



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS PROFESIONALES  
ARAGÓN

“ DESARROLLO DE ACEROS LIBRES DE ELEMENTOS INTERSTICIALES PARA  
SU APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA AUTOMOTRIZ ”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO MECÁNICO ELECTRICISTA

PRESENTA:

JOSÉ LUIS CORONA PATIÑO

ASESOR: Dr. JULIO ALBERTO JUÁREZ ISLAS

MÉXICO, D.F. 2002.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



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.

Dedico ésta tesis a mis padres, ya que con su incansable apoyo han hecho posible la conclusión de ésta etapa de mi vida y formación profesional; porque siempre han sido y serán parte importante de mi vida.  
Con cariño y sinceridad.

*- AGRADEZCO:*

A la Universidad Nacional Autónoma de México

Al Instituto de Investigaciones en Materiales UNAM

A la Escuela Nacional de Estudios Profesionales Aragón

Dr. Julio Alberto Juárez Islas

M. en C. Arturo Molina Ocampo

M. en C. Socorro Valdez Rodríguez

Ing. Maciel Cerda Alfredo

Sr. Antonio Eduardo Caballero R.

A los técnicos del IIM-UNAM

A mi hermana

A mis tíos y primos

Y a mis amigos David Hernández, Carlos Vega, Abraham Galindo y Carlos Tintor.

~ Finalmente agradezco al Programa de Becas para Tesis de Licenciatura de Investigación (PROBETEL) por otorgarme una beca, así como la otorgada por el IIM-UNAM.

## ~ ÍNDICE ~

Capítulo 1: Introducción	.... 1
Capítulo 2: Revisión de literatura	
2.1: Antecedentes	.... 4
2.2: Aceros libres de elementos intersticiales	.... 6
2.3: Clasificación de los aceros libres de elementos intersticiales	.... 7
2.4: Composición química de los aceros libres de elementos intersticiales	.... 9
Capítulo 3: Fabricación del acero	.... 16
3.1: Fundición	.... 17
3.2: Remoción del carbono	.... 18
3.3: Control en el contenido de nitrógeno	.... 20
3.4: Desgasado al vacío	.... 22
Capítulo 4: Laminación	.... 28
4.1: Antecedentes de la laminación	.... 29
4.2: Descripción de los mecanismos que operan en el proceso termomecánico controlado	.... 31
4.3: Laminación controlada y enfriamiento acelerado	.... 33
4.4: Operaciones de laminación	.... 33
4.5: Efecto de los elementos de aleación en la laminación controlada	.... 36
4.6: Deformación en frío	.... 37
4.6.1: Deformación plástica	.... 37
4.6.2: Energía almacenada	.... 37
4.6.2a: Variables que afectan la magnitud de la energía almacenada	.... 39
4.6.2b: Mecanismos para el almacenamiento de energía	.... 39
4.6.3: Recuperación	.... 40
4.6.4: Recristalización	.... 41
4.6.4a: Reglas de recristalización	.... 42
4.6.5: Crecimiento de grano	.... 43

## Capítulo 5: Desarrollo experimental

5.1: Procedimiento de fabricación del acero ultralimpio	.... 44
5.2: Análisis metalográfