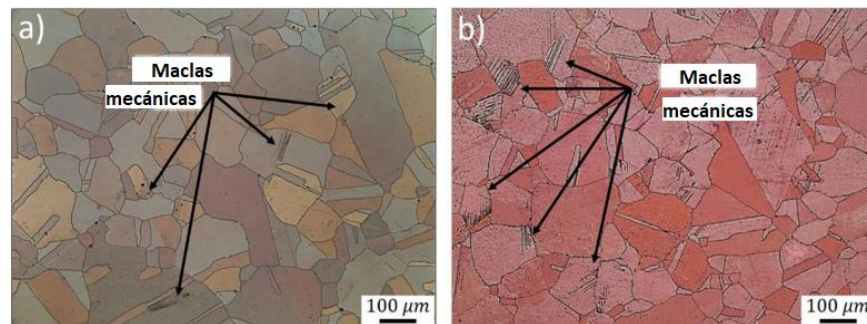


Figura 2.13. a,b) Maclas mecánicas en el acero TWIP en condición base [9].

En la condición de recocido, el material presentó un tamaño de grano más uniforme (Figura 2.14), lo que indica que el acero está totalmente recuperado de la deformación previamente aplicada, también pudieron observar que las maclas de deformación han sido eliminadas en su totalidad a excepción de las muestras sometidas a mayores temperaturas (710 y 850 °C) con tiempos de permanencia más cortos (≤ 30 min), en estas específicas condiciones la fracción de maclas de recocido aumentó en comparación con el material base.

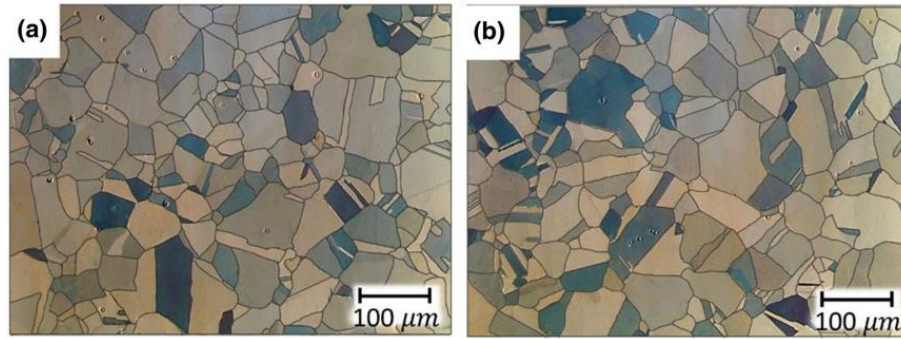


Figura 2.14. a,b) Microestructuras de los parámetros mejor optimizados después del tratamiento de recocido secundario [9].

De acuerdo al comportamiento esperado por los autores, la condición base mostró un deficiente comportamiento, ya que obtuvieron una alta variación de valores de microdureza debido a la alta heterogeneidad de tamaño de granos. Por el contrario, las muestras que fueron tratadas térmicamente con recocido secundario mostraron una mejor relación de valores de durezas en función del tamaño de grano (ver Figura 2.15). Por ejemplo, las muestras recocidas a baja temperatura (650 °C) presentaron una alta microdureza. Por el contrario, las muestras que presentaron un promedio de grano mayor obtuvieron valores de microdureza menores. El incremento de la resistencia del acero TWIP después del tratamiento de recocido secundario con parámetros óptimos (A1B3C1 = 650 °C + 60 min de permanencia + enfriamiento dentro del horno) fue validado por los ensayos de tracción (Figura 2.15), además calcularon el efecto del tamaño de grano en términos de la resistencia mecánica del acero, particularmente en términos del límite elástico usando la relación de Hall-Petch.

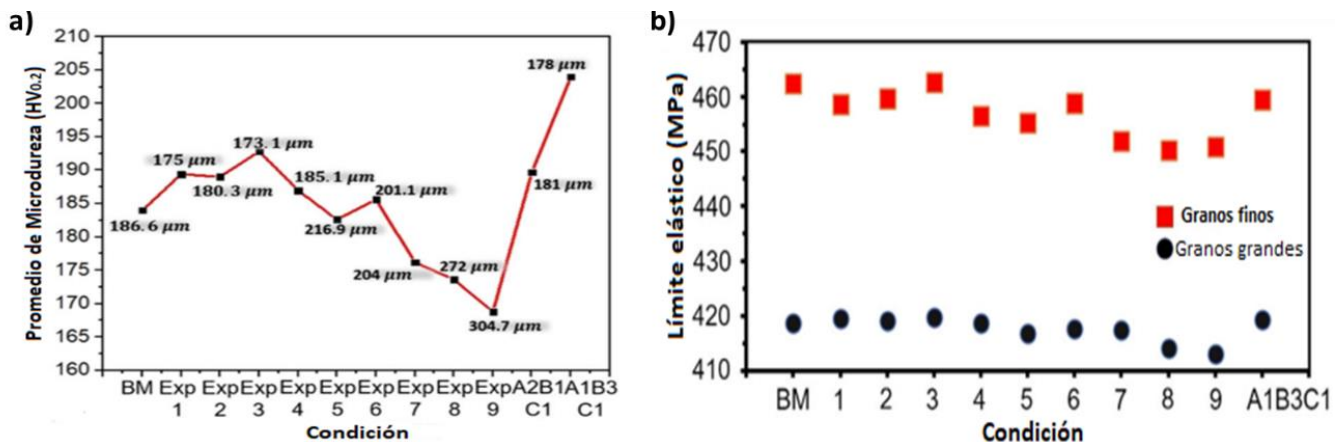


Figura 2.15. a) Microdureza Vickers y tamaños de grano (promedio) medidos en material base y muestras con recocido secundario, b) Límite elástico calculado para los aceros TWIP-Ti mediante la relación de Hall-Petch considerando el promedio del tamaño de grano [9].

De acuerdo a los resultados estadísticos del método de Taguchi, en donde las variables estadísticas analizadas fueron el grano (fino y grueso) y los valores de microdureza, los autores sugieren que para producir un refinamiento de grano e incrementar la microdureza del material, los parámetros idóneos de tratamiento se encuentran a temperaturas bajas (650 °C) con altas permanencias dentro del horno (> 40 min), en cambio para la obtención de granos más grandes, es necesario someter el material a temperaturas mayores (850 °C) con tiempos de permanencia cortos (≤ 30 min) (ver Figura 2.16).

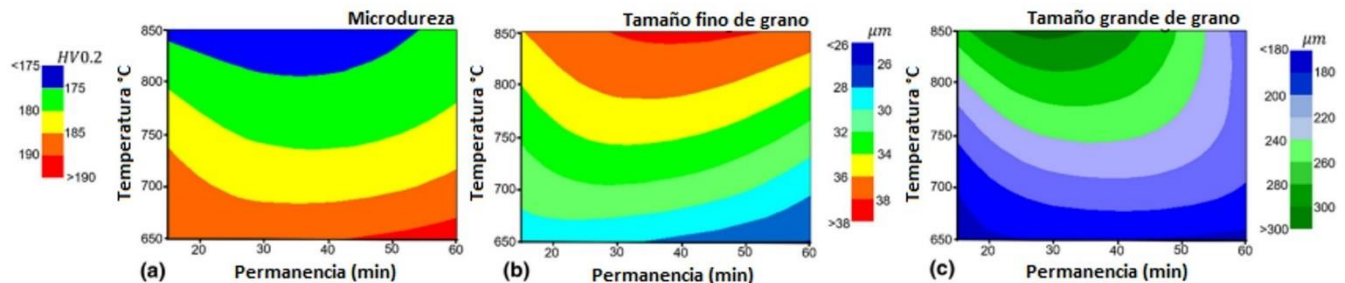


Figura 2.16. Contornos de respuesta 2D de la relación entre temperatura de tratamiento térmico y tiempo de permanencia: a) Microdureza, b) Tamaño fino de grano y c) Tamaño grande de grano [9].

Con toda la información recabada de su trabajo de investigación, los autores proponen que el material con mejores propiedades fue el designado como A1B3C1, ya que mostró una distribución log-normal de tamaño de grano, un aumento de 15% en su límite elástico y un aumento de 8.5% del valor de última tensión con respecto a los valores del material base. También la densidad de maclas de recocido disminuyó, ya que éste presenta una distribución de tamaño de grano mayor. Este comportamiento en parte los autores lo atribuyen a la baja energía de falla de apilamiento (SFE), el refinamiento del grano con una bimodalidad casi nula y el endurecimiento por la precipitación de partículas de segunda fase de TiC y Ti(C,N).

2.1.5 Influencia del tamaño de grano, la precipitación y la adición de boro en la ductilidad en caliente de un acero TWIP con alto contenido de Al, V.

Mintz y col. [10] centraron su investigación en medir y correlacionar cómo el tamaño de grano y ciertos elementos añadidos a la composición base de un acero TWIP como B y Ti pueden tener una gran influencia en el comportamiento mecánico de material a altas temperaturas (ductilidad en caliente), tamaño de grano y cinética de precipitación del acero TWIP. La composición base de los aceros de su trabajo se muestran en la Tabla 2.8. Como punto inicial después de la obtención de las probetas de tracción para ensayos en caliente, procedieron a determinar una secuencia de pasos para llevar a cabo el proceso termomecánico de las piezas, las cuales serían calentadas a una velocidad constante hasta la temperatura máxima para después tener una permanencia de 3 minutos dentro del horno, posteriormente serían enfriadas hasta su temperatura de ensayo de tracción en caliente (700 – 1000 °C) a



una velocidad de deformación constante de $3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ para todas las muestras. La secuencia termo-mecánica se presenta en la Figura 2.17.

Tabla 2.8. Composición química de los aceros estudiados por Mintz y col. [10].

Acero	C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	V	B	N
1	0.61	0.21	18.00	0.013	<0.001	1.52	-	0.052	-	0.0060
2	0.61	0.21	18.10	0.014	0.001	1.54	-	0.107	-	0.0070
3	0.60	0.20	18.20	0.013	0.002	1.52	-	0.286	-	0.0075
4	0.60	0.20	18.20	0.013	<0.001	1.56	-	0.495	-	0.0110
5	0.60	0.20	18.10	0.013	0.001	1.55	-	0.685	-	0.0110
6	0.61	0.20	18.35	0.014	0.003	1.55	0.063	0.500	-	0.0070
7	0.61	0.20	18.00	0.014	<0.001	1.54	0.062	0.495	0.0026	0.0120

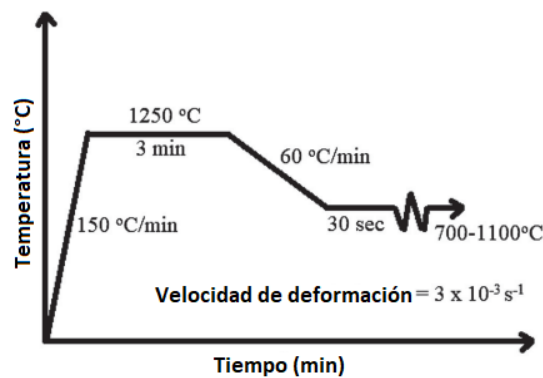


Figura 2.17. Diagrama térmico de procesamiento termo-mecánico para los aceros TWIP [10].

Como se ha podido observar en otros trabajos de investigación de variados autores, el comportamiento mecánico de estos aceros a altas temperaturas para operaciones de conformado no siempre responde a la tendencia esperada, en este trabajo los autores dividen al grupo de acero en dos subgrupos, por una parte, los aceros que muestran un decaimiento en la reducción de área de las probetas traccionadas en el rango de temperatura media a alta (>800 °C) y, por otro lado, los aceros que muestran un aumento en la reducción del área de la probeta en el rango de temperatura media a alta (>800 °C), ver Figura 2.18.

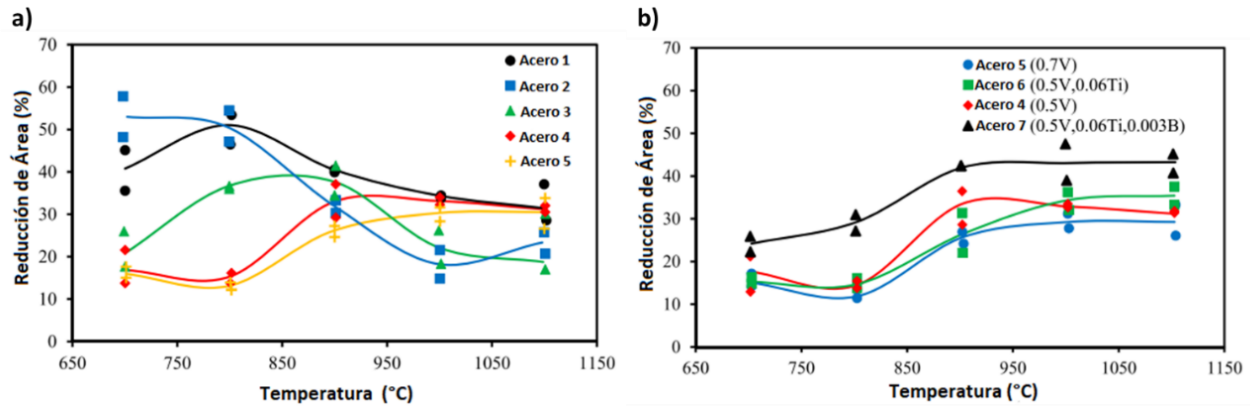


Figura 2.18. Curvas de ductilidad en caliente para aceros TWIP con alto contenido de Al (a) Aceros con contenidos de V entre 0.05 a 0.7 %, b) Aceros con contenidos de V mayores a 0.5 % y algunos microaleados con Ti y B [10].

De acuerdo al comportamiento esperado, el acero 7 (microaleado con Ti y B) fue el acero que presentó un tamaño de grano más fino (ver Tabla 2.9). Esto se puede atribuir a la presencia de estos dos microaleantes que, como una de sus características principales, tienen el ser promotores de refinamiento de grano, en el caso del Ti, sus carbonitruros (TiCN) actúan como sitios de nucleación para la recrystalización de los granos, la influencia del B se puede notar comparando la curva del acero 7 con el acero 6, ya que es evidente la mejora de ductilidad en todo el rango de temperaturas en el acero 7, además de aumentar casi 10% el valor de reducción de área en el ensayo de tracción uniaxial.

Tabla 2.9. Valores de tamaño de grano y % de reducción de área (RA) para los aceros TWIP [10].

Acero	1	2	3	4	5	6	7
Tamaño de grano (μm)	951 ± 51	983 ± 40	1234 ± 125	743 ± 113	998 ± 40	702 ± 43	490 ± 16
(%) RA 1000 °C	34	18	18	34	30	35	45

Para poder evaluar las aportaciones individuales que tienen ambos parámetros (tamaño de grano y precipitación de partículas de segunda fase) en el comportamiento mecánico del material, los autores eligieron un rango de temperatura entre 800 y 1000 °C (temperaturas comunes en el proceso de enderezado en colada continua), en las cuales, por trabajos previos que han realizado, conocían que la precipitación de partículas de CN sería nula o mayores a 30 μm , condición que no representaba un impacto significativo en la ductilidad del material. Al poder aislar los dos parámetros de interés fijando una temperatura de trabajo capaz de minimizar el aporte de la precipitación en la ductilidad del acero, los autores encontraron que los tamaños de grano superiores a 300 μm tenían una influencia importante en la ductilidad en caliente del material, comportamiento contrario a lo esperado,



ya que como se muestra la Figura 2.19, en el rango de 500 a 1250 μm el tamaño de grano provocó una disminución de alrededor del 25 % el valor de reducción de área.

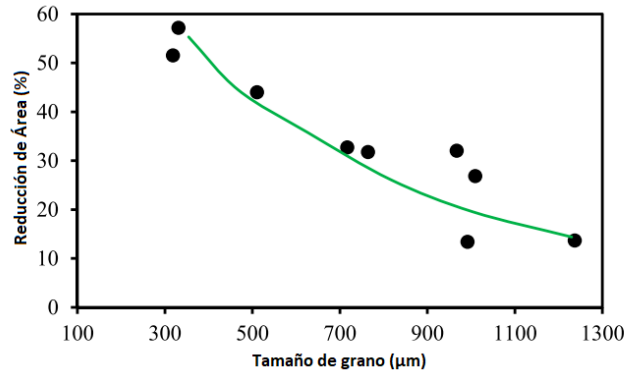


Figura 2.19. Relación del tamaño de grano VS reducción de área para aceros TWIP [10].

Para poder estimar el aporte de los precipitados en la ductilidad en caliente de los aceros TWIP, fue necesario conocer la cinética de precipitación de acuerdo a la composición química del acero y la relación de la temperatura de trabajo con el fenómeno de segregación en los límites de grano. Por ello, empleando software especializado como ThermoCalc fue posible que Mintz y col. [10] predijeran las fases precipitadas y las temperaturas donde éstas empiezan a formarse. El gran aporte del B como refinador de grano fue evidente en los tamaños de grano obtenidos, según los datos de la Tabla 2.9, siendo este resultado concordante con el de muchos autores que, en numerosos estudios, han demostrado la gran influencia del B para mejorar la ductilidad en caliente por medio de su segregación en el límite de grano por un efecto de arrastre de soluto, además de refinar el tamaño también promueve la refinación de la estructura del grano en la solidificación del acero.

De acuerdo a los resultados de simulación y caracterización de partículas de segunda fase (medición e identificación) por técnicas de microscopía electrónica de barrido, los autores pudieron llegar a la conclusión de que el diferente comportamiento de las curvas experimentales se debe principalmente al contenido de Vanadio en el acero, ya que al aumentar o disminuir el porcentaje de este elemento, se cambia la densidad de posibles partículas de segunda fase de este elemento como Carburo de Vanadio (VC) que precipitarán en la matriz, por su parte, el efecto de la temperatura fue notable en el tamaño de estas partículas, siendo que a temperaturas bajas las finas partículas influyen notablemente en la ductilidad del acero, mientras a temperaturas de trabajo más altas se forman partículas grandes que no tienen influencia notable en la ductilidad (ver Figura 2.20). De acuerdo a los resultados este punto de inflexión del comportamiento lo encontraron a los 900 $^{\circ}\text{C}$, otro punto a considerar es el deslizamiento del límite de grano, ya que cuando este fenómeno es mayor a la recuperación dinámica del material (recristalización), habrá un decaimiento considerable en su ductilidad.

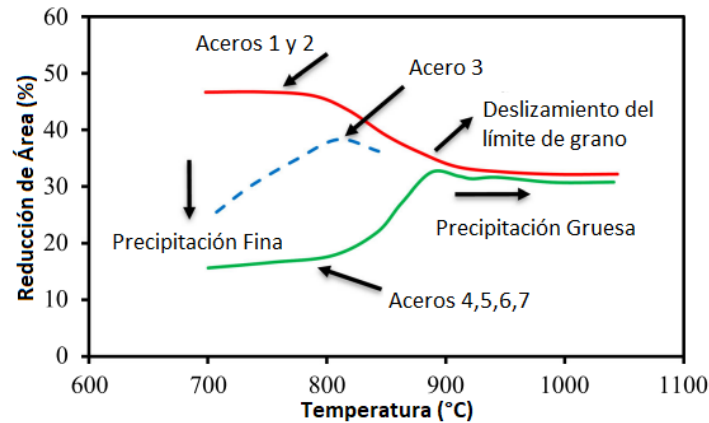


Figura 2.20. Curva del comportamiento de ductilidad en caliente de los aceros TWIP (1-7) [10].

2.1.6 Efecto de maclas secundarias en el comportamiento de endurecimiento por deformación de un acero austenítico alto manganeso a 77 K a través de quasi in situ EBSD.

El trabajo de Wang y col. [11] se basó en la fabricación de aceros con una composición química base Fe-24Mn-4Cr-0.43C-0.5Cu (% en peso), como punto de inicio los autores trataron térmicamente el material (homogenización) a una temperatura de 1200 °C durante 2 h. Posteriormente, el acero fue deformado a alta temperatura (laminación en caliente) con un enfriamiento súbito en agua para conservar la microestructura deformada. Para obtener diferentes condiciones los aceros fueron nuevamente calentados durante 32 y 192 min a 1200 °C, con lo que se obtuvieron dos aceros con diferente tamaño de grano (26.8 y 78.8 μm), los mapeos pueden observarse en la Figura 2.21.

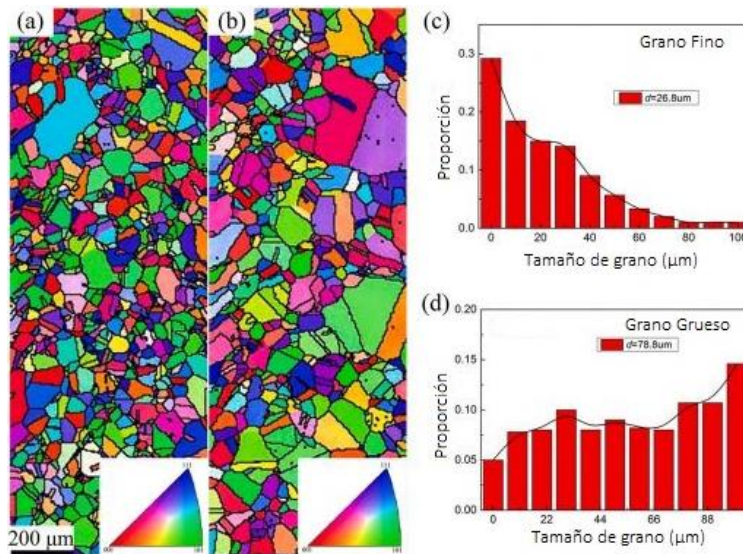


Figura 2.21. Mapeo EBSD de los aceros previo a la deformación. a) Grano fino, b) Grano grueso, c) Distribución de tamaño de grano en grano fino, d) Distribución de tamaño de grano en grano grueso [11].

Para los ensayos de tracción (ver Figura 2.22), ellos prepararon probetas que fueron traccionadas con una tasa de desplazamiento de 0.2 mm/min y una deformación desde el 7 al 26%, con un análisis microestructural in situ con EBDS. A la par también realizaron tracción de otras muestras hasta llevarlas a la fractura.

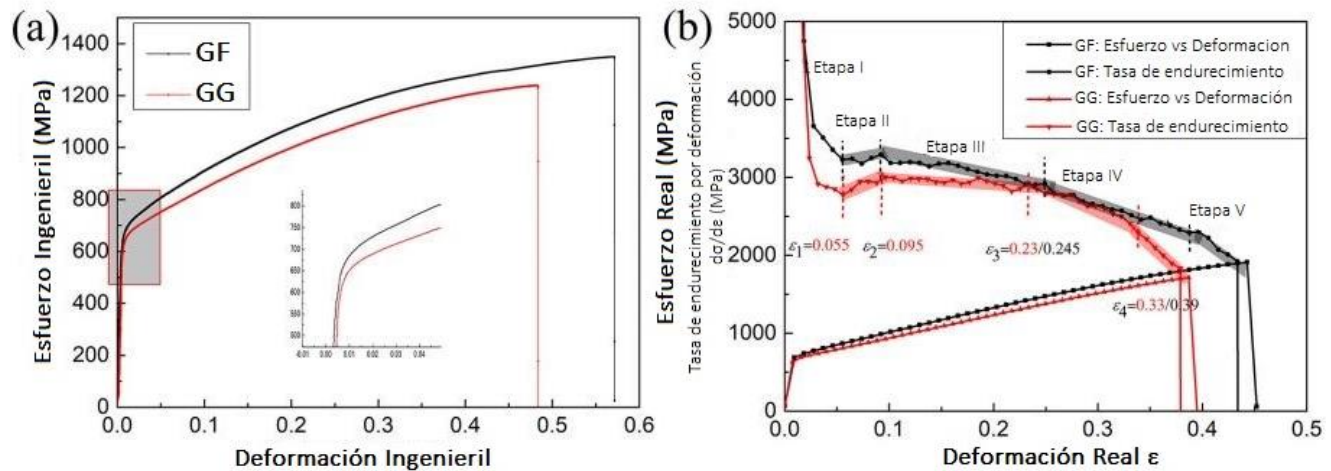


Figura 2.22. Ensayos de tensión: a) Curva esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril y b) Curva de esfuerzo real vs deformación real [11].

Como se puede apreciar en las curvas obtenidas por los autores, el acero con tamaño de grano grueso mostró un decaimiento del límite elástico, la resistencia a la tracción y la elongación. Si se observa la curva de esfuerzo real vs deformación real, se puede observar que Wang y col. [1a] propusieron dividir el comportamiento de los aceros en cinco etapas, en cada una de ellas hay un mecanismo de endurecimiento predominante y fenómenos diferentes. Por ejemplo, en la etapa I el rápido decremento del esfuerzo es atribuido a la recuperación dinámica de dislocaciones, mientras en la etapa II, III y IV los cambios de pendiente se deben a la activación de los mecanismos de maclado primario y secundario, mientras que, finalmente en la etapa V, el decaimiento se debe a la desaceleración de los mecanismos de maclaje (primario y secundario). Con los mapeos EBSD posteriores al ensayo de tracción, pudieron observar que a medida que aumentaba la cantidad de deformación en el acero de grano de fino, también había un incremento en la cantidad de maclas primarias, y la aparición de maclas secundarias en otros granos (ver Figura 2.23). Pero en el caso del acero de grano grueso, aunque hay un comportamiento similar al del grano fino en las maclas primarias, la cantidad de maclas secundarias fue propensa a disminuir en el acero con mayor deformación, llegando casi a ser imperceptibles en el acero con 26% de deformación. En el estudio de los aceros traccionados hasta su fractura, la densidad de maclas primarias fue considerablemente mayor en el acero de grano grueso respecto del acero de grano fino (ver Figura 2.24), este comportamiento puede explicarse por la reducción del esfuerzo crítico de maclado (que incluye fenómenos de nucleación en los límites de grano y

crecimiento), todo esto debido al refinamiento de grano, que implícitamente lleva una disminución de la densidad de dislocaciones y el camino libre para su movimiento.

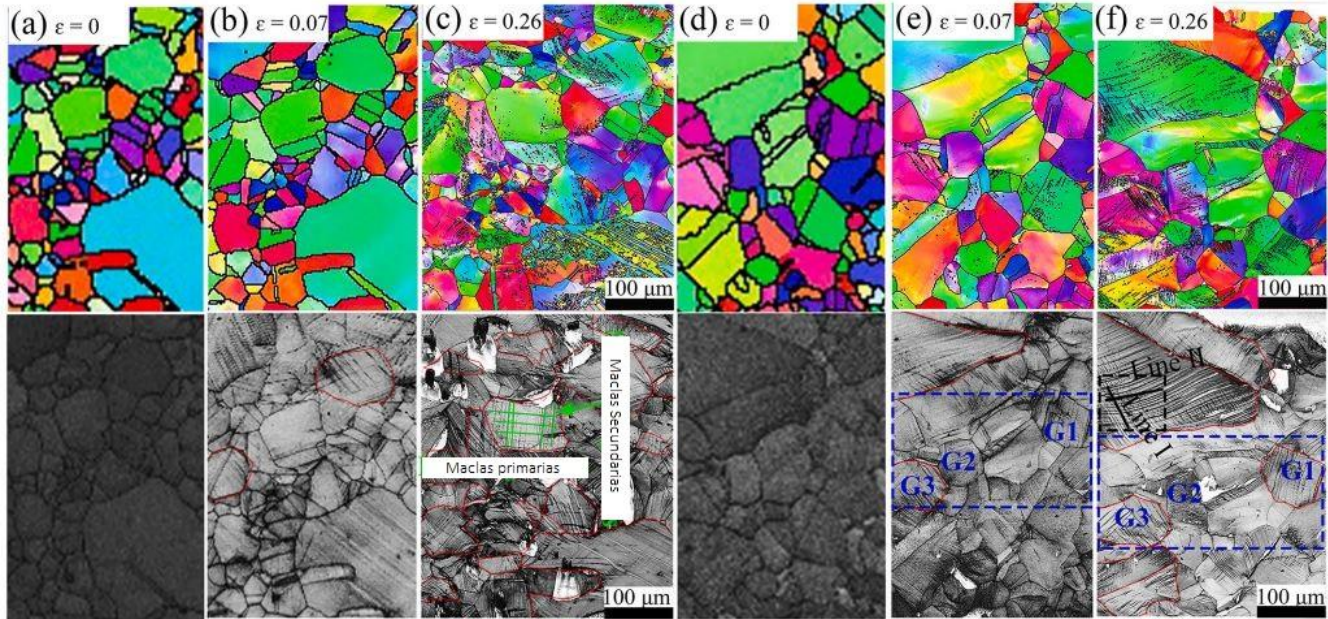


Figura 2.23. Figura inversa de polos (IPF) y mapeos de imagen de calidad (QI) durante la deformación del acero TWIP: a) GF $\varepsilon = 0$, b) GF $\varepsilon = 0.07$, c) GF $\varepsilon = 0.26$, d) GG $\varepsilon = 0$, e) GG $\varepsilon = 0.07$ y f) GG $\varepsilon = 0.26$ [11].

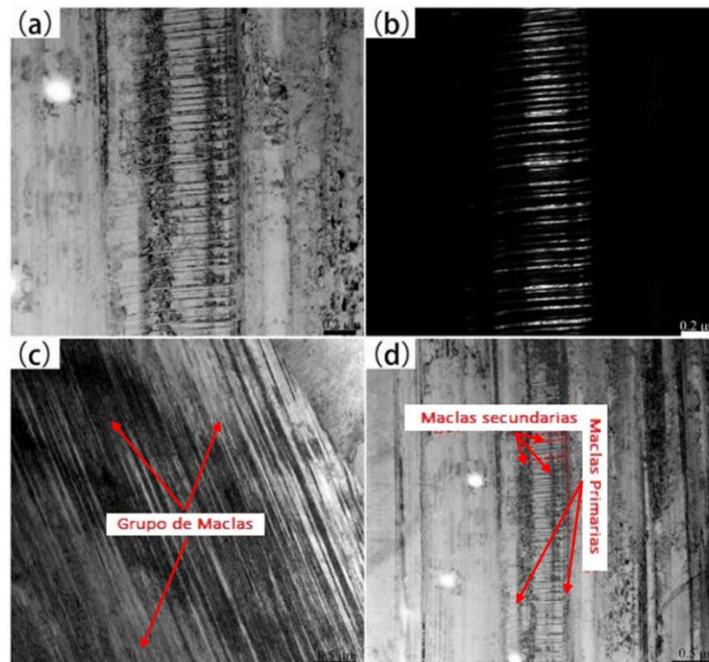


Figura 2.24. a-d) Caracterización por microscopía electrónica de transmisión (MET) mostrando maclas mecánicas en el acero de grano grueso después de la fractura [11].

Los autores concluyen que las propiedades del acero fabricado y estudiado tienen a disminuir conforme el tamaño de grano aumenta, esto se puede explicar debido a que hay menor densidad de maclas (principalmente secundarias), afectando la interacción entre ellas, las cuales son un importante mecanismo de endurecimiento por deformación, ya que en el espacio de inter-maclado suele existir una gran cantidad de dislocaciones, dando lugar a interacciones de tipo Hall-Petch. Es por este fenómeno que puede explicarse la capacidad de endurecimiento por deformación mayor del acero de grano fino que el de grano grueso.

2.1.7 Comportamiento de deformación de un acero TWIP bajo carbono alto manganeso.

El trabajo de Tewary y col. [12] fue enfocado en comparar la respuesta a la deformación de un acero TWIP con alto contenido de aluminio a diferentes porcentajes de deformación (10-50%), (composición química en Tabla 2.10), sometiendo el acero a una secuencia de trabajo en caliente (forja y laminación), tratamiento térmico de solubilizado y trabajo en frío (laminación) hasta obtener la reducción de espesor deseadas.

Tabla 2.10. Composición química del acero TWIP estudiado por Tewary y col. [12].

C	Mn	Si	Al	S	P	Fe
0.06	21.50	3.11	3.56	0.009	0.008	Bal.

Inicialmente, realizaron una primera caracterización microestructural a los aceros trabajados en caliente y con tratamiento térmico de solubilizado. En este punto, lo más destacable fue la presencia de una estructura completamente austenítica y granos con presencia de maclas de un grosor considerable (decenas de micrómetros), las cuales la literatura reporta como maclas de recocido, diferenciándose de las maclas mecánicas que son delgadas. Las maclas de recocido muy probablemente se formaron debido a la alta temperatura de la laminación en caliente (ver Figura 2.25).

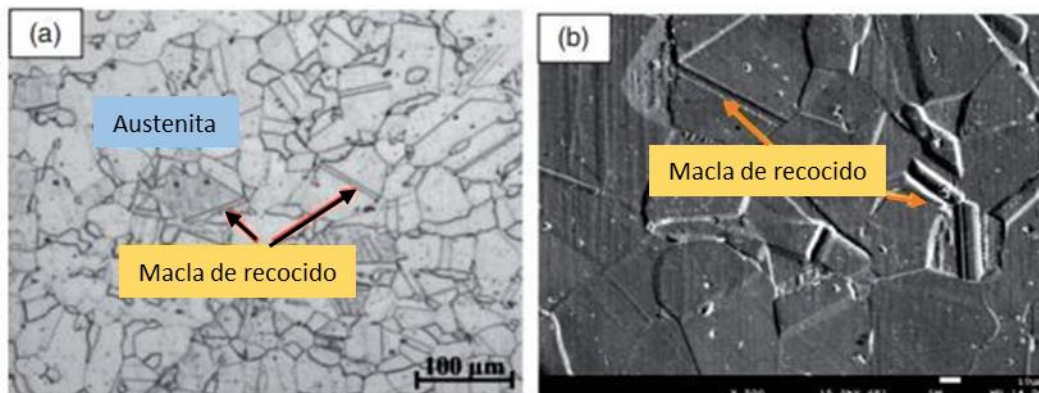


Figura 2.25. Microestructuras del acero procesado en caliente: a) Microscopía Óptica y b) Microscopía electrónica de barrido [12].

Por su parte, el material procesado en frío exhibió maclas mecánicas desde el 10% de reducción de espesor (ver Figura 2.26), aumentado su densidad conforme el porcentaje de deformación aumentaba. Aunque es conocido que a bajas temperaturas de trabajo el mecanismo predominante es el maclado, en este caso de estudio gracias al análisis de las micrografías, se puede sugerir una interacción entre maclas mecánicas y dislocaciones, aunque el maclaje mecánico tiene mayor presencia conforme se aumenta el porcentaje de deformación. En las muestras con deformación igual al 30%, los autores sugieren la aparición de celdas de dislocaciones. Estas sub-estructuras actúan como un fuerte obstáculo para el libre deslizamiento de las mismas y dan como resultado una alta resistencia a la tracción, sumado a esto, la interacción entre dislocaciones y maclas mecánicas aportan un endurecimiento extra en la zona, la magnitud de estas interacciones aumenta con el incremento de la deformación (50%), como se puede apreciar en la Figura 2.27.

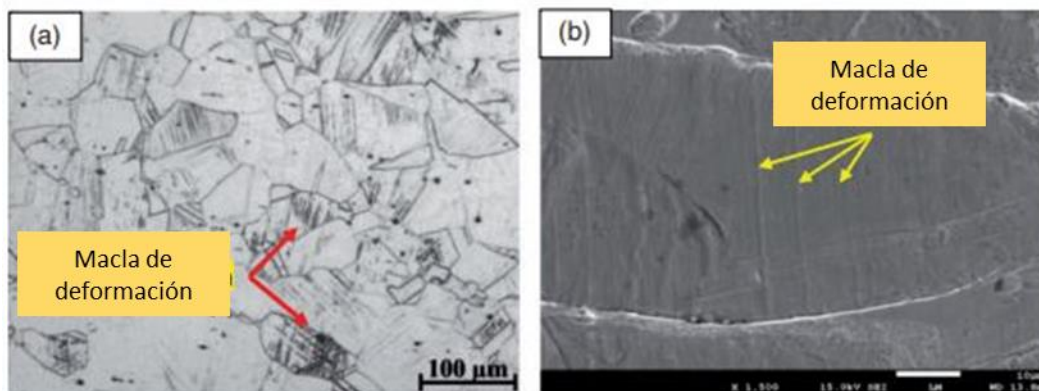


Figura 2.26. Microestructuras del acero deformado 10% en frío: a) Microscopía óptica y b) Microscopía electrónica de barrido [12].

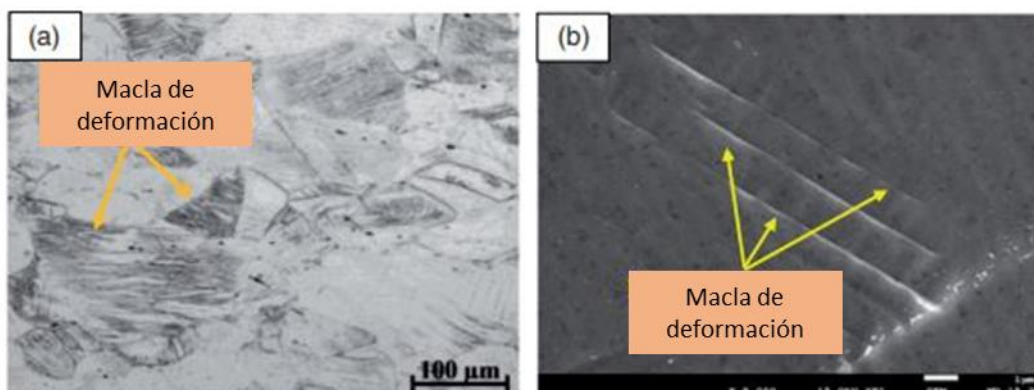


Figura 2.27. Microestructuras del acero deformado 30% en frío: a) Microscopía óptica y b) Microscopía electrónica de barrido [12].

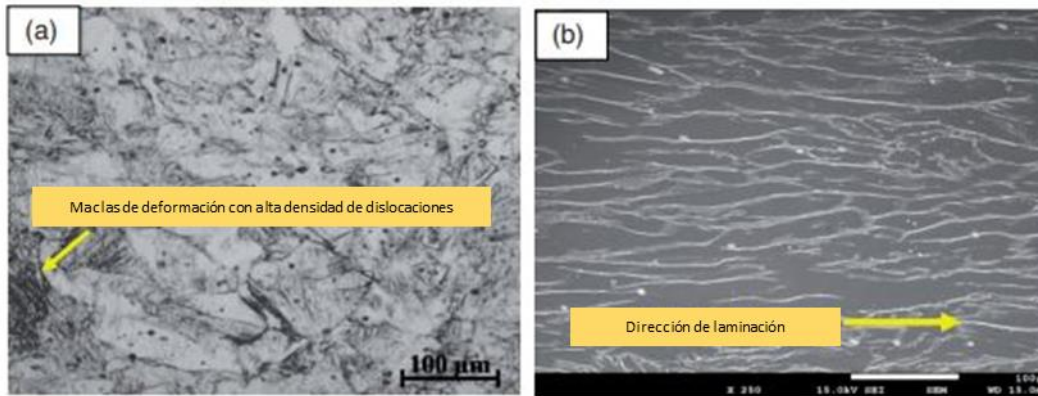


Figura 2.28. Microestructura del acero deformado 50% en frío: a) Microscopía óptica y b) Microscopía electrónica de barrido [12].

El comportamiento mecánico de los aceros mostró una tendencia a dividir la curva de esfuerzo-deformación en tres zonas (ver Figura 2.28). En la primera la tasa de endurecimiento crece muy lentamente, en la etapa II hay un crecimiento gradual de él endurecimiento por deformación con la tensión aplicada, y finalmente la zona tres, en la cual la tasa de endurecimiento aumenta rápidamente, lo que indica la mayor interacción entre dislocación-dislocación y dislocación- macla. Mostrando un comportamiento concordante con otras investigaciones, el acero con mayor deformación mostró un endurecimiento más alto, mientras el acero procesado en caliente presentó el menor endurecimiento. Uno de los principales puntos de atención por parte de los autores, fue cuidar que la composición química del acero permitiera obtener una energía de falla de apilamiento entre 20-40 mJ/m², para que el maclaje fuera el mecanismo de endurecimiento dominante, ya que a menores valores la transformación de fase gamma a épsilon es favorecida y a valores más altos el mecanismo principal de endurecimiento es el deslizamiento de dislocaciones.

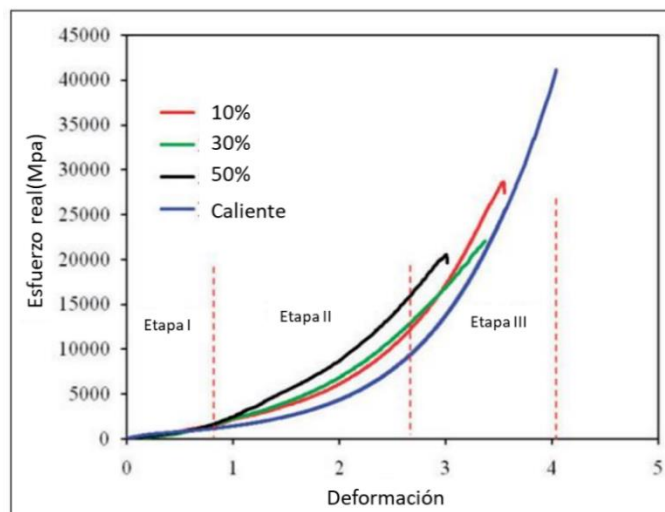


Figura 2.28. Resistencia mecánica de los aceros TWIP investigados por Tewary y col. [12].

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En la Figura 3.1 se presenta el diagrama de flujo del presente trabajo de investigación.

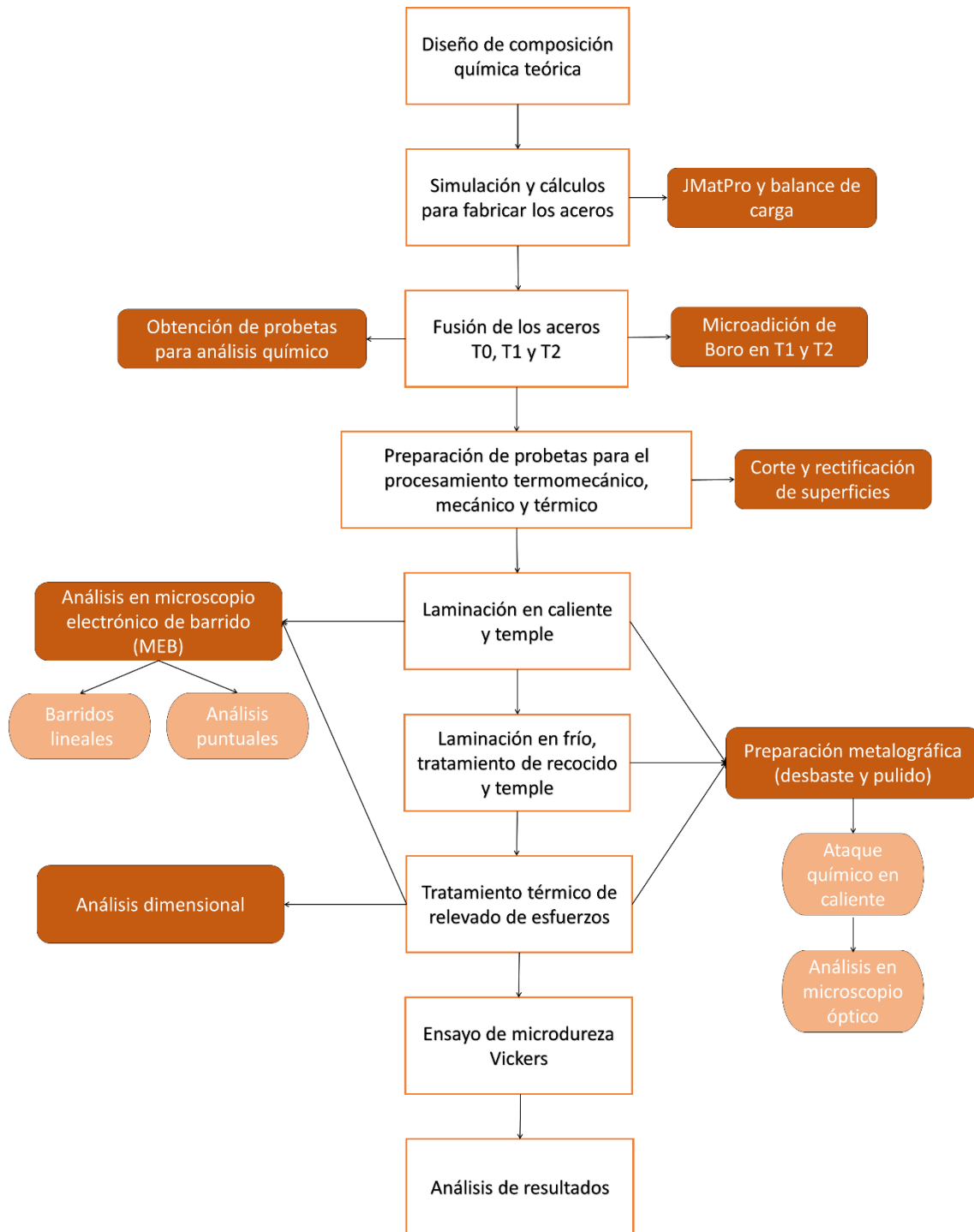


Figura 3.1. Diagrama de flujo del trabajo de investigación.

3.1 Fabricación del acero TWIP.

Para poder relacionar el aporte microestructural y mecánico del B en este tipo de aceros TWIP, se diseñó y fundió un acero TWIP del sistema de aleación Fe-Mn-C-Al-Si, denominado como de alta aleación, en tres diferentes condiciones. A un primer acero le se denominó T0 (de referencia), a otro se le denominó T1 (con 200 ppm de B) y a otro se le denominó T2 (con 500 ppm de B). La composición química teórica se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Composición teórica de los aceros TWIP.

ACERO TWIP	% en peso de los elementos químicos													
	C	Mn	Al	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	Ti	B	S	N	P	Fe
T0	0.1	26	2	2	1.5	0.75	0.2	0.02	0.015	0	0.03	0.012	0.003	67.37
T1	0.1	26	2	2	1.5	0.75	0.2	0.02	0.015	0.02	0.03	0.012	0.003	67.36
T2	0.1	26	2	2	1.5	0.75	0.2	0.02	0.015	0.05	0.03	0.012	0.003	67.36

3.1.1 Uso de software de simulación para cálculos termodinámicos.

Una vez determinada la composición teórica se empleó el software JMatPro, el cual permitió realizar un estudio termodinámico de las segundas fases formadas durante la solidificación del acero. Este software es especialmente usado en la industria para aleaciones multicomponente, como es el caso de los aceros altamente aleados TWIP fabricados en este proyecto. En la Figura 3.2 se muestra la interfaz de usuario de este software, el cual además de hacer realizar cálculos termodinámicos, también nos proporciona información relevante como propiedades mecánicas, termodinámicas y químicas.

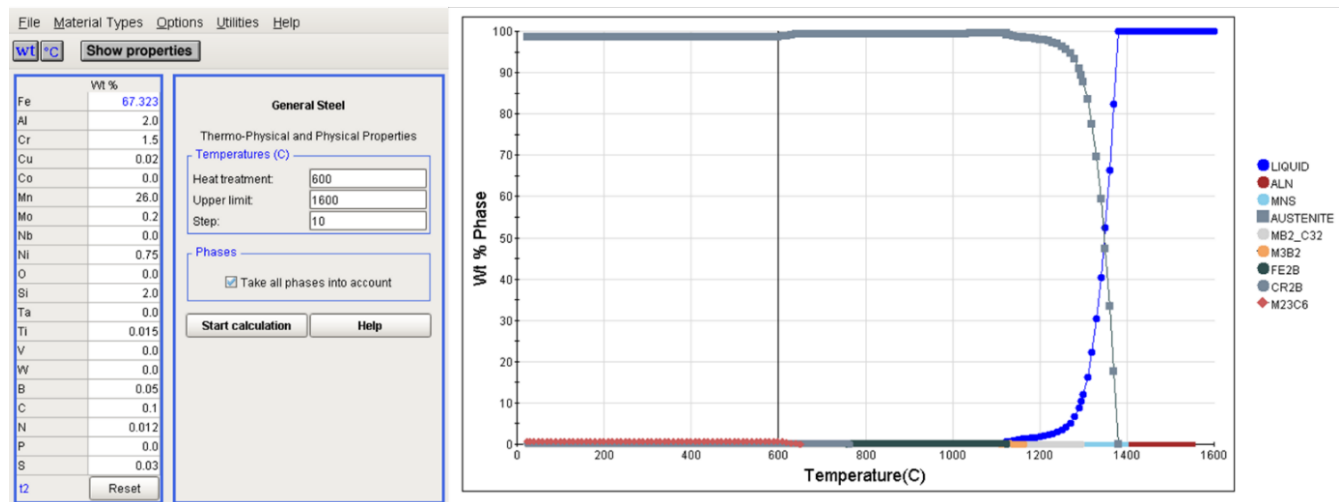


Figura 3.2. Interfaz de usuario y diagrama termodinámico de fases obtenido para T2 en JMatPro.



3.1.2 Procedimiento para el cálculo de carga y fusión.

El balance de carga se calculó para obtener 40 kg de acero TWIP en total, tomando como base las composiciones y eficiencias reportadas por proveedor(es) de las diferentes materias primas empeladas (ver Tablas 3.2 y 3.3).

Tabla 3.2. Elementos de carga usados para la fabricación de los aceros TWIP.

Forma de aleación	Composición		Eficiencia	Presentación
Mn electrolítico	99.9% Mn		75%	Hojuelas
Sorel (Fe-C)	4.05% C	95.73% Fe	70%	Plaqueta
Al	99.9% Al		80%	Granalla
Si	98% Si		90%	Grano
Fe-V	82% V	18% Fe	98%	Grano
Fe-Ti	74% Ti	26% Fe	40%	Grano
Fe-Nb	40% Nb	60% Fe	90%	Grano
B metálico	99.9 % B		99.9 %	Grano

Tabla 3.3. Composición química de la chatarra de acero y sorel.

Elemento	Chatarra %	Sorel (Fe-C) %
C	0.031	4.05
Si	0.037	0.132
Mn	0.127	0.028
P	0.08	0.030
S	0.013	0.023
V	0.011	----
Fe	99.701	95.737

También se tuvieron consideraciones importantes para llevar a cabo la fusión:

- Oxidación parcial del C de la chatarra durante la fusión (70% de pérdida).
- Oxidación parcial del Mn de la chatarra durante la fusión (80% de pérdida).
- Oxidación total del Si de la chatarra durante la fusión (100% de pérdida).
- Desoxidación del baño con Al.
- Composición química de las formas de aleación a emplearse:



Pureza de elementos aleantes.

$$Mn_{(metálico)} = 99.9\%$$

$$Si_{(metálico)} = 98\%$$

$$Al_{(metálico)} = 99.9\%$$

Porcentaje característico de retención en el baño líquido en horno de inducción.

$$Mn \ 75\%$$

$$Si \ 90\%$$

$$Al \ 80\%$$

$$Sorel \ (C) \ 70\%$$

Las ecuaciones empleadas para determinar el porcentaje de los elementos de aleación y microaleación son:

$$P_e = \frac{\% e_r}{100} * \frac{P_a}{\eta_e} \dots\dots\dots Eq. (3.1)$$

Donde:

P_e = Peso del elemento para adicionar (g).

$\% e_r$ = Porcentaje del elemento requerido (%).

P_a = Peso total del acero (g).

η_e = Eficiencia del elemento de adición.

Para el caso de las ferroaleaciones, la formula modificada es la siguiente:

$$P_{fa} = \frac{\% e_r (P_a)}{100 (\eta_{fa}) (C_{fa})} \dots\dots\dots Eq. (3.2)$$

Donde:

P_{fa} = Peso de Fe-aleación para adicionar (g)

$\% e_r$ = Porcentaje del elemento requerido (%)

P_a = Peso total del acero (g)

η_{fa} = Eficiencia de la Fe-aleación.

C_{fa} = Contenido de aleante de la Fe-aleación.

Para determinar el porcentaje del elemento aleante en la chatarra, luego de que ésta funde, es necesario realizar un ajuste que considera la pérdida de aleantes durante el periodo de fusión por oxidación. Por lo tanto, el porcentaje de elemento aleante luego de la fusión está determinado por:

$$\% e_f = \% e_i - L \dots\dots\dots Eq. (3.3)$$



Donde:

% e_f = Porcentaje de aleante luego de la fusión de la chatarra.

% e_i = Porcentaje de aleante inicial de la chatarra.

L = Porcentaje de pérdida.

El porcentaje de aleante requerido para ajustar la composición química deseada, está afectada por el contenido de aleante en la chatarra. El porcentaje de aleante requerido, queda determinado por la siguiente fórmula:

$$\% e_r = \% e_d - \% e_f \dots \dots \dots \text{Eq. (3.4)}$$

Donde:

% e_r = Porcentaje de aleante requerido.

% e_f = Porcentaje de aleante luego de fundir la chatarra.

% e_d = porcentaje de aleante deseado en el acero.

Cargas de fusión.

Carga de Sorel para un total de 40 kg de acero TWIP:

$$C_{\text{Adicionado}} = C_{(\text{requerido \% peso})} + C_{(\text{perdido})}$$

$$C_{\text{Adicionado}} = 0.04\text{kg} + (0.04\text{kg})(0.3)$$

$$C_{\text{Adicionado}} = 0.052 \text{ kg}$$

$$1 \text{ Kg de sorel} = 0.040 \text{ kg de C}$$

$$X = 0.052 \text{ kg de C}$$

$$X_{\text{sorel adicionado}} = 1.3 \text{ kg} \approx 13000 \text{ g.}$$

Por lo tanto: 1.3kg de Sorel $\left\{ \begin{array}{l} 0.052 \text{ kg de C} \\ 1.248 \text{ kg de Fe} \end{array} \right.$

Carga Manganeso:

$$Mn_{\text{Adicionado}} = \frac{Mn_{(\text{requerido \% peso})} + Mn_{(\text{perdido})}}{\text{Pureza}}$$

$$Mn_{\text{Adicionado}} = \frac{26 \text{ kg} + (26 \text{ kg})(0.25)}{0.999} = \frac{5.5 \text{ kg}}{0.999}$$

$$Mn_{\text{Adicionado}} = 32.53 \text{ kg}$$

**Carga Aluminio:**

$$Al_{\text{Adicionado}} = \frac{Al_{(\text{requerido \% peso})} + Al_{(\text{perdido})}}{\text{Pureza}}$$

$$Al_{\text{Adicionado}} = \frac{2 \text{ kg} + (2 \text{ kg})(0.2)}{0.999} = \frac{2.4 \text{ kg}}{0.999}$$

$$Al_{\text{Adicionado}} = 2.40 \text{ kg}$$

Carga de chatarra:

$$\text{Chatarra}_{\text{Adicional}} = Fe_{(\text{chatarra B.C.})} - Fe_{(\text{Sorel})}$$

$$\text{Chatarra}_{\text{Adicional}} = 26.94 \text{ kg} - 1.248 \text{ kg}$$

$$\text{Chatarra}_{\text{Adicional}} = 25.692 \text{ kg}$$

Capacidad del horno de inducción usado en la fusión:

$$\text{Diámetro del horno} = D_h = 16 \text{ cm} = 0.16 \text{ m}$$

$$\text{Altura del horno} = H_h = 25 \text{ cm} = 0.25 \text{ m}$$

$$\text{Área circular del horno} = A_h = \frac{\pi D_h^2}{4} = \frac{\pi (0.16 \text{ m})^2}{4} = 0.02010 \text{ m}^2$$

$$\text{Volumen total del horno} = V = A_h \cdot H_h = 0.02010 \text{ m}^2 \cdot 0.25 \text{ m} = 5.0265 \times 10^{-3} \text{ m}^3$$

$$\text{Densidad del acero reportada por JMatPro } \rho = 7,380 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

$$m = \rho \cdot V = 7,380 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \cdot 5.0265 \times 10^{-3} \text{ m}^3 = 37.09 \text{ kg}$$

Capacidad de lingoteras.

Para la solidificación de los aceros se construyeron lingoteras permanentes de sección rectangular, esto con la finalidad de obtener una geometría favorable para el tratamiento termomecánico de laminación que se aplicó posteriormente a los aceros TWIP. Las lingoteras se fabricaron con solera estructural de 3/8", cortando la solera a la medida de las diferentes secciones para obtener las paredes y la base de las lingoteras, posteriormente se soldaron todas las caras empleando una soldadora inversora marca Truper Mini 100900 y soldadura 6013 en varilla de 1/8" Infra Excel Arc (ver Figura 3.3).



Figura 3.3. Ensamble y soldado de las lingoteras permanentes.

Las dimensiones de las lingoteras se calcularon y diseñaron para obtener un peso aproximado de 10 kg por lingote, como se puede observar en la Figura 3.4.

$$\text{Altura} = h = 25 \text{ cm} = 0.25 \text{ m}$$

$$\text{Lado}_1 = 7.62 \text{ cm} = 0.0762 \text{ m}$$

$$\text{Lado}_2 = 6.35 \text{ cm} = 0.0635 \text{ m}$$

$$\text{Volumen de la lingotera} = V_L = \text{Lado}_1 \cdot \text{Lado}_2 \cdot h = 0.0762 \text{ m} \cdot 0.0635 \text{ m} \cdot 0.25 \text{ m}$$

$$V_L = 1.21 \times 10^{-3} \text{ m}^3$$

$$m = \rho \cdot V = 7,380 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \cdot 1.21 \times 10^{-3} \text{ m}^3 = 10.70 \text{ kg por lingote}$$

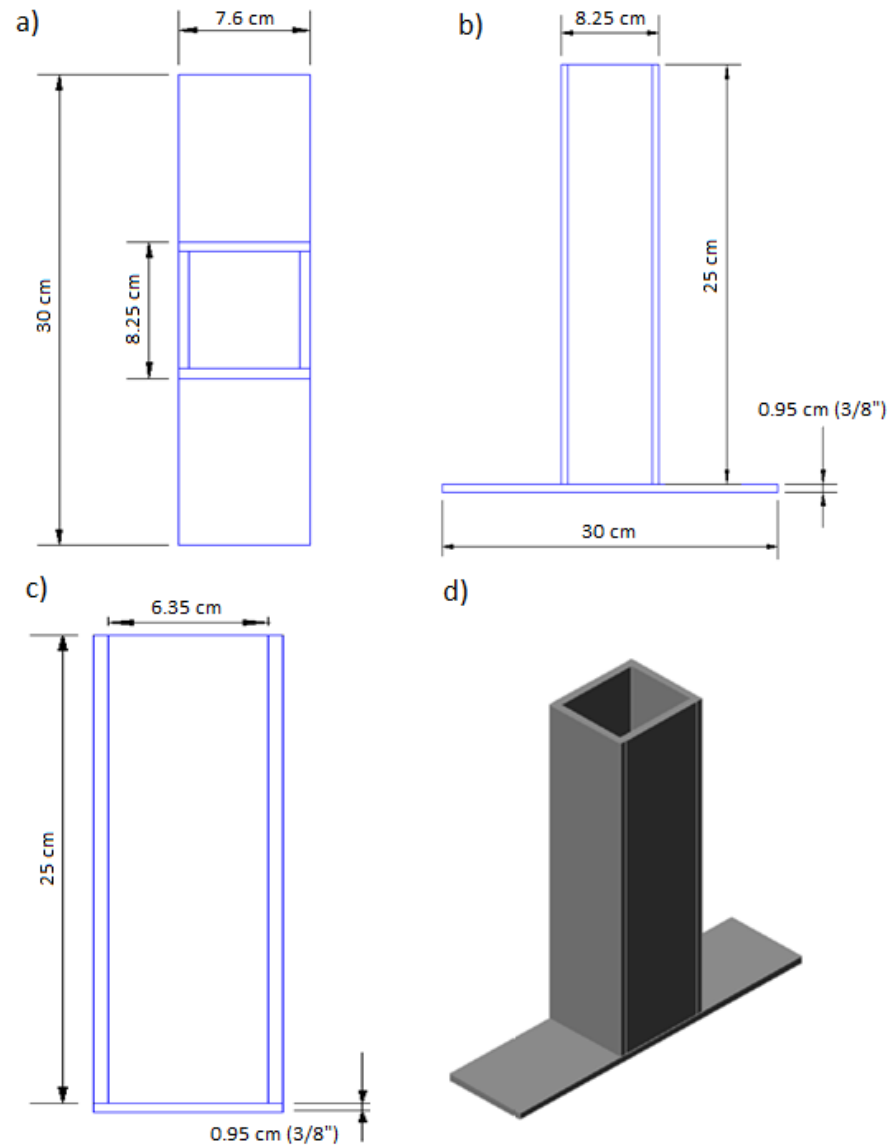


Figura 3.4. Diseño de lingoteras: a) Vista superior, b) Vista lateral completa, c) Vista lateral parcial y d) modelo en CAD.

Limpieza y pesaje de la chatarra.

La chatarra empleada se limpió minuciosamente para eliminar los óxidos superficiales, grasas, pinturas o barnices. Para ello, se usaron medios mecánicos como el desbaste superficial empleando carda de acero. Posteriormente, el pesaje de la chatarra, del soret y del manganeso se llevó a cabo en una báscula de acuerdo con los pesos calculados en el balance de carga (ver Figura 3.5a). Por otro lado, para el pesaje de los aleantes y microaleantes se realizó usando una balanza digital de precisión de acuerdo al cálculo de carga calculado previamente.

Limpieza y preparación de cucharas y ollas de vaciado.

El horno de inducción, así como las cucharas en los cuales se trató el acero, debían estar libres de cualquier residuo de fusiones anteriores; para evitar la contaminación del nuevo acero TWIP se cambió el refractario del horno y de las cucharas.

Se aprovechó el calor remanente del calentamiento del horno de inducción para realizar el precalentamiento de la carga durante 30 minutos previos a realizar la carga del horno, también se precalentaron las ollas de tratamiento en un horno de gas (ver Figura 3.5 b,c). Las lingoteras permanentes se calentaron mediante una antorcha 15 minutos previos a la descarga del horno y se recubrió las paredes laterales con arena para conservar lo más posible la temperatura (ver Figura 3.5d).

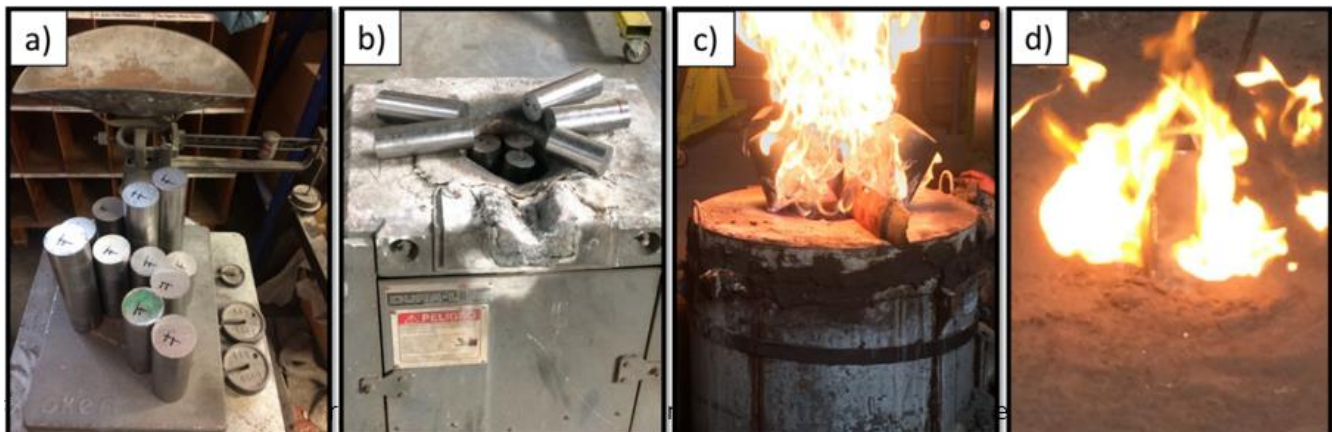


Figura 3.5. a) Pesaje de la carga y los aleantes, b) Precalentamiento de la carga, c) Precalentamiento de las ollas de tratamiento y d) Calentamiento de las lingoteras permanentes.

La fusión del acero (Figura 3.6a), se realizó en un horno basculante de inducción electromagnético marca Dura Line. En primer punto, se adicionó al horno la chatarra de acero, continuando la carga con los elementos aleantes de mayor porcentaje en peso y finalizando con elementos microaleantes (ver Figura 3.6b). Como la cantidad total de acero TWIP a fabricar era de 40 kg, se hicieron dos fusiones siguiendo el mismo procedimiento para ambos casos. El desarrollo del proceso de fusión se detalla en la Tabla 3.4.



Tabla 3.4. Proceso de fusión realizadas en instalaciones del DIM del IPN.

Etapa	Actividad	Observaciones
Carga	Acomodo de chatarra.	Revisión de refractario y acomodo compacto.
	Arranque de horno	Verificación del sistema de potencia y enfriamiento ---
Fusión	Incremento de potencia	---
	Adición de Sorel	3.25 kg
	Fusión total	Temperatura 1450 °C
	Estabilizar temperatura	
Desoxidación	Verificación de temperatura	Pirómetro de inmersión
	Adición de Mn	6.25 kg de Mn
	Adición de aluminio	450 g de Al
	Adición de Silicio	420 g de Si
Ajustes en horno	Verificación de temperatura	Pirómetro de inmersión
	Vaciado en la olla	1550 °C

La microadición de B en T1 y T2 se realizó directamente en la olla de vaciado, cada adición por separado. Para ello, se envolvió el B metálico en papel aluminio y se colocó en el fondo de la olla (ver Figura 3.6c). Para la obtención de las muestras par análisis químico mediante espectrometría de emisión óptica, se fabricaron lanzas de 1.20 m de largo a las cuales se le soldaron contenedores cilíndricos para contener la muestra. El proceso de toma de muestras se realizó previo al llenado de las lingoteras.

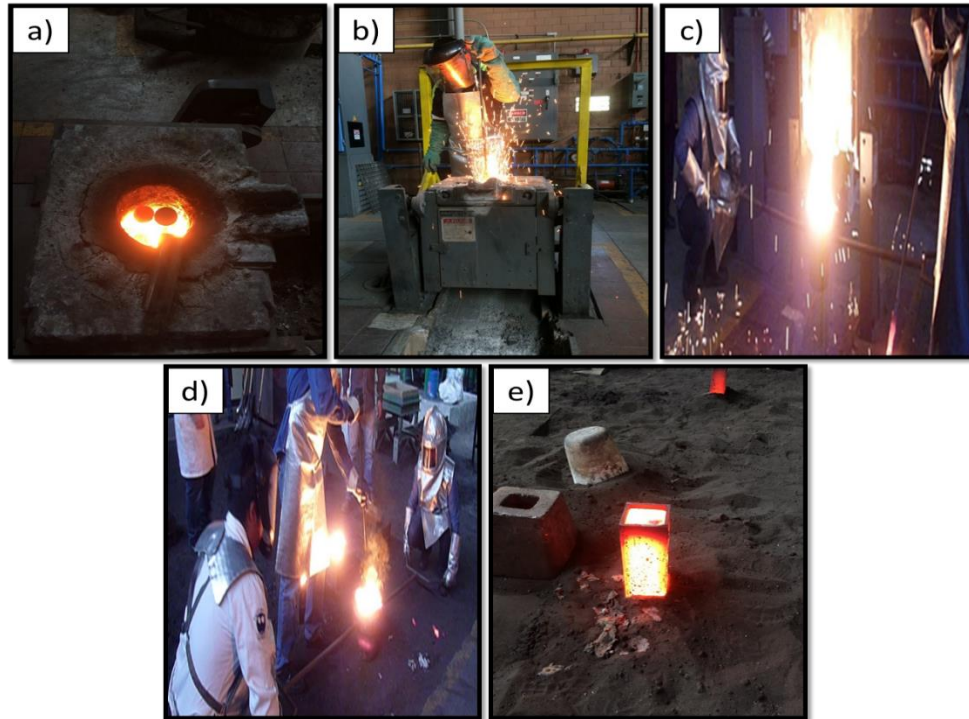


Figura 3.6. a) Inicio de la fusión, b) Adicionamiento de los aleantes, c) Basculeo del horno en la olla de vaciado, d) Llenado de las lingoteras y e) Solidificación en lingotera permanente.

3.2 Análisis químico.

Con el asesoramiento y apoyo del Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN (Cinvestav), Unidad Saltillo, se determinó la composición química para los aceros TWIP fabricados. El análisis se llevó a cabo por la técnica de espectroscopía de emisión atómica de chispa y arco en un equipo marca SPECTRO Model M11.

3.3 Difracción de rayos-X (DRX).

Para determinar las fases presentes en los aceros, se empleó la técnica de difracción de rayos X (DRX), empleando un ensayo tipo $\theta/2\theta$ en un rango desde 40° hasta 130° en 2θ , incrementando 0.02° cada medición y una velocidad de 4. Una muestra de cada acero fue entonces preparada con desbaste mecánico hasta la lija de SiC #600. Posteriormente, se limpiaron en baño en ultrasonido.

3.4 Acondicionamiento de probetas.

Posterior al enfriamiento de los lingotes, éstos se identificaron (ver Figura 3.7a). Para la obtención de las probetas con las dimensiones necesarias para la laminación, se realizaron varios cortes longitudinales y transversales a cada lingote en una cortadora de cabina cerrada con refrigeración mediante agua y aceite. También se hizo uso de una cortadora de sierra cinta con refrigeración. Es muy importante realizar los cortes con refrigerante, ya que esto evita

la formación la zona ZAT (zona afectada térmicamente) en dónde las propiedades mecánicas se ven alteradas (ver Figura 3.7 b,c,d).

Previo a realizar la laminación, se rectificaron las caras que iban a estar en contacto con los rodillos de laminación, esto se llevó a cabo con un esmeril de banco, en el proceso se atomizaba agua a la superficie para evitar su calentamiento. De esta manera se evitan posibles defectos e inconvenientes al no contar con una superficie totalmente plana al momento de laminar (Figura 3.7 e).

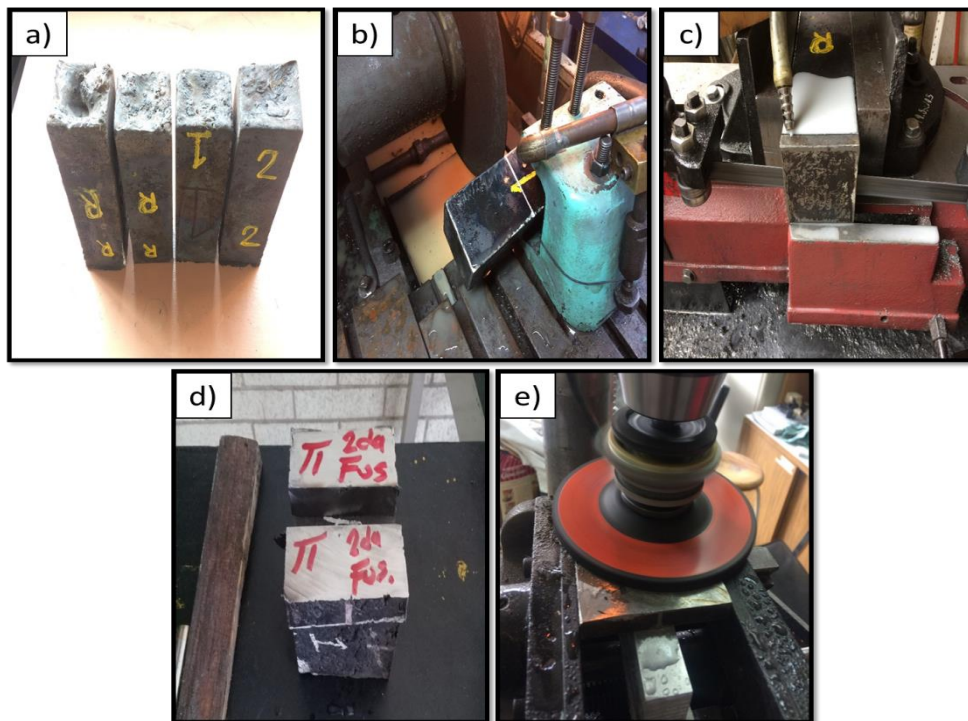


Figura 3.7. a) Lingotes fabricados, b) Corte en máquina de disco, c) Corte con sierra cinta, d) Probetas para laminar, e) Rectificación de caras con esmeril fijo.

Al final del acondicionamiento, y previo a la laminación, se obtuvieron probetas con las dimensiones mostradas en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5. Dimensiones de probetas previas a laminación en caliente.

Probeta	Espesor (cm)	Lado 1 (Largo en cm)	Lado 2 (Ancho en cm)
T0	2.28	6.82	2.21
T1	2.32	6.86	2.26
T2	2.35	6.93	2.29

3.4.1 Tratamiento térmico de homogenización.

Para realizar el tratamiento de homogenización y ruptura de la estructura dendrítica de colada, se introdujeron las probetas recubiertas en todas sus caras con pintura refractaria de Zirconio durante 3 horas al horno de tratamiento a una temperatura de 1050 °C. Antes de introducir las probetas, se dejó curar la pintura durante 30 minutos para evitar la posible combustión del solvente (alcohol), para evitar el agrietamiento del recubrimiento por la rápida solidificación, lo que conllevaría a tener posibles zonas con descarbonación después del tratamiento térmico (ver Figura 3.8 a,b,c).

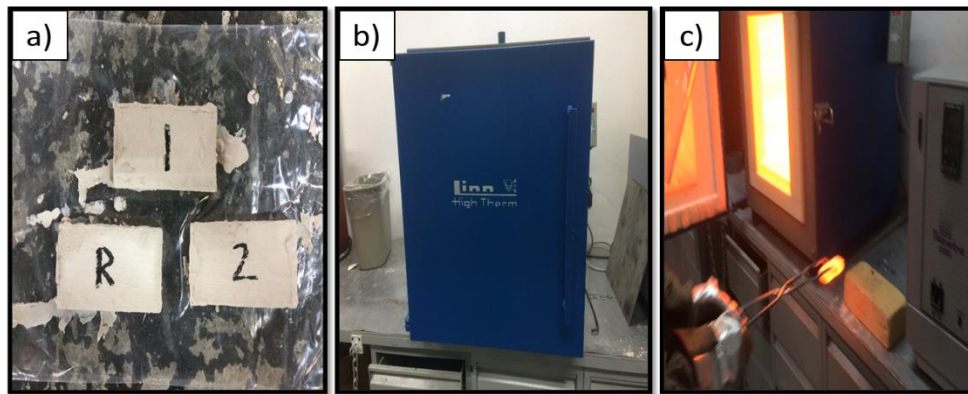


Figura 3.8. a) Probetas revestidas con pintura de zirconio, b) Horno de Tratamiento Térmico LINN HIGH THERM c) Calentamiento de las probetas dentro del horno a 1050 °C durante 3 h.

3.4.2 Procesamiento termo-mecánico.

Para realizar la laminación en caliente se realizaron los cálculos para obtener un 50 % de deformación en esta etapa, para esto se tomó en cuenta el promedio del espesor mostrado en el la Tabla 3.5, el cual fue de 2.32 cm.

Cálculo del espesor final.

$$e_f = \left[e_i - \left(\frac{e_i * \% \text{deformación}}{100} \right) \right] \quad e_f = \left[2.32 \text{cm} - \left(\frac{2.32 \text{cm} * 50}{100} \right) \right] = 1.16 \text{ cm} \dots\dots\dots \text{Eq. (3.5)}$$

Conociendo que el maneral de la laminadora reduce 0.5 mm la distancia de rodillos en cada vuelta del maneral y que por la dimensión de espesor de la probeta se pueden dar 5 vueltas al maneral por cada paso de laminación, se calculó el número de pasos para obtener el 50% de reducción.

$$\# \text{ Pasos} = \left[\left(\frac{e_f - e_i}{0.25 \text{ mm}} \right) \right] \quad \# \text{ Pasos} = \left[\left(\frac{11.6 \text{ mm} - 23.2 \text{ mm}}{0.25 \text{ mm}} \right) \right] = 4.64 \text{ pasos.} \dots\dots\dots \text{Eq. (3.6)}$$



Para el proceso experimental se utilizaron 5 pasos de laminación, la ficha técnica del equipo empleado se muestra en la Tabla 3.6 y que se ilustra en la Figura 3.9a.

Tabla 3.6. Especificaciones técnicas de la laminadora del IIM UNAM empleada en el trabajo de investigación.

Marca de laminadora	FENN AMCA INTERNATIONAL
Modelo	5MILL
HP	25
Rpm	1750
Diámetro de los rodillos de laminación	5"
A	42.7
V	500

En el proceso de laminación se empleó un método bidireccional, alternando el sentido de laminación desde el panel de control (Figura 3.9 b), esto con la finalidad de que la probeta no perdiera tanta temperatura al tener que colocarla nuevamente en el mismo sentido de laminación, la velocidad de los rodillos se fijó en 17 m/min. Al término del quinto paso de laminación, las probetas se templaron inmediatamente en un baño de aceite con constante movimiento (ver Figura 3.9d), esto ayudó a evitar la formación de la capa de vapor y obtener un temple homogéneo.

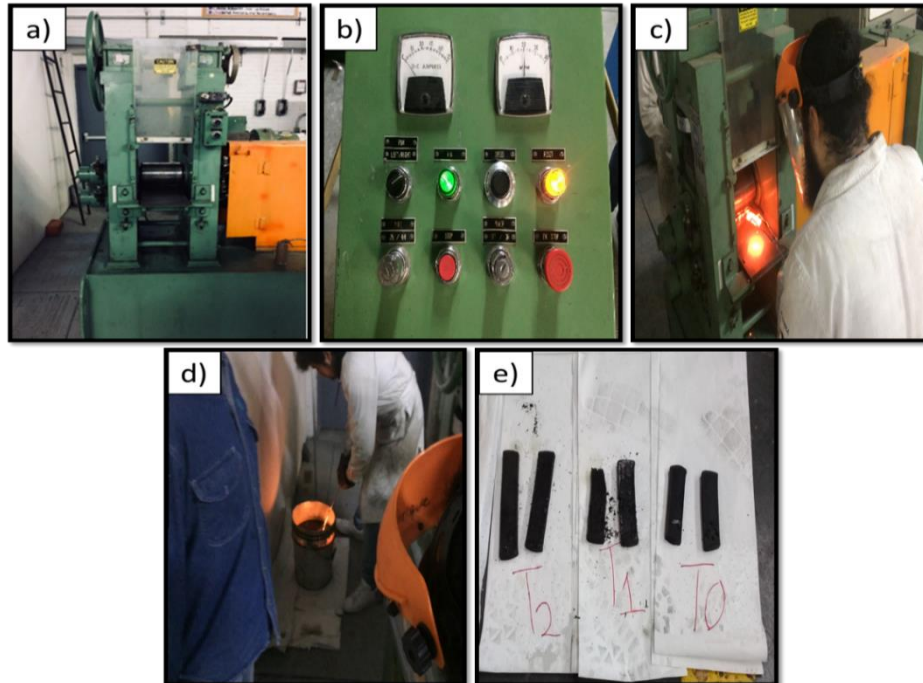


Figura 3.9. a) Laminadora FENN AMCA INTERNATIONAL, b) Panel de Control, c) Laminación en caliente de las probetas, d) Temple en aceite y e) Probetas obtenidas después de la laminación en caliente.

Al término de la laminación en caliente y su enfriamiento a temperatura ambiente, se identificaron las probetas (ver Figura 3.10) y se procedió a medirlas; las dimensiones se muestran en la Tabla 3.7.



Figura 3.10. a) Identificación de probetas T0, T1 y T2.

Tabla 3.7. Dimensiones obtenidas después del procesamiento termomecánico de laminado en caliente.



Probeta	Espesor (cm)	Largo (cm)	Ancho (cm)
T0	1.23	11.63	2.46
T1	1.18	13.41	2.54
T2	1.02	16.76	2.59

3.4.3 Procesamiento mecánico.

Como primer paso a para realizar la laminación en frío, se cortaron secciones del material previamente laminado en caliente para cada condición (T0, T1 y T2), las dimensiones se muestran en la Tabla 3.8.

Tabla 3.8. Dimensiones de probetas previas a laminación en frío.

Probeta	Espesor (cm)	Largo (cm)	Ancho (cm)
T0	1.23	10.18	2.46
T1	1.18	11.04	2.54
T2	1.02	10.21	2.59

El proceso de laminación en frío (ver Figura 3.11 b,c) se realizó nuevamente con el uso de la laminadora del Instituto de Investigaciones en Materiales. Al igual que la el proceso previo de laminación en caliente, se optó por deformar el material al 50% de su espesor. La facilidad de manipular la pieza entre pasos de laminación y realizar las mediciones de su espesor con ayuda de un vernier digital, facilitó el poder obtener una reducción muy cercana al 50% planteado, al término se volvieron a remarcar e identificar las probetas (ver Figura 3.11e)

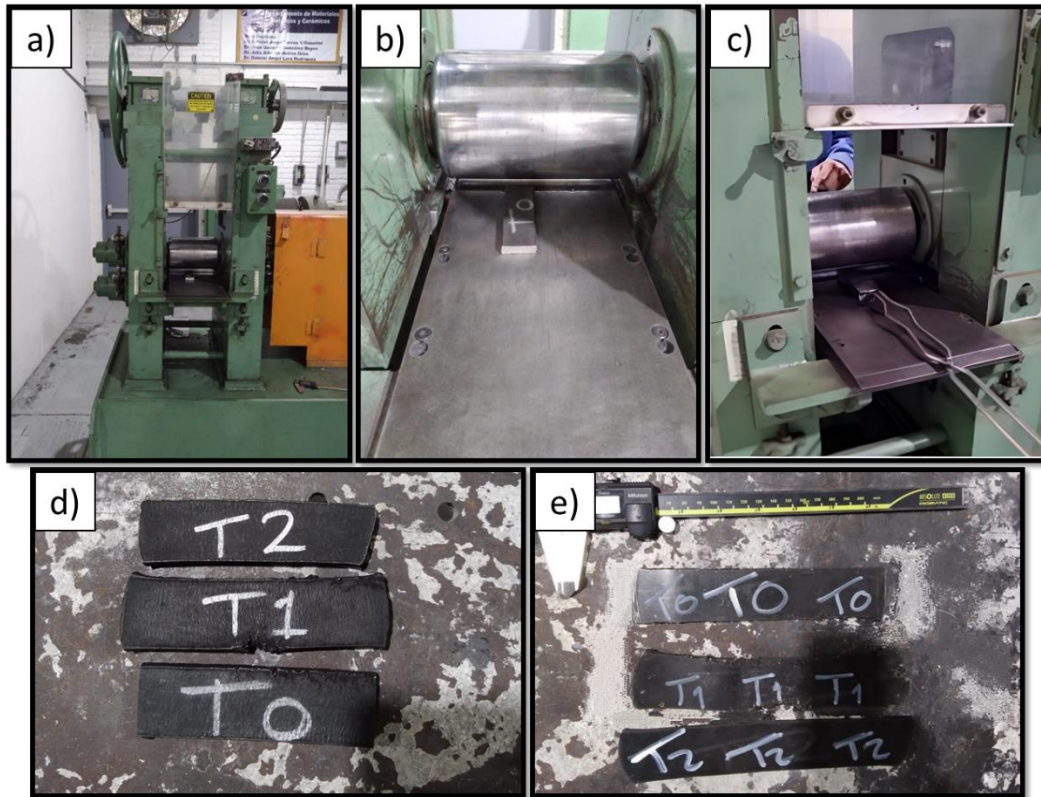


Figura 3.11. a) Laminadora FENN AMCA INTERNATIONAL, b) Presentación de probetas a laminar, c) Proceso de laminación unidireccional, d) Probetas previo a laminar en frío y e) Probetas laminadas en frío.

Después de su identificación, las probetas laminadas en frío fueron nuevamente medidas, estas dimensiones se muestran en la Tabla 3.9.

Tabla 3.9. Dimensiones obtenidas después del procesamiento mecánico de laminado en frío.

Probeta	Espesor (cm)	Largo (cm)	Ancho (cm)
T0	0.67	17.02	2.68
T1	0.63	18.24	2.75
T2	0.60	19.76	2.77

3.4.4 Tratamientos térmicos.

a) Tratamiento térmico de recocido secundario.

Para el tratamiento térmico de recocido (Figura 3.14 a), se optó por realizar un calentamiento desde temperatura ambiente hasta 750 °C con una permanencia de 15 minutos cada 100 °C, para finalmente mantener el horno durante 30 minutos a la máxima temperatura e inmediatamente realizar un enfriamiento rápido en aceite (temple), la curva



que representa este tratamiento se detalla en la Figura 3.12. Las condiciones y parámetros de este tratamiento pueden observarse en las Tablas 3.10 y 3.11.

Tabla 3.10. Permanencia de los aceros TWIP en el tratamiento térmico de recocido secundario.

Temperatura (°C)	Permanencia (s)
200	600
300	600
400	600
500	600
600	600
750	1800

Tabla 3.11. Ruta de calentamiento para los aceros TWIP sometidos a tratamiento térmico de recocido secundario.

Rango de Temperatura (°C)	Tiempo (s)	Velocidad de Calentamiento Experimental (°C/s) $\frac{\Delta T}{t}$
23-200	332	0.53
200-300	235	0.42
300-400	248	0.40
400-500	264	0.37
500-600	288	0.34
600-750	571	0.26

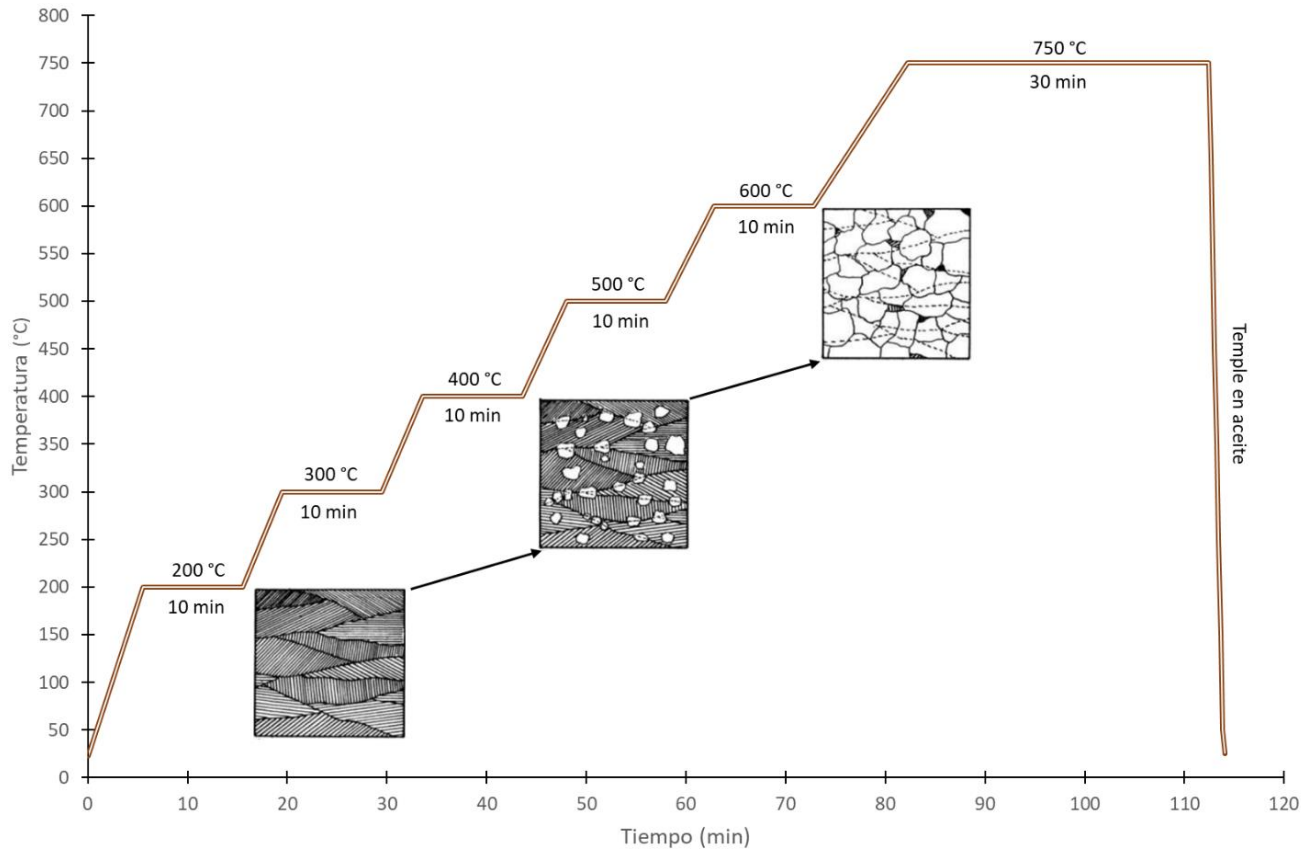


Figura 3.12. Esquema de tratamiento térmico de recocido aplicado a las tres condiciones de acero TWIP.

b) Tratamiento térmico de relevado de esfuerzos.

Como punto final de la secuencia de tratamiento termomecánico, mecánico y térmico de los aceros TWIP, se optó por realizar un tratamiento térmico de relevado de esfuerzos (ver Figura 3.14b), colocando la pieza dentro del horno a temperatura ambiente y calentándose junto con el horno hasta una temperatura de 250 °C durante 2 horas, para posteriormente enfriarse al equilibrio dentro del horno. La curva que muestra la secuencia completa de trabajo se muestra en la Figura 3.13.

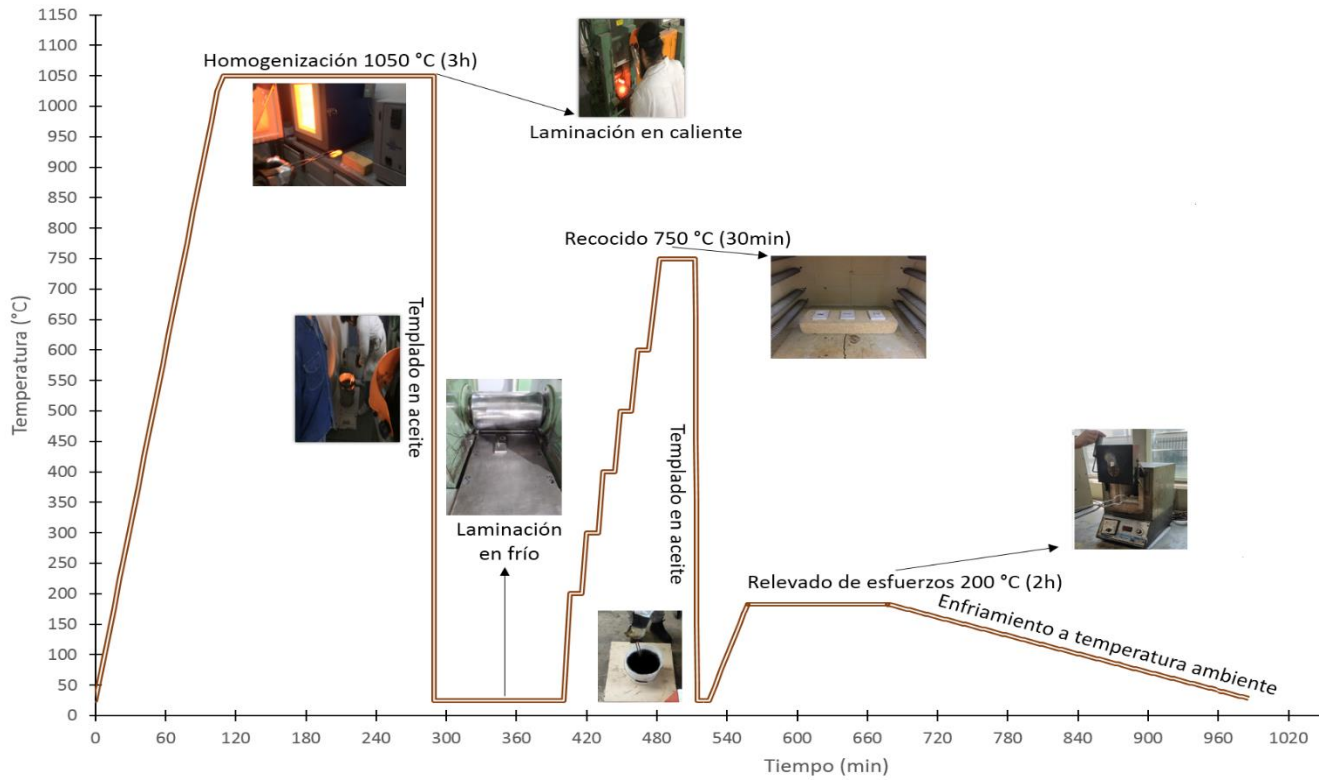


Figura 3.13. Esquema completo de la secuencia de trabajo realizado en los aceros TWIP.

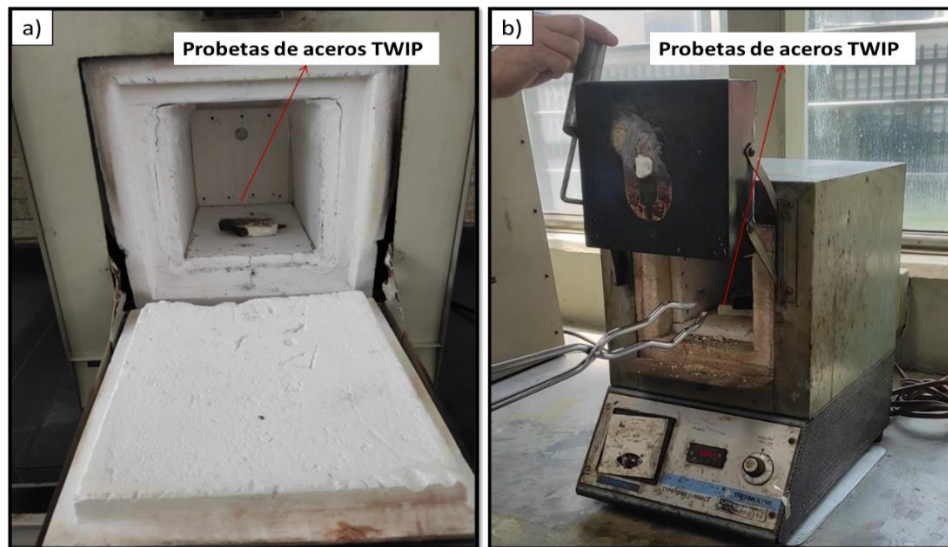


Figura 3.14. Tratamientos térmicos: a) Recocido secundario y b) Relevado de esfuerzos.

3.5 Preparación metalográfica.

En este punto es importante mencionar que se decidió contar con 3 condiciones de material para todos los aceros (T0, T1 y T2), las cuales se enlistan a continuación.

- Condición de laminación en caliente y temple en aceite.
- Condición de laminación en caliente, temple en aceite y laminación en frío.
- Condición de laminación en caliente, temple en aceite, laminación en frío, tratamiento térmico de recocido, temple en aceite y tratamiento térmico de relevado de esfuerzos.

a) Montaje.

- Condición de laminado en caliente.

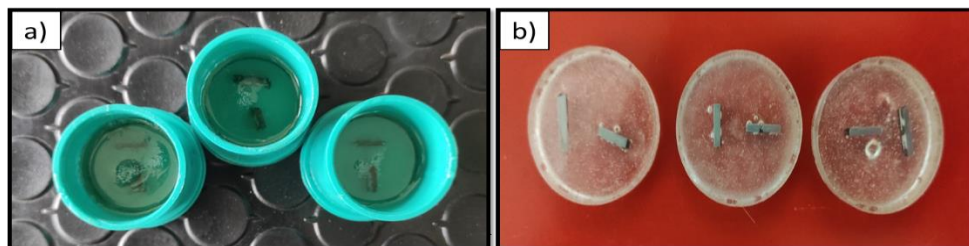
Específicamente para la condición de laminado en caliente se procedió a cortar secciones longitudinales de 2.5 cm para cada condición (T0, T1 y T2). Posteriormente usando una montadora metalográfica en baquelita se obtuvieron probetas para realizar el análisis metalográfico (Figura 3.15).



Figura 3.15. Muestras de cada condición montadas en baquelita.

- Condición de laminación en caliente, temple en aceite y laminación en frío.

Las muestras fueron cortadas a 2cm de largo y posteriormente montadas en resina epóxica (Figura 3.16).



- Condición de laminación en caliente, temple en aceite, laminación en frío, recocido secundario, temple y relevado de esfuerzos.

Las muestras fueron cortadas a un aproximado de 1.5 cm de largo, no se hizo encapsulado de las probetas (Figura 3.17).

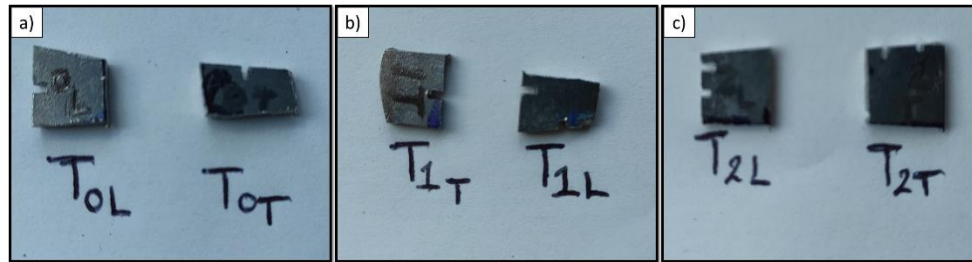


Figura 3.17. Probetas de acero TWIP con secuencia de deformación y tratamientos térmicos completos. a) T0, b) T1, c) T2.

La secuencia de desbaste, pulido y ataque químico para revelar la microestructura fue la misma para todas las condiciones.

b) Desbaste.

Se llevó a cabo usando papeles abrasivos de carburo de silicio (SiC) con constante impregnación de agua, mediante la secuencia: 120, 180, 240, 320, 600, 800, 1000, 1200, 1500, rotando la pieza 90 grados entre cada cambio de granulación (ver Figura 3.18).



Figura 3.18. Proceso de desbaste de las piezas.

c) Pulido.

Previo a este paso se efectuó el lavado de las probetas en el limpiador ultrasónico y alcohol etílico durante 15 minutos con la finalidad de remover todas las partículas de SiC que pudieron quedar después del desbaste.

El proceso de pulido se realizó en una pulidora BUEHLER ECOMET 3 (Figura 3.19 a, b), empleando una secuencia de paños y pasta diamante empezando con una granulometría de 15 μm , finalizando en un tamaño de

0.1 μm (Figura 3.20) En este punto fue muy importante controlar las revoluciones del plato y la presión ejercida en la probeta, ya que una mayor velocidad y presión por lo general conllevan a formar “colas de cometa” y rayas, también se procuró distribuir la probeta en todo el diámetro del paño sin dejarla estática. Los tiempos de residencia de cada paño se muestran en la Tabla 3.12.

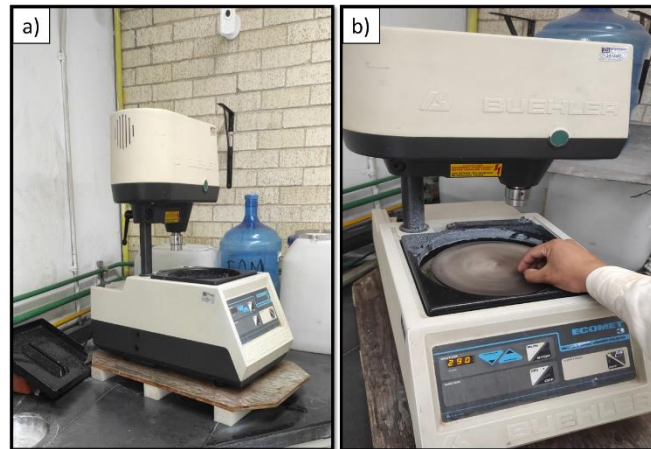


Figura 3.19. a) Pulidora BUEHLER ECOMET 3 y b) Proceso de pulido de las probetas con pasta diamante.

Tabla 3.12. Tiempos de residencia empleados para el pulido de probetas.

Paño	Tiempo
15 μm	20 min
9 μm	10 min
6 μm	10 min
3 μm	10 min
1 μm	10 min
0.1 μm	20 min

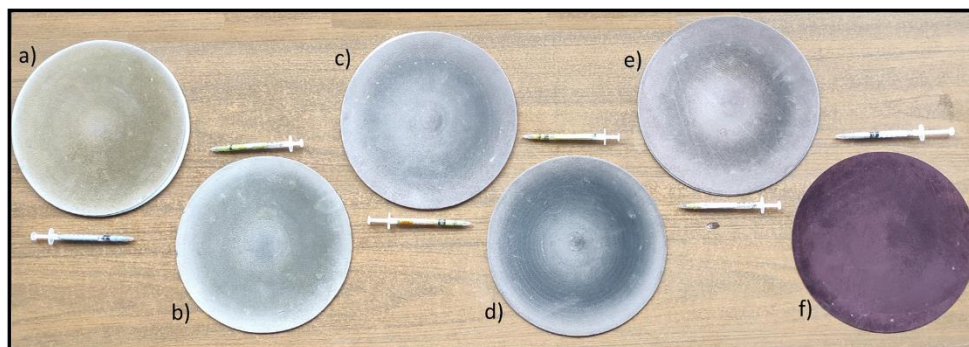


Figura 3.20. Paños usados en el proceso de pulido: a) 15 μm , b) 9 μm , c) 6 μm , d) 3 μm , e) 1 μm y f) 0.1 μm .

Al final del proceso de pulido, se lavaron nuevamente las probetas en una inmersión de alcohol etílico grado 96 durante 15 minutos (ver Figura 3.21a), esto con la finalidad de retirar partículas adheridas a la probeta que pudieran contaminar el ataque metalográfico. Finalmente, las probetas se secaron rápidamente con aire caliente (ver Figura 3.21b).

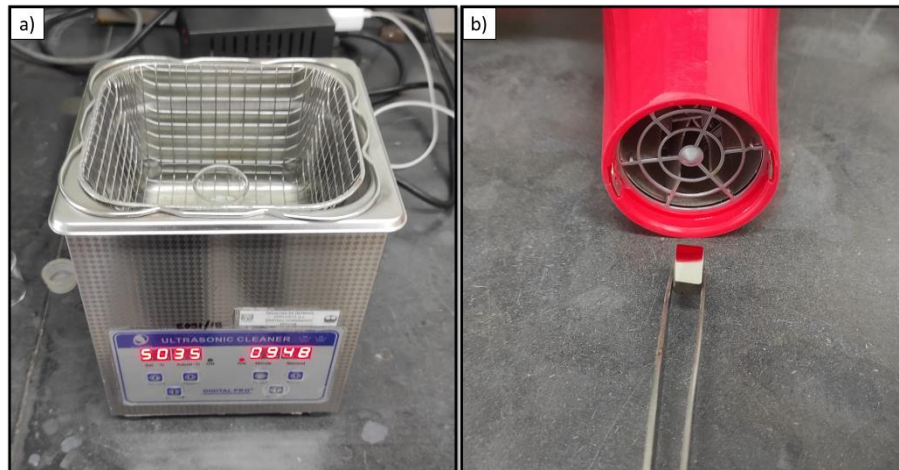


Figura 3.21. a) Probeta en baño ultrasónico, b) Secado de probeta con aire caliente.

d) Ataque químico.

Para la revelación de la microestructura se empleó un baño caliente a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ de Nital al 10% v/v, la inmersión de las probetas fue de 25 segundos (ver Figura 3.22 a,b), enjuagando las probetas inmediatamente después en un chorro de alcohol etílico y secadas con aire caliente, esto con la finalidad de evitar la aparición de manchas de secado en las piezas que afecten la visualización de las microestructuras obtenidas.

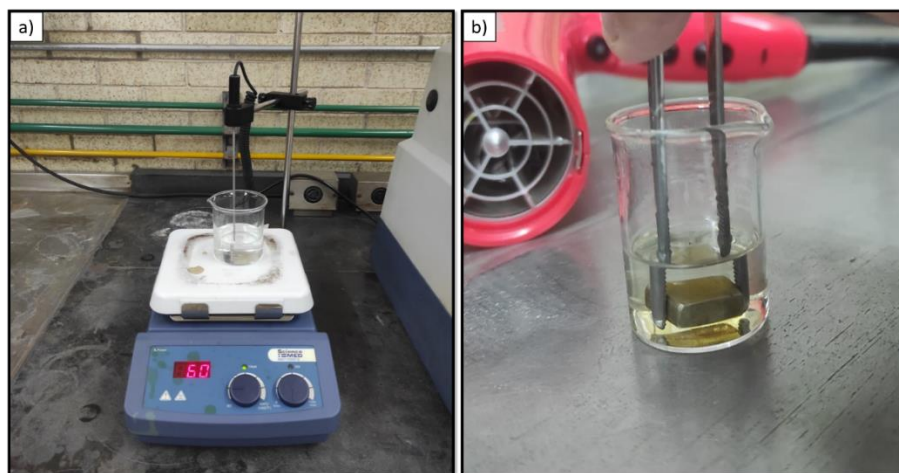


Figura 3.22. a) Calentamiento de Nital 10% v/v a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ y b) Ataque químico de las probetas durante 25 s.

3.6 Caracterización microestructural y análisis químico de partículas de segunda fase por MEB-EDS.

Después de realizar la preparación metalográfica y ataque químico, se dispuso a realizar las sesiones de microscopia de barrido para identificar las partículas de segunda fase precipitadas en la matriz, maclas y en si caracterizar la microestructura del material. se decidió hacer primero este análisis ya que el material es propenso a presentar corrosión con la humedad del aire, situación que puede llevar a tener partículas de óxidos de diferentes compuestos presentes en la matriz, las cuales no son objeto de interés en el presente trabajo investigación. Para el estudio y caracterización se realizaron barridos lineales y puntuales en zonas favorables que proporcionaran información útil, además de ser representativas del material y condición.

Para la caracterización se realizaron múltiples sesiones en el laboratorio de Microscopia Electrónica de Barrido del departamento de Metalurgia de la Facultad de Química UNAM, haciendo uso de un equipo JEOL JCM-6000 PLUS (ver Figura 3.23) para realizar espectroscopia de rayos-X de energía dispersiva (EDS), análisis cualitativos y cuantitativos de las partículas de interés.



Figura 3.23. Microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL JCM-6000 PLUS.

3.7 Caracterización microestructural por microscopía óptica.

La obtención de micrografías se llevó a cabo empleando un microscopio óptico de la marca Olympus modelo PMG3 (ver Figura 3.24), en este punto fue necesario el uso de software de captura para aumentar el contraste y calidad de las micrografías, además de ser convertidas a escala de grises. La captura de imágenes se realizó usando todos los lentes del microscopio para tener múltiples capturas a diferentes aumentos de la microestructura, y así, posteriormente poder realizar los análisis metalográficos.



Figura 3.24. Microscopio Olympus PMG3.

3.8 Caracterización mecánica por ensayo de microdureza Vickers.

El ensayo de microdureza Vickers se realizó empleando un durómetro de la marca DTEC- modelo HVS-1000 (ver Figura 3.25) realizando un total de 10 indentaciones por condición, cuidando el tener un mínimo de 500 μm de separación en la cadena de indentaciones para evitar tener lecturas erróneas por endurecimiento de la zona previamente penetrada, la precarga fijada para este tipo de aceros fue de 1 kg con una permanencia de 10 s.



Figura 3.25. Durómetro digital DTEC HV-1000.

3.9 Análisis dimensional de micrografías por SigmaScan Pro V5.

Para poder cuantificar el tamaño de grano y densidad de población de maclas, se realizaron mediciones dimensionales a las probetas con toda la secuencia de termo-conformado, conformado y tratamientos térmicos. Esto se llevó a cabo con ayuda de software para análisis de imágenes SigmaScan Pro (ver Figura 3.26). Las mediciones de tamaño de grano y maclas se realizaron a un aumento de 10X.

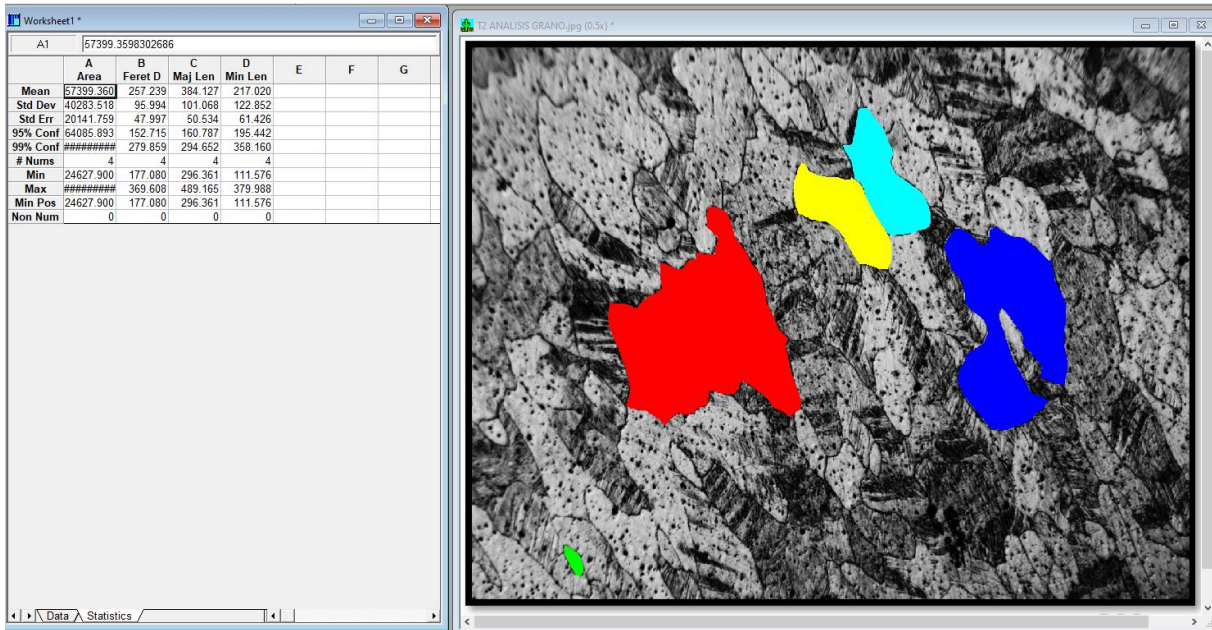


Figura 3.26. Proceso de análisis dimensional con SigmaScan Pro.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Predicción de fases y composición química experimental.

En la Figura 4.1 se puede observar que la temperatura de inicio de la solidificación para los tres aceros (T0, T1 y T2) es de 1375.83 °C. Sin embargo, las temperaturas finales de la solidificación disminuyen a medida que aumenta el contenido de B en el acero TWIP. En el caso de TW-B0, esta temperatura corresponde a 1312.78 °C; mientras que para TW-B1 es de 1280 °C, y para el caso de TW-B2 es 1190 °C, respectivamente. Como puede observarse, además, la microadición de B amplía la región bifásica líquido-sólido y, como resultado, promueve una mayor segregación durante la solidificación, debido al tiempo más largo para alcanzar la cristalización de la aleación. Este comportamiento es característico de la microadición de B en aceros TWIP [13].

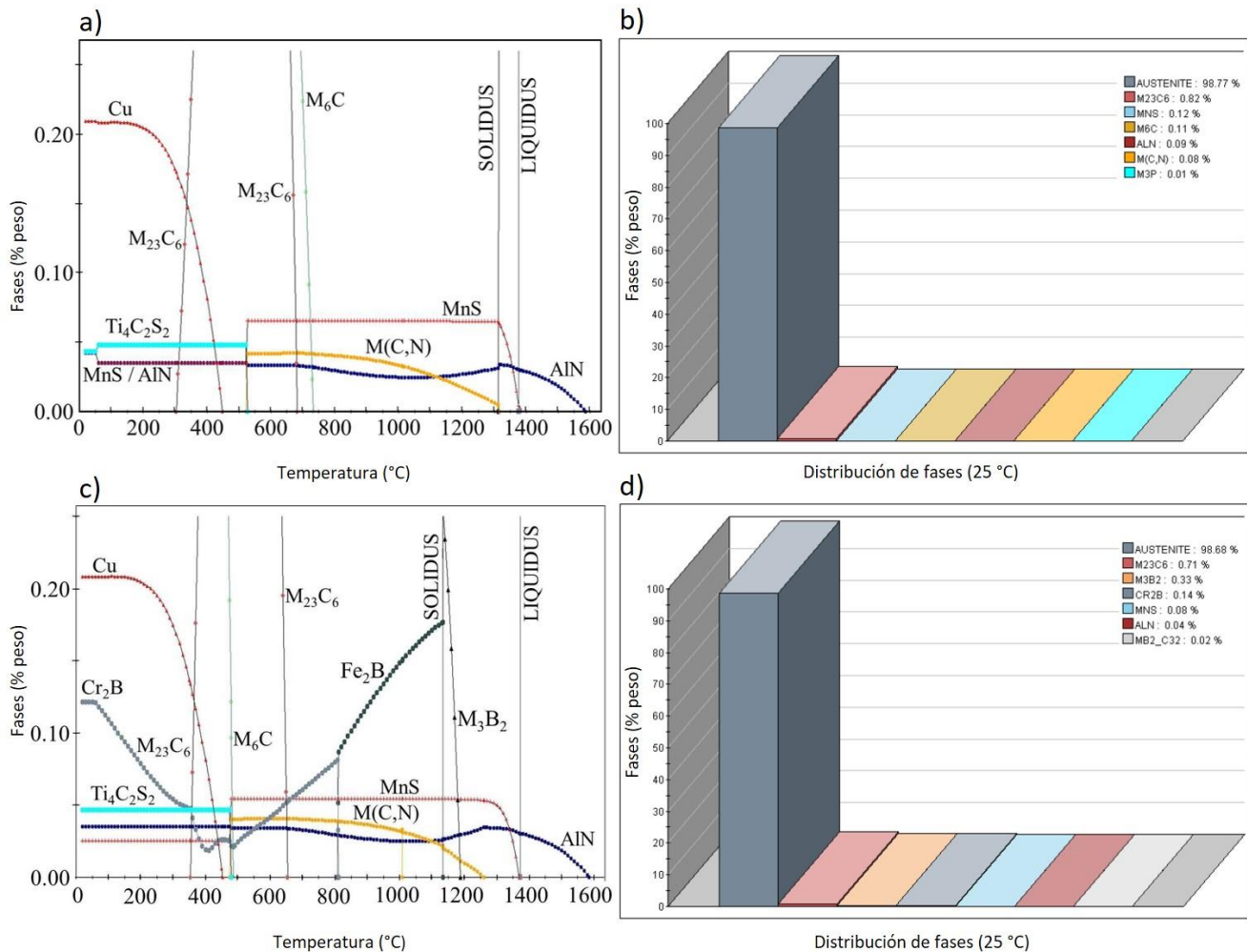


Figura 4.1. Estimación de fases en los aceros TWIP mediante JMatPro: a,b) T0 y c,d) T2.



La microadición de B propicia la variación tanto en el tipo como fracción de las segundas fases en el acero TWIP, ya que existe la formación de carburos y carbonitruros y boruros de este elemento. Otro de los aspectos importantes a considerar es el agotamiento del nitrógeno en la precipitación de compuestos tales como los AlN y BN, donde estos últimos se consideran muy perjudiciales debido a que tienden a actuar como concentrador de esfuerzos facilitando la iniciación de grietas en los límites de grano [14]. En el caso de T2, teóricamente se reduce 33% en peso la presencia de MnS en el acero. También la cantidad de AlN se ve reducida en un 56% en peso, compuesto que precipita desde el baño líquido y su concentración se mantiene prácticamente constante hasta temperatura ambiente. Así mismo, la composición química experimental se presenta en la Tabla 4.1. Comparando la composición experimental con la teórica (ver Tabla 3.1), se puede apreciar una ligera disminución de la cantidad de B efectivo en los aceros T1 y T2 (10% menos para T1 y 6% menos para T2). Este decremento en la concentración puede deberse a muchos factores en varios puntos de la fabricación de los aceros, aun así, la diferencia entre la concentración teórica y experimental conservó la proporción de B 2.5:1 entre T1 y T2.

Tabla 4.1. Composición química experimental de los aceros TWIP.

Elemento	T0	T1	T2
C	0.0963	0.089	0.090
Si	2.950	1.920	1.920
Mn	>24.00	>24.00	>24.00
P	0.0285	0.028	0.0284
S	0.1240	0.116	0.1150
Cr	2.540	1.730	1.700
Mo	0.3990	0.297	0.2850
Ni	0.7160	0.856	0.845
Al	>0.480	>0.480	>0.480
Cu	0.2130	0.195	0.200
Nb	0.0210	0.019	0.0187
Ti	0.0660	0.033	0.0321
V	0.0300	0.027	0.0265
B	0.0	0.018	0.047
Fe	Bal.	Bal.	Bal.

4.2 Difracción de rayos-X (DRX).

Los patrones de difracción de los tres aceros TWIP mostraron picos característicos de la fase austenita (γ), pero a la vez una ligera tendencia a la formación de la fase ferrita (α) y martensita ϵ (ϵ). La aparición de estas fases se debe al fenómeno de segregación durante la solidificación y enfriamiento de los aceros, y está altamente relacionada con la composición química. Como se puede en los ángulos de difracción obtenidos (ver Figura 4.2), a medida que el contenido de Boro aumenta, la intensidad de la fase α en T0 y T1 permanece constante, sin embargo, el patrón de ϵ aumenta conforme el contenido de Boro también, llegando a su pico más alto en T2, y desapareciendo el patrón de difracción α .

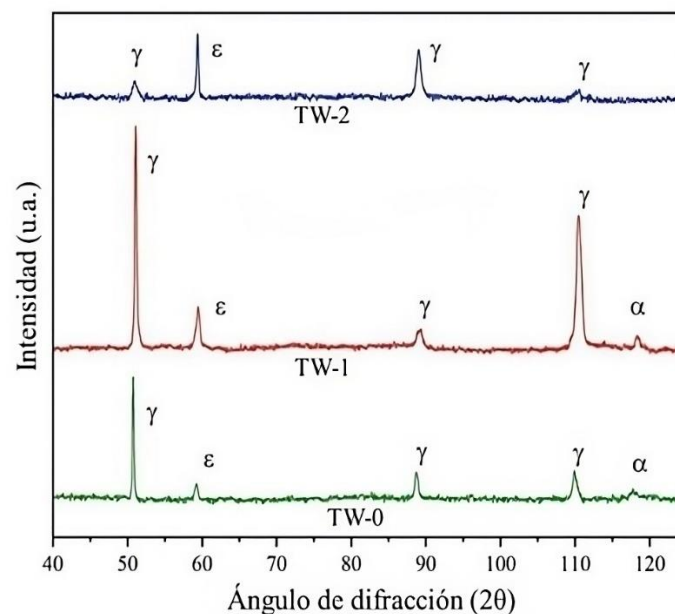


Figura 4.2. Patrones de difracción de rayos-X de los aceros TWIP.

4.2 Análisis microestructural por microscopía óptica.

a) Laminación en caliente.

Como se mencionó anteriormente, se realizaron ensayos metalográficos al término de cada proceso, la primera condición fue el estado de laminación en caliente. En este punto, se pudieron observar zonas con los característicos granos alargados y estructura deformada en dirección del proceso de laminación. Aunque esta deformación no ocurrió de manera homogénea, ya que como se puede ver en la Figura 4.3, existe una heterogeneidad en la cantidad de deformación que presentan los granos. Este comportamiento puede ser provocado en parte por la presencia de partículas de segunda fase que impiden un deslizamiento homogéneo del material [15]. Ligeramente, también fueron observables algunos granos que concentran bandas de deformación en T2, ya que como se ha demostrado en trabajos de otros autores, el aumento de la temperatura de trabajo propicia el aumento de la energía de falla de

apilamiento, lo que conlleva a tener otro mecanismo de deformación predominante (deslizamiento de dislocaciones) [16].

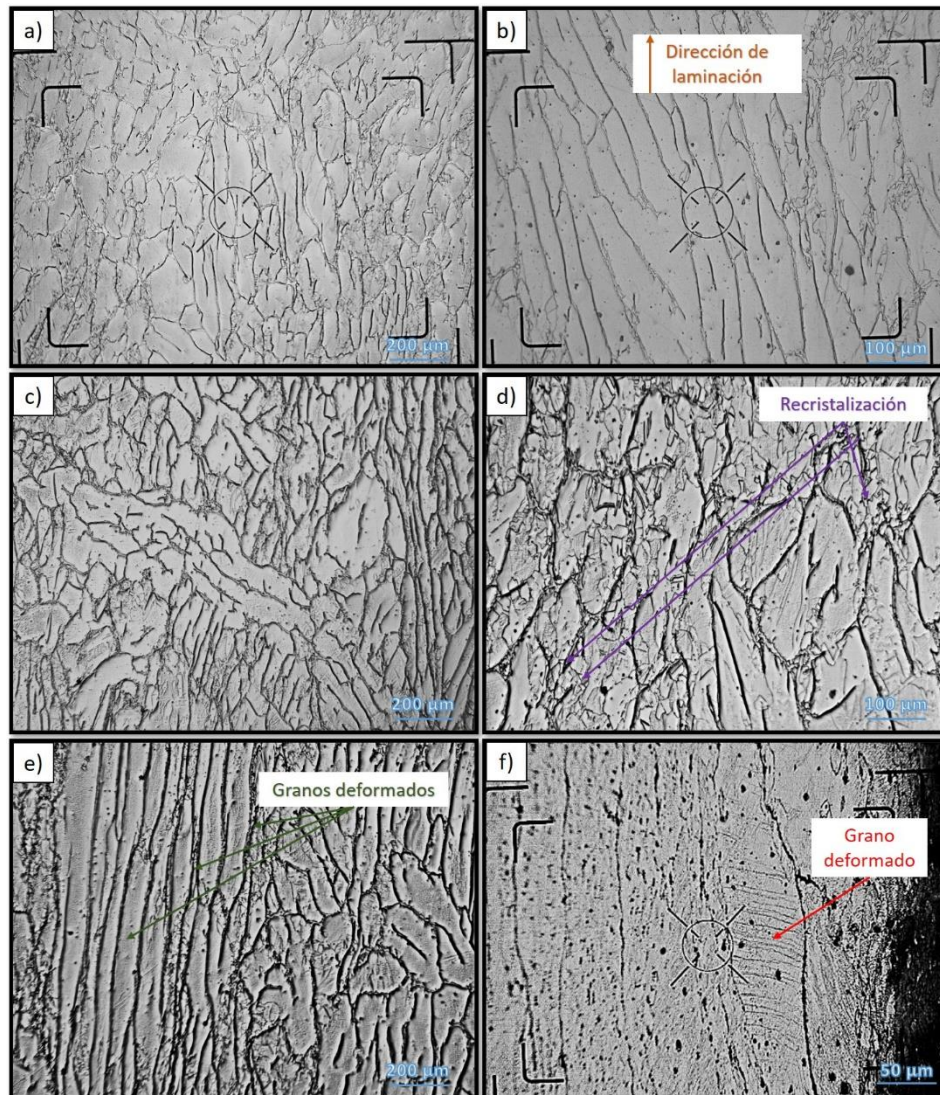


Figura 4.3. Micrografías en la condición de laminado en caliente: a) T0 a 10X, b) T0 a 20X, c) T1 a 10X, d) T1 a 20X, e) T2 a 10X y f) T2 a 50X.

También es importante resaltar que el proceso de deformación plástica no puede beneficiarse exclusivamente de las maclas mecánicas, que son responsables de la disminución de la ductilidad. Además, debido al aumento de la temperatura, la energía de falla de apilamiento se vuelve lo suficientemente alta como para restringir el maclado mecánico, por lo que el deslizamiento de la dislocación se convierte en el principal mecanismo de deformación. En términos generales, se sabe que el deslizamiento de dislocaciones le confiere a este acero, con sistema de



cristalización FCC, gran ductilidad. En consecuencia, el deslizamiento de dislocaciones, que es el mecanismo principal de deformación plástica, no se produce sobre un solo plano, sino sobre pequeñas regiones de planos paralelos llamados “bandas de deslizamiento” o simplemente “líneas de deslizamiento”, que se forman dependiendo de sus espesores dentro de cada cristal. Como el deslizamiento es causado por esfuerzos cortantes y el límite elástico se expresa en términos de un esfuerzo cortante crítico resuelto que está determinado sobre el plano y la dirección de deslizamiento, ocasionará el movimiento de un número suficientemente grande de dislocaciones en tal forma que se pueda observar en correspondencia una deformación plástica microscópica que son las “bandas de deformación” a ojo del observador. Puntualmente, estas líneas o bandas de deformación pueden ser observadas microscópicamente debido a que finitas porciones de planos dentro de un limitado número de posiciones consecutivas presentan pequeñas porciones de clivaje inclinado o trepado de superficies y, cuando son observadas al microscopio óptico, bajo luz normalmente incidente, esas superficies aparecen oscuras o negras porque el haz de luz incidente no es reflejado por la lente objetivo hacia el ocular del microscopio. Consecuentemente, éstas se muestran como líneas oscuras o como bandas estrechas. Entonces se dice que el deslizamiento ha ocurrido a lo largo de los planos cristalográficos.

Algo que se pudo notar fue la recuperación del material (recristalización dinámica) debido a la temperatura del proceso (1050 °C) y a una velocidad relativamente lenta de deformación, aunque los sitios preferentes de nucleación y crecimiento de los nuevos granos por lo general se dan en el límite de grano, las micrografías revelan que también ocurrió nucleación y crecimiento al interior de los granos deformados [17]. Yuan and Chen [18] han demostrado que, en aceros TWIP con bajo contenido de Cr y N, el comportamiento de deformación en caliente es más sensible a la velocidad de deformación. La recristalización dinámica ocurre durante la deformación en caliente cuando la tasa de deformación es inferior a 0.1 s^{-1} , mientras que la recuperación dinámica tiene lugar a una tasa de deformación superior a 1 s^{-1} .

b) Laminación en frío.

En este punto del proceso, obviamente la deformación plástica presente en la microestructura aumentó respecto de la condición de laminado en caliente, encontrando granos más alargados y de mayor longitud. Es muy evidente la existencia de maclas mecánicas en todas las condiciones, pero observándose más claramente que la población de maclas mecánicas aumenta en los aceros microaleados con B (T1 y T2) (ver Figura 4.4). Así, en T0 se generó una alta densidad de maclas de deformación y, en algunos granos, se pueden observar el comportamiento del tipo cruzado entre maclas.

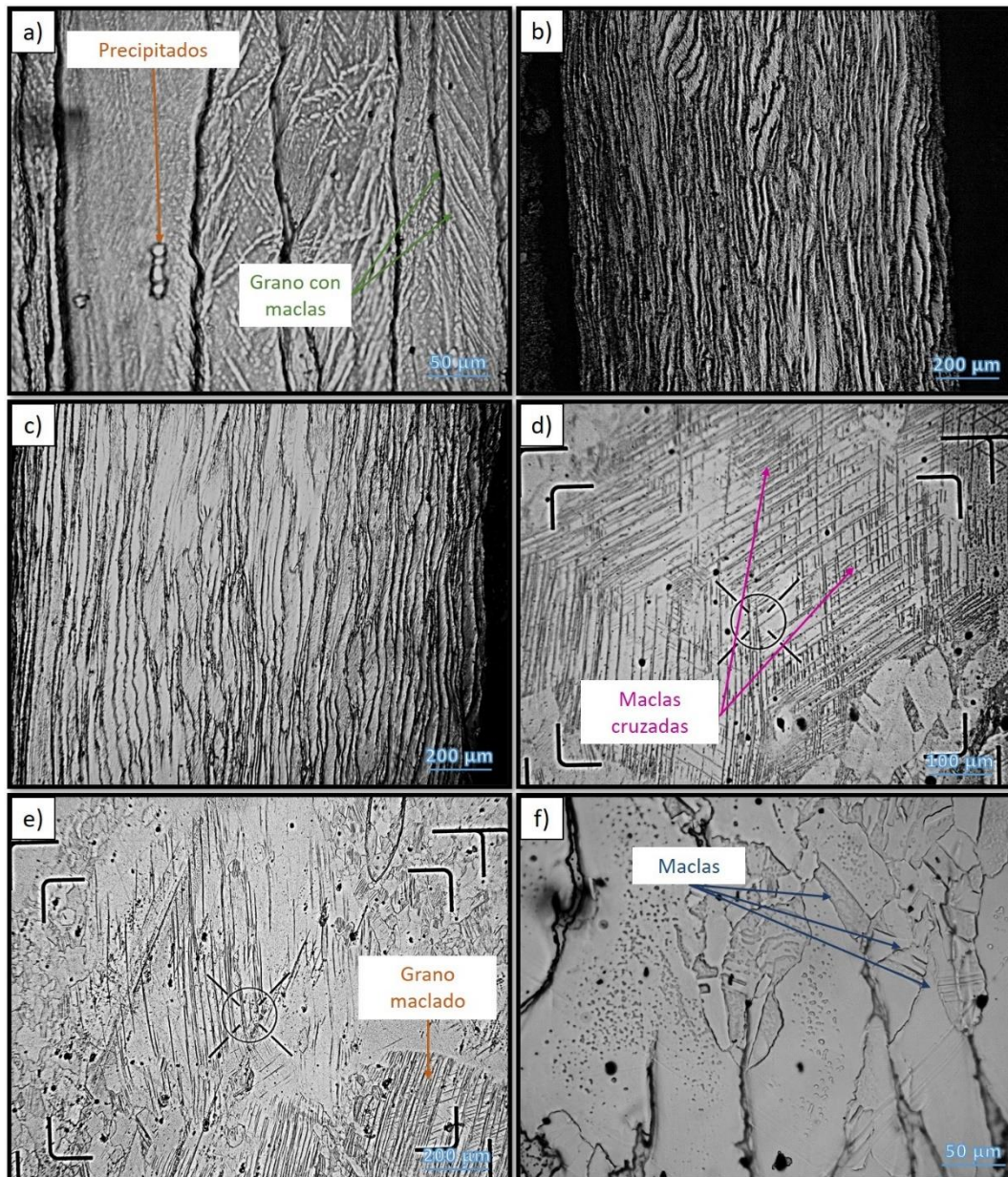


Figura 4.4. Micrografías en la condición de laminado en frío: a) T2 a 50X, b) T2 vista longitudinal a 10X, c) T1 vista a longitudinal 10X, d) T0 a 20X, e) T0 a 10X y f) T2 a 50X.

Resultados similares han sido reportados por Li y col. [19] cuando aplicaron condiciones de deformación bajo tensión y compresión quasi-estática en un acero TWIP del sistema Fe-Mn-C, observando la formación de una gran cantidad de maclas mecánicas con morfologías lenticulares y líneas de deslizamiento dentro de los granos austeníticos deformados plásticamente, para ambos casos de tensión y compresión, respectivamente [20].

c) Tratamientos térmicos.

En esta condición final de acondicionamiento, los aceros TWIP mostraron una microestructura mixta conteniendo granos de austenita con deformación y sin deformación, tal y como puede observarse en las Figuras 4.5 a 4.7. En el caso de los granos que presentan deformación, éstos se caracterizan por presentar maclas mecánicas y, en el caso de los granos libres de deformación, estos se asocian al efecto del tratamiento térmico de recocido secundario que ha generado granos recristalizados. De esta manera, fue posible visualizar granos con claros indicios del procesamiento termo-mecánico y mecánico, particularmente en T0 (ver Figura 4.5), este acero que mostró una gran cantidad de granos con bandas de deformación generadas por el esfuerzo cortante que producen las dislocaciones al moverse y propagarse hasta el límite de grano.

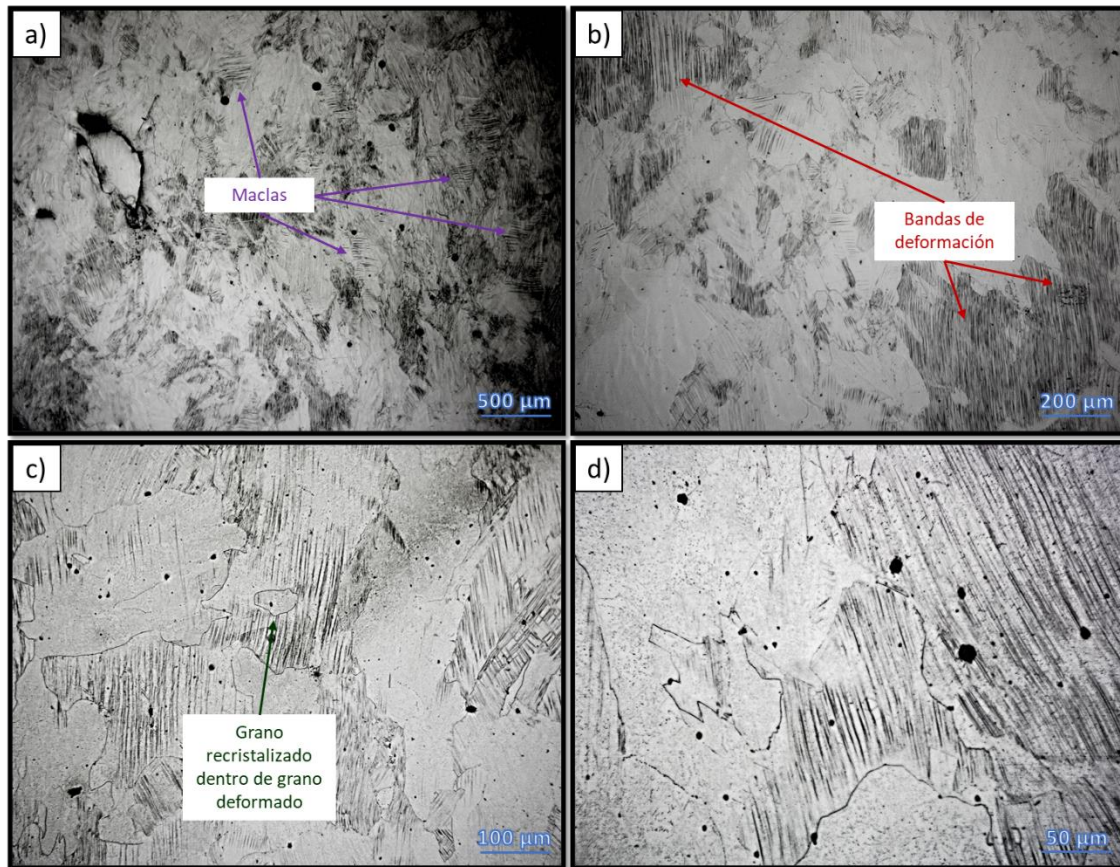


Figura 4.5. Micrografías finales para T0: a) 5X, b) 10X, c) 20X y d) 50X.

En el caso de T1 y T2, se sugiere que la microestructura presenta bandas de deslizamiento provocadas por el movimiento de dislocaciones que fueron encapsuladas por maclas mecánicas que actuaron como obstáculo para su propagación en todo el grano [12]. Este fenómeno es fácilmente visible, ya que los granos presentan bandas anchas de tonalidad oscura que contienen ambos sistemas de deformación (dislocaciones y maclas) y zonas de

tonalidad clara en la cual no existe deformación, (ver Figuras 4.6 y 4.7), este patrón es más fácil de ver en el acero T2. En T2, se pudo observar que la cantidad de granos cubiertos en su totalidad por bandas de deformación fue ligeramente menor respecto de T1 y considerable respecto de T0, en su lugar, es perceptible que la cantidad de granos con maclas aumentó.

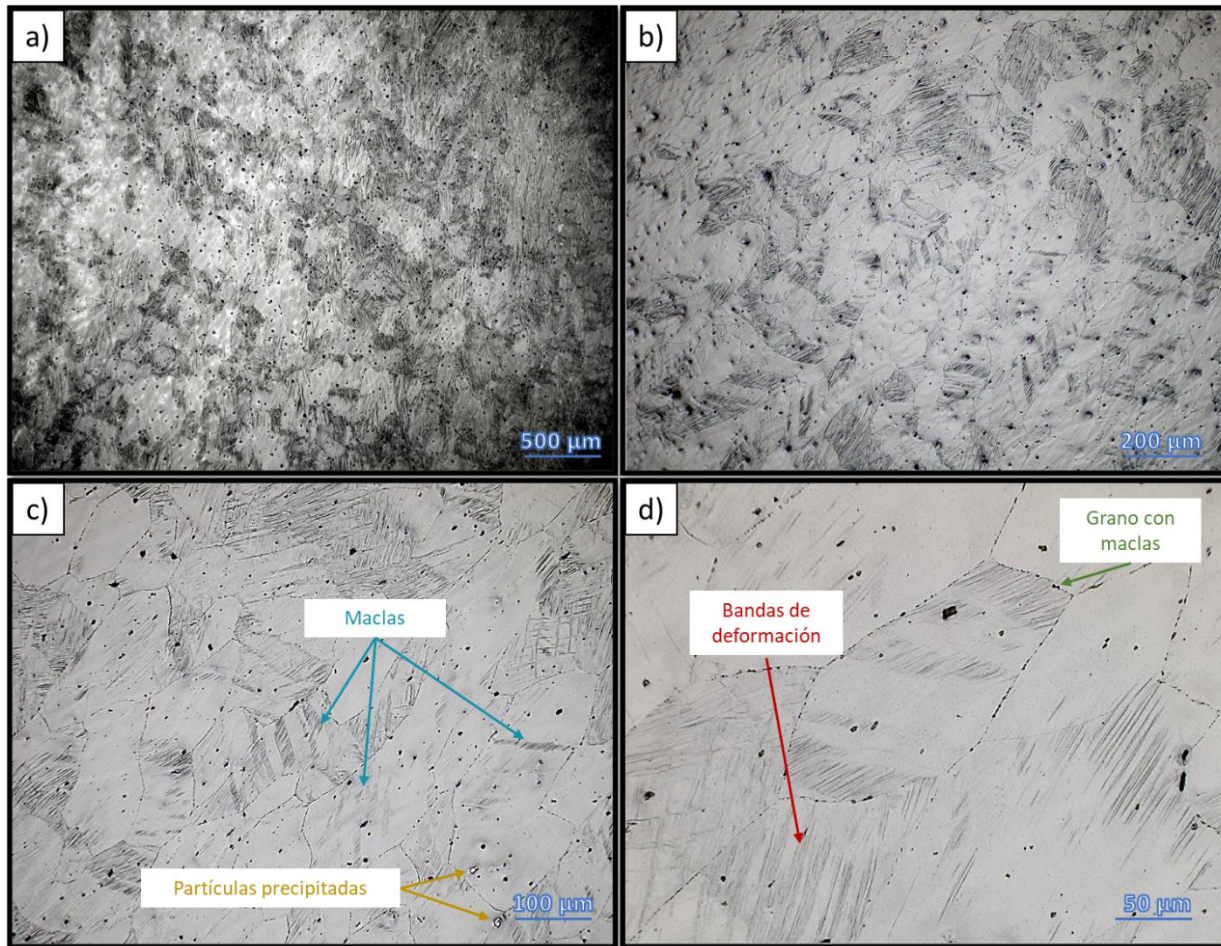


Figura 4.6. Micrografías finales para T1: a) 5X, b) 10X, c) 20X y d) 50X.

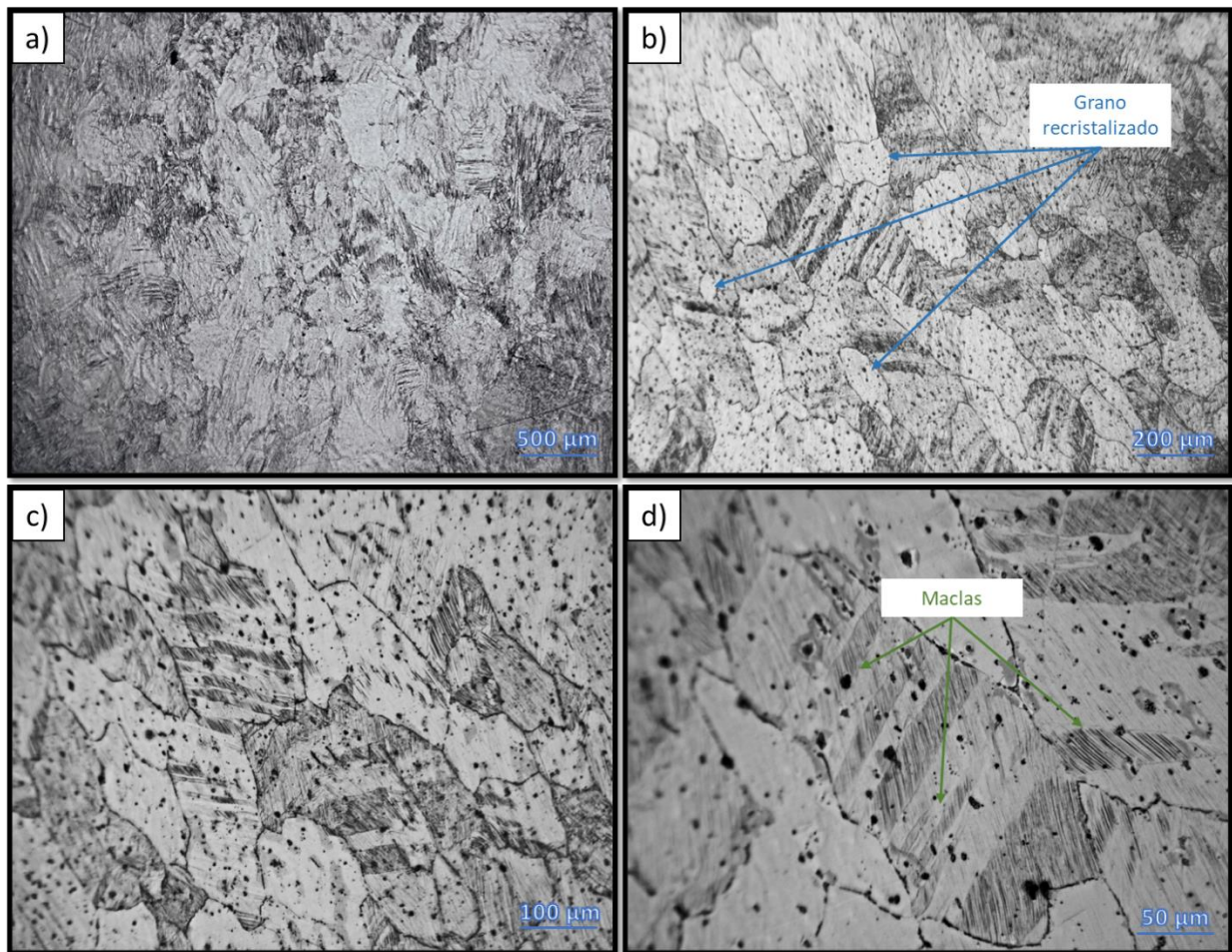


Figura 4.7. Micrografías finales para T2: a) 5X, b) 10X, c) 20X y d) 50X.

Típicamente, el tamaño de grano logra refinarse en los aceros TWIP al aplicar deformación plástica en caliente, tratamiento térmico de recocido a altas temperaturas, deformación en frío y otro tratamiento térmico de recocido. Así, se pueden obtener un tamaño de grano submicrométrico (≈ 450 nm), generalmente logrado por un proceso de recristalización [21]. El término de recocido secundario recae en un procesamiento térmico al que se puede someter un acero TWIP con la finalidad de homogenizar el tamaño de grano y mejorar su comportamiento mecánico (YS y UTS).

En consecuencia, el tratamiento de recocido secundario tiene dos objetivos: 1) inducir el refinamiento del grano mediante la liberación de la energía remanente almacenada durante el proceso de laminación en caliente y 2) proporcionar la activación térmica necesaria para inducir la interacción entre los límites de alto ángulo de maclas de recocido (límites coherentes) y los límites de grano más grueso, seguido del proceso de subdivisión de grano. Del mismo modo, el tratamiento de recocido secundario establece una ruta de procesamiento rentable (laminación



en caliente, tratamiento térmico de solución y recocido secundario) que puede generar aceros TWIP con propiedades mecánicas comparables con las de otros aceros trabajados en frío [9].

4.3 Caracterización por MEB-EDS.

Las micrografías obtenidas por esta técnica y mostradas en la Figura 4.8, ayudaron a tener una caracterización más completa de los aceros, destacando por este método la identificación de múltiples partículas finas en los límites de grano, comportamiento muy marcado en T1 y T2.

En la identificación de partículas precipitadas fue posible caracterizar diversos compuestos, por citar algunos, el nitruro de aluminio (AlN), el cual fue identificado en el acero T0 con el marcador número 31 (ver Figura 4.9a); y, también se identificaron partículas precipitadas a su alrededor ricas en Mn, S y Si. Además de encontrar partículas nocivas como el AlN, también fue posible identificar partículas que mejoran las propiedades del acero, como por ejemplo compuestos de Ti, los cuales principalmente sirven como refinadores de grano, tales como el TiN [15]. En la Figura 4.9c se identifica con el marcador número 23 una partícula rica en Ti encontrada en el acero T1. En la mayoría de los casos, las partículas precipitadas presentaron una composición base de hierro, manganeso y carbono, variando ligeramente la proporción de dichos elementos.

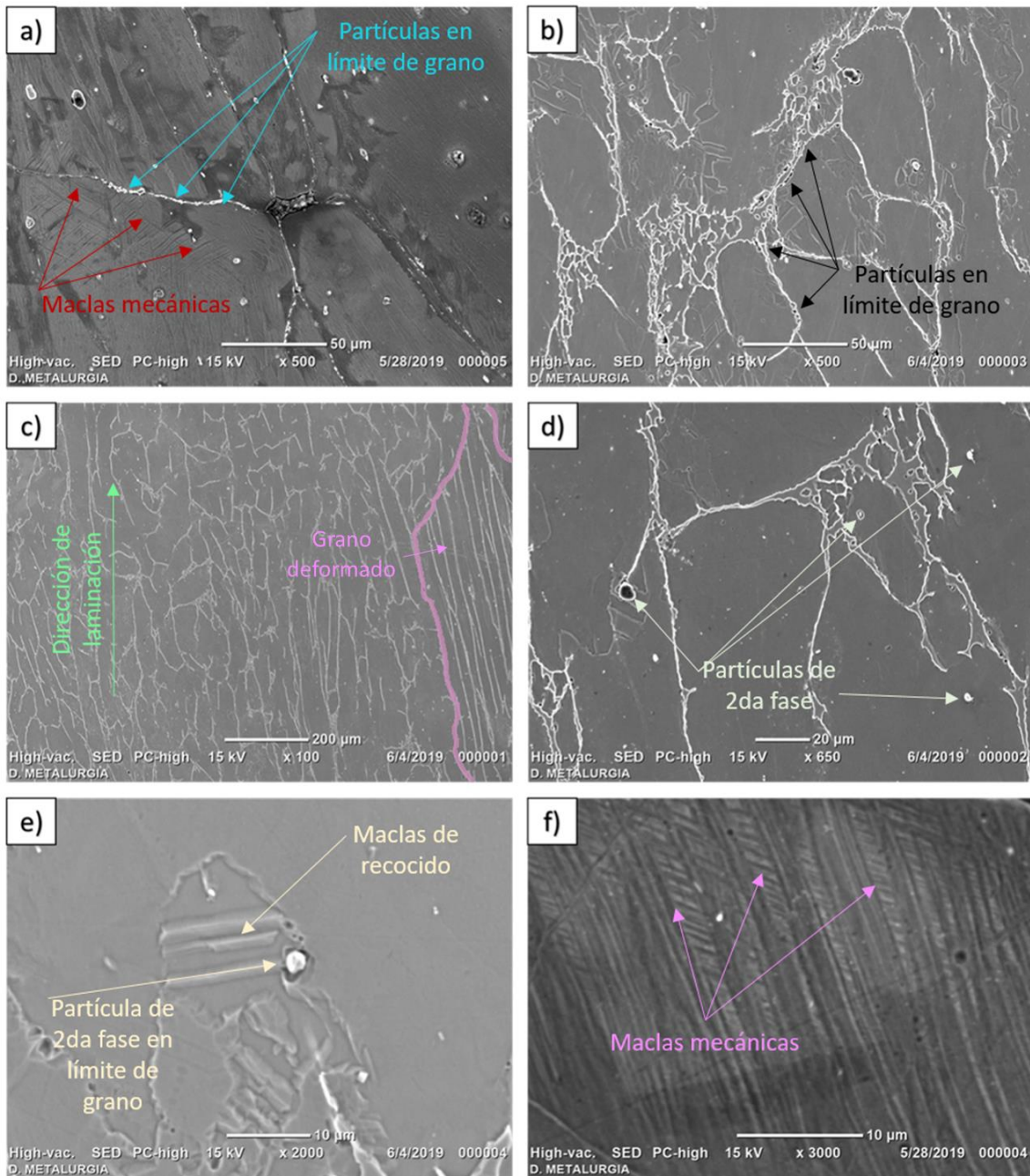


Figura 4.8. Resultados del análisis de MEB: a) T2 condición de laminación en caliente, b) T1 condición de laminación en caliente, c) T0 condición de laminación en caliente, d) T1 condición de laminación en caliente, e) Maclas de recocido en T2 condición de secuencia completa y f) Maclas mecánicas en T1 condición de laminado en frío.

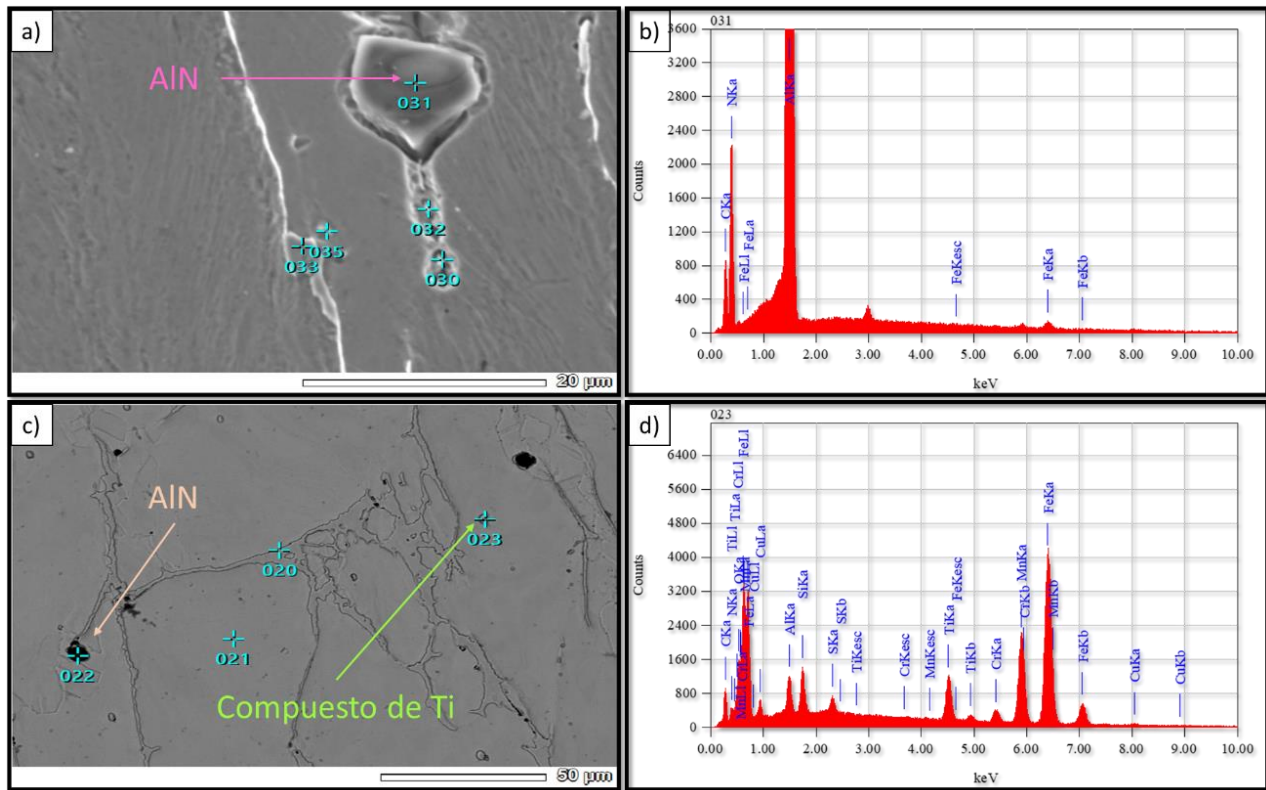


Figura 4.9. Análisis puntuales por MED-EDS. a) Partícula de nitruro de aluminio, b) Espectro de partícula de nitruro de aluminio, c) Partícula con alto contenido de titanio y d) Espectro de partícula de titanio.

4.4 Resultados del análisis dimensional.

De acuerdo a las mediciones realizadas antes y después de los procesos termo-mecánicos y mecánicos de laminación, se puede notar que la probeta con 470 ppm de B (T2) mostró una mejor respuesta al procesamiento, ya que al final de cada etapa fue el acero que presentó un mayor alargamiento. El análisis dimensional de la secuencia termo-mecánica y mecánica se muestra en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Evolución dimensional de las probetas en el tratamiento termo-mecánico y mecánico.

ACERO TWIP	Laminación en caliente				Laminación en frío			
	Largo inicial en cm	Largo final en cm	Incremento en cm (L _f -L _i)	% Alargamiento	Largo inicial en cm	Largo final en cm	Incremento en cm (L _f -L _i)	% Alargamiento
T0	6.82	11.63	4.81	70.52	10.18	17.02	6.84	67.19
T1	6.86	13.41	6.55	95.48	11.04	18.24	7.2	65.21
T2	6.93	16.76	9.83	141.84	10.21	19.76	9.55	93.53



4.5 Ensayo de microdureza Vickers.

Los valores de dureza registrados y mostrados en la Tabla 4.3 muestran una tendencia a aumentar en los aceros con B, y en mayor grado en T2. Una de las causas de este comportamiento es la afinidad del B para actuar como refinador del tamaño de grano, lo que aumenta la densidad de límites de grano (sitios de alta energía), además de incrementar la cantidad de carburos y otros precipitados finos en la matriz austenítica. Las variaciones en los valores obtenidos para cada condición se debieron a la diversidad microestructural de los aceros, ya que como lo mostraron las micrografías de condición final (ver Figuras 4.4-4.6), la microestructura estaba compuesta de granos recristalizados sin deformación, granos parcialmente recuperados y granos con una alta densidad de bandas de deformación y maclas, lo que conllevó a una gran variabilidad en la dureza al trazar la cadena de indentaciones. A continuación, se muestran los resultados de las microindentaciones realizadas para las diferentes condiciones de acero TWIP (T0, T1 y T2), así como su promedio de dureza.

Tabla 4.3. Resultados de microdureza para aceros TWIP.

Número de microindentación, valores expresados en HV ₁ .											
TWIP	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Prom.
T0	245.2	249.1	275.1	263.2	244	263.3	271.8	274	305	237.1	262.7
T1	279.8	291.3	260.9	286.9	328	284.8	318.8	265.7	273	318.5	290.7
T2	338.6	302.8	345.2	315.7	290	298.5	305.4	319.1	292.9	333.7	314.1

Partiendo de los resultados de microdureza, se elaboraron los gráficos para tener una representación visual del comportamiento de los aceros (ver Figura 4.10), en ellas se puede sugerir el agrupamiento de los valores de dureza en tres zonas, la primera con los valores más bajos que representa la zona “blanda” constaría de granos de austenita totalmente recristalizados sin deformación. La segunda correspondería a granos parcialmente recuperados en los cuales todavía pueden observarse indicios de la deformación del material, y por último la tercera zona, la cual podría ser representada por granos con alta saturación de líneas de deformación y maclas. Otro factor a tomar en cuenta son las partículas de segunda fase como carburos y carbonitruros, los cuales son más duros que la matriz austenítica, por lo que, una indentación en una zona de alta densidad de estos compuestos presentará un valor alto de dureza. El valor de dureza más alto registrado fue obtenido en la indentación número 3 del acero T2 (ver Figura 4.11), lugar donde coexisten regiones de alta energía almacenada como maclas mecánicas, bandas de deformación y límites de grano. Las imágenes de las cadenas de microindentaciones permiten observar la variación microestructural de estos aceros y respaldar el rango de valores de durezas obtenidas (ver Figura 4.12).

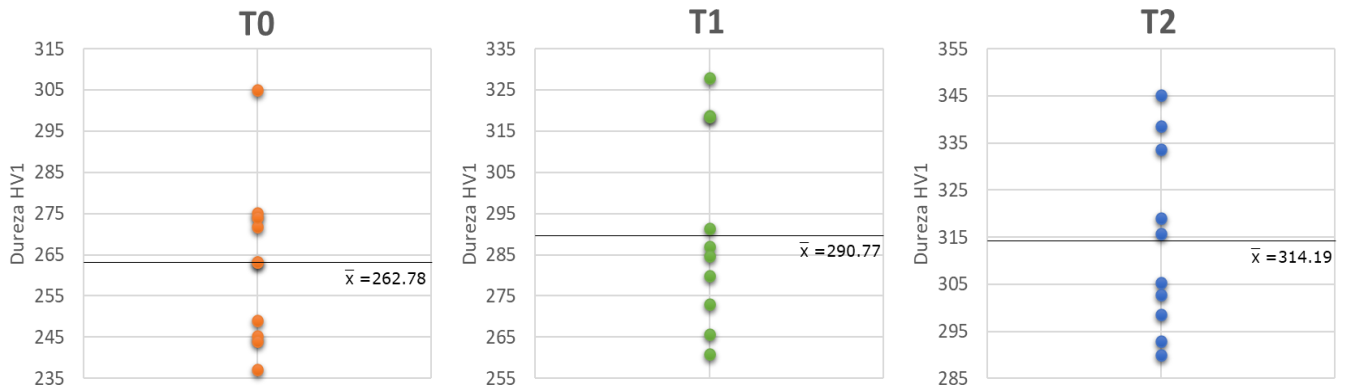


Figura 4.10. Comportamiento del perfil de microdureza Vickers para T0, T1 y T2.

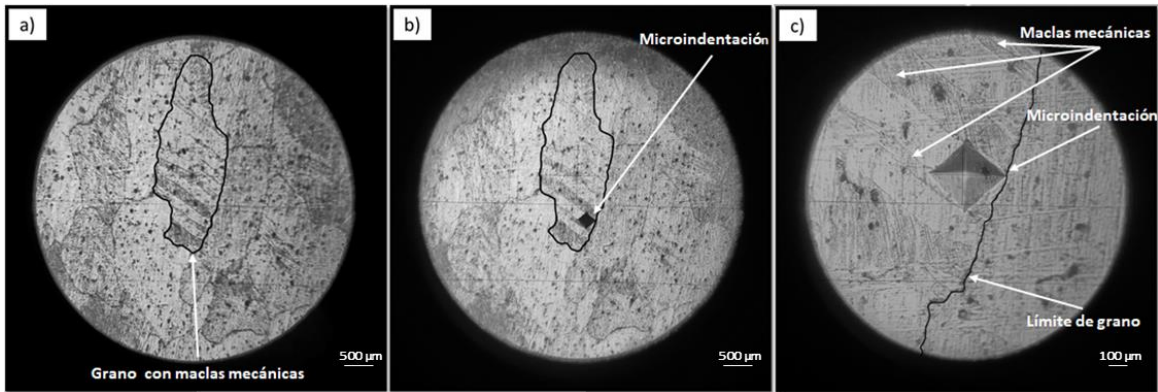


Figura 4.11. Microindentación no. 3 en T2: a) Grano elegido contorneado para realizar indentación (100X), b) Microindentación (100X) y c) Vista general del área (400X).

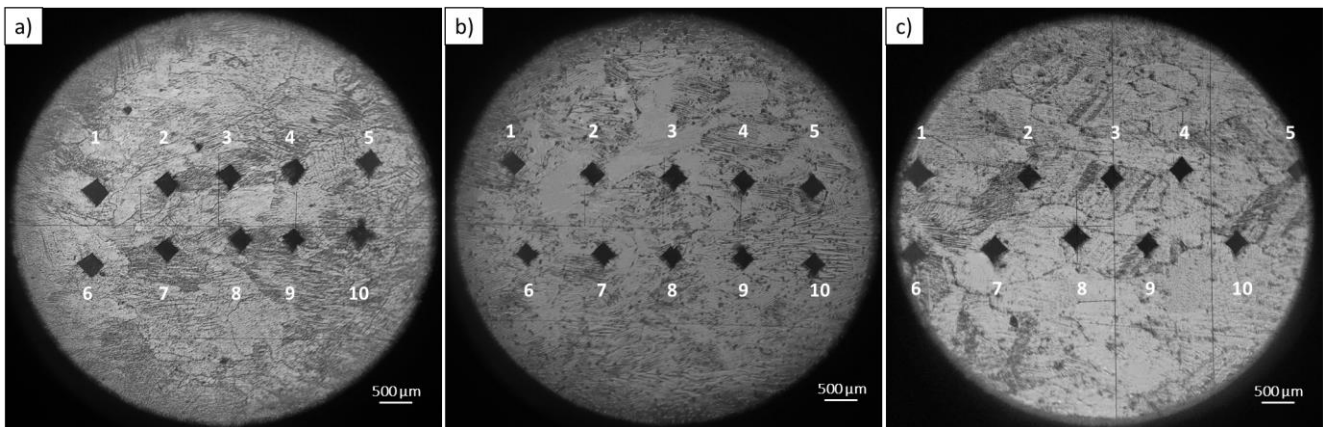


Figura 4.12. Sucesión de 10 indentaciones para cada condición a 100X: a) T0, b) T1, c) T2.

4.6 Medición y análisis de imágenes.

En las imágenes de identificación de granos austeníticos y su medición (ver Figura 4.13), se puede apreciar cualitativamente la influencia de no microalearse el acero TWIP con B en T0, ya que al no contar con este fuerte elemento refinador de grano, los granos obtenidos fueron los más grandes en comparativa con T1 y T2. Este comportamiento es respaldado por las mediciones de tamaño de grano de la Tabla 4.4. En el caso de T1 y T2, existe una disminución de los valores de área y diámetro de Feret con respecto a T0, siendo este comportamiento más marcado en el acero T2.

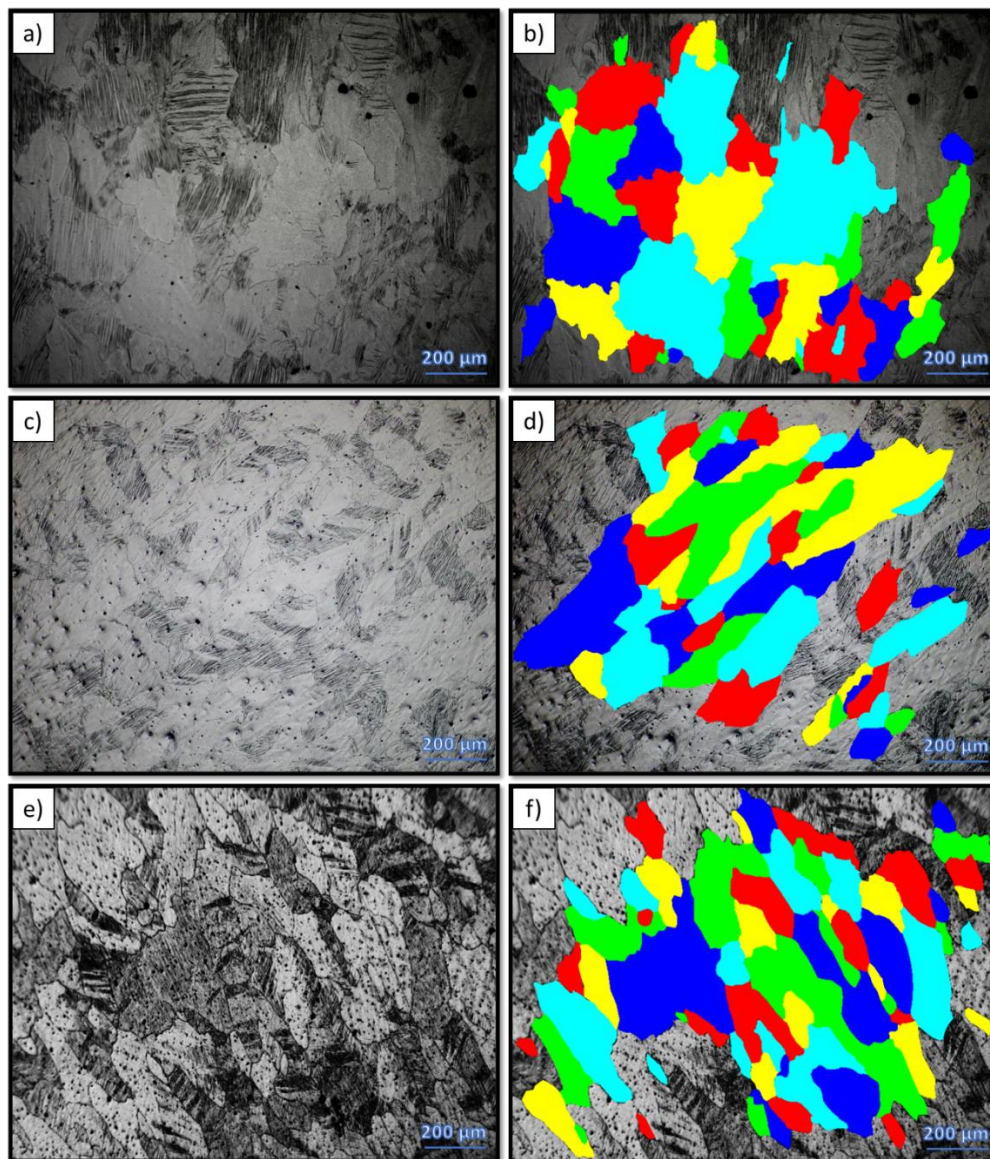


Figura 4.13. Medición de tamaño de grano para todas las condiciones a 10X: a,b) T0, c,d) T1 y e,f) T2.

La contabilización y medición de maclas (ver Figura 4.14) mostró el mismo comportamiento observado en el análisis óptico, en el cual, la principal característica del acero T0 fueron los grandes granos con alta densidad de bandas de deformación y una baja cantidad de maclas. En T1 la cantidad de maclas contabilizadas aumentó casi un 70% comparado con T0, mientras T2 incremento su cantidad de maclas hasta un 170%.

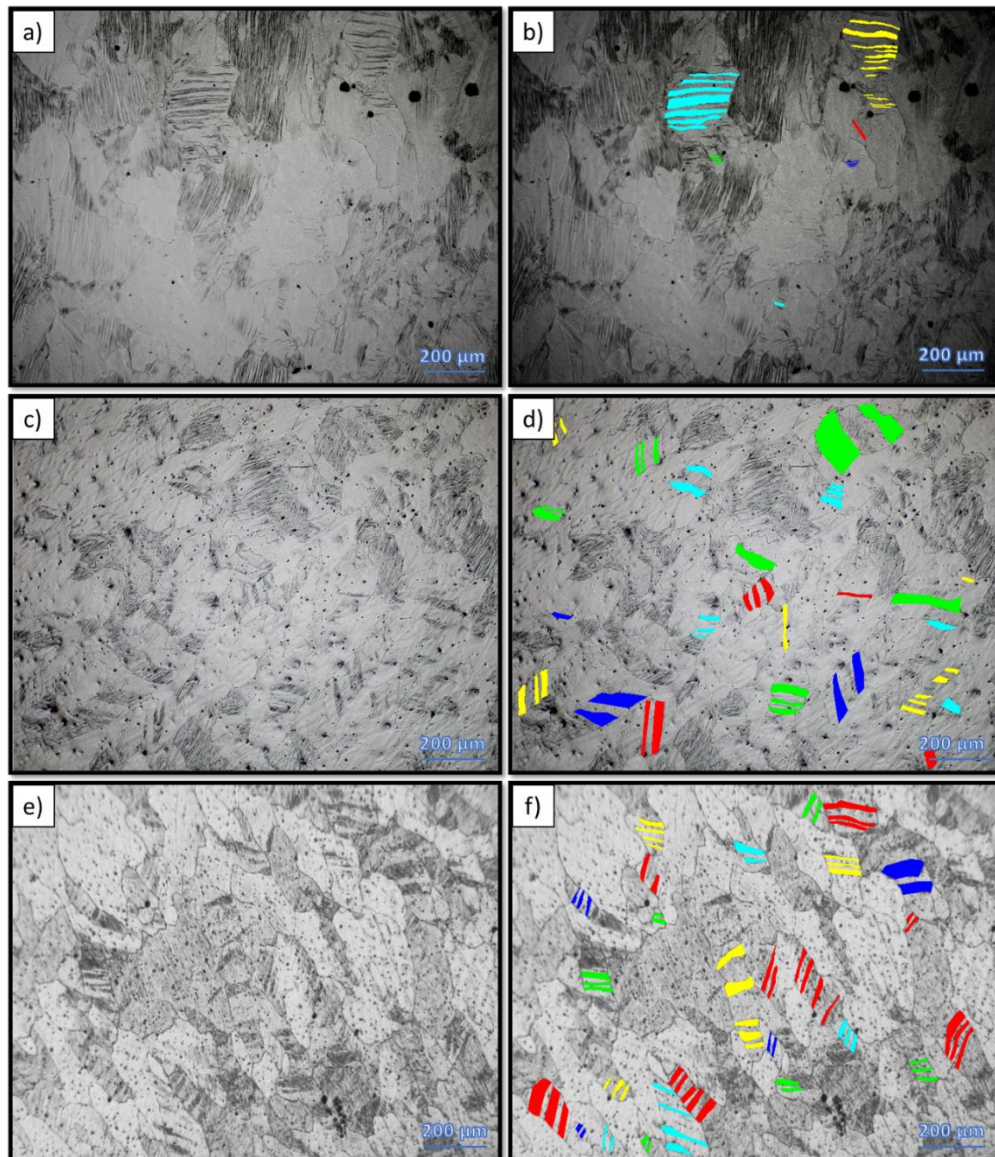


Figura 4.14. Identificación y medición de maclas para todas las condiciones a 10X: a,b) T0, c,d) T1 y e,f) T2.

Se empleó el Diámetro de Feret como parámetro de medición y comparación, ya que es muy usado en microscopía para el análisis del tamaño de partículas irregulares y su distribución. Se representa por la distancia entre dos líneas paralelas entre sí, las cuales son tangenciales al perímetro de la partícula.



El efecto refinador del B es visible en la Tabla 4.4, en la cual se representan los valores de área y diámetro de los granos, se puede ver que el B logra reducir casi un 45% el área de grano promedio en T2 comparado con T0, además de también reducir 24% el diámetro de los granos finales, lo que por consecuencia aumenta la cantidad de granos en imagen.

Tabla 4.4. Mediciones promedio del tamaño de grano austenítico.

TWIP	Área de grano (μm^2)	Diámetro Feret (μm)	Granos contabilizados
T0	26,865.38	158.00	35
T1	19,868.22	141.68	37
T2	14,795.47	119.33	67

Las dimensiones de las maclas (Tabla 4.5) muestran un comportamiento no lineal en el aumento de dimensiones de las maclas conforme aumenta el contenido del Boro, ya que T1 fue el acero que presentó maclas más grandes, sin embargo, esto es debido al efecto del refinamiento de grano, el cual propicia a tener granos más pequeños y por lo tanto el camino libre para el crecimiento de maclas se ve reducido en T2. Aun así, cantidad de maclas mecánicas aumenta casi 60% en T2 respecto de T1.

Tabla 4.5. Mediciones promedio del tamaño de maclas.

TWIP	Largo de Macla (μm)	Ancho de Macla (μm)	Área de Macla (μm^2)	Maclas contabilizadas
T0	97.22	9.55	928.45	27
T1	88.78	20.21	1,794.24	46
T2	78.98	13.84	1,093.08	73

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES



5. Conclusiones.

Con los resultados obtenidos se puede sugerir que el B tiene un aporte significativo como refinador de grano y formador de maclas mecánicas en el acero TWIP del sistema de aleación Fe-Mn-C-Al Si aleado con CrNiCuMoTi, donde se resaltan las siguientes conclusiones:

- 1) La ruta de procesamiento propuesta (laminación en caliente + temple en aceite + laminación en frío + tratamiento térmico de recocido secundario + temple en aceite + tratamiento térmico de relevado de esfuerzos) ha permitido homogenizar y refinar el tamaño de grano austenítico en el acero TWIP en función del incremento en la cantidad de B. Para el acero T0 se obtuvo un valor promedio de 158 μm , para el T1 uno de 141 μm y para T2 un valor de 119 μm .
- 2) En la misma condición de procesamiento, se observó que a medida que aumenta el contenido de B se forman tanto maclas mecánicas primarias conteniendo maclas mecánicas secundarias, las cuales obtenidas también se refinan con dicho incremento de B. Sobre todo, la cantidad de maclas mecánicas aumenta casi un 60% en T2 respecto de T1. Y en el caso de T0, predomina el maclado mecánico primario cruzado.
- 3) Las mediciones de microdureza Vickers han mostrado existe un incremento sustancial de dureza en el acero TWIP bajo el acondicionamiento microestructural propuesto, ya que T0 presentó una dureza de 262, T1 una dureza de 290 y T2 una dureza de 314 HV1.



Referencias bibliográficas.

- [1] Mejía, A.E. Salas, J. Calvo, J.M. Cabrera: “Effect of Ti and B microadditions on the hot ductility behavior of a High-Mn austenitic Fe–23Mn–1.5Al–1.3Si–0.5C TWIP Steel”, *Materials Science & Engineering, A* 648 (2015), 311–329.
- [2] E. Mazancova, K. Mazanec: “The stacking fault energy evaluation of the TWIP and TRIPLEX alloys,” *Kovove Materialy*, 47 (2009), 353–358.
- [3] F. Reyes, A.E. Salas, E. García, J. Calvo, J.M. Cabrera, I. Mejía: “Desarrollo de aceros TWIP microaleados”, Documento de conferencia, Congreso y Exposición de la Industria del Acero-CONAC Monterrey, Nuevo León, México, 2016.
- [4] O. Bouaziz, S. Allain, C. Scot: “Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels”, *Scripta Materialia*, 58 (2008), 484–487.
- [5] J.A. Jiménez, G. Frommeyer: “Analysis of the microstructure evolution during tensile testing at room temperature of high-manganese austenitic Steel”, *Materials Characterization*, 61 (2010), 221-226.
- [6] J.C. Solís, C. Sheinbaum: “Consumo de energía y emisiones de CO₂ del autotransporte en México y escenarios de mitigación”, *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 32 (2016), 7-8.
- [7] E. Mazancova, K. Mazanec: “The stacking fault energy evaluation of the TWIP and TRIPLEX alloys,” *Kovove Materialy*, vol. 47 no. 6 (2009), 353–358.
- [8] F. de las Cuevas, C. Aguilar, J.G. Sevillano: “A further study of the kinetics of recrystallization and grain growth of cold rolled TWIP Steel”, *Revista de Metalurgia* 54 (2018), e131.
- [9] V. García, F. Ruíz, F. Reyes, P. Garnica, M.L. Mondragón: “Improvement of Mechanical Strength of a Hot-Worked Twinning-Induced Plasticity Steel through an Optimum Secondary Annealing Treatment”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30 (2021), 3468-3483.



- [10] B. Mintz, S. Kang, A. Qaban: “The influence of grain size and precipitation and a boron addition on the hot ductility of a high Al, V containing TWIP Steels”, *Materials Science and Technology*, 37 (2021), 1035-1046.
- [11] P. Wang, J. Ren, Q. Chen, J. Chen, Z. Liu: “Effect of secondary twins on strain hardening behavior of a high manganese austenitic steel at 77 K by quasi in situ EBSD”, *Materials Characterization*, 180 (2021) 111428.
- [12] N.K. Tewary, S.K. Ghosh, S. Chatterjee: “Deformation behaviour of low carbon high Mn twinning-induced plasticity steel”, *Journal of Mechanical Engineering Science*, 223 (2017) 1-9.
- [13] 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.
- [14] I. Mejía, A.E. Salas-Reyes, J. Calvo, J.M. Cabrera: “Effect of Ti and B microadditions on the hot ductility behavior of a high-Mn austenitic Fe-23Mn-1.5Al-1.3Si-0.5C TWIP steel”, *Materials Science and Engineering A*, 648 (2015) 311-329.
- [15] C. P. Scott, S. Allain, M. Faral, N. Guelton: “The Development of a New Fe-Mn-C Austenitic Steel for Automotive Applications”, *Revue de Métallurgie*, 103 (2006), 293-302.
- [16] V. Shterner, I.B. Timokhina, H. Beladi: “On the work hardening behaviour of a high manganese TWIP steel at different deformation temperatures”, *Materials Science and Engineering A*, 669 (2016) 437-446.
- [17] C.E. Canales: “Análisis microestructural de una superaleación Haynes 242 bajo diferentes procesos termo-mecánicos”, Tesis de maestría, Universidad Autónoma de Nuevo León, 2013.
- [18] X. Yuan, L. Cheng: “Hot deformation at elevated temperature and recrystallization behavior of a high manganese austenitic TWIP steel”, *Acta Metallurgica Sinica*, 51 (2015) 651-658.
- [19] Y. Li, L. Zhu, Y. Liu, Y. Wei, Y. Wu, D. Tang, Z. Mi: “On the strain hardening and texture evolution in high manganese steels: Experiments and numerical investigation”, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61 (2013) 2588-2604.



- [20] M.A. Meyers, O. Vöhringer, V.A. Lubarda: “The onset of twinning in metals: A constitutive description”, *Acta Materialia*, 49 (2001) 4025-4039.
- [21] G. Dini, A. Najafizadeh, R. Ueji, and S.M. Monir-Vaghefi, Improved Tensile Properties of Partially Recrystallized Submicron Grained TWIP Steel, *Materials Letters*, 64(2010) 15-18.
- [22] G. Asdrúbal: “El Acero Hadfield Revisitado”, *Revista Colombiana de Materiales*, 3 (2012), 1-24.
- [23] L.J. Cuddy, J.S. Lally, L.F. Porter: “Technology and Applications”, Metals Park, Ohio, ASM, 1983.
- [24] R.M. Pineda: “Conformabilidad en caliente de aceros TWIP”, Tesis de licenciatura, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona, 2009.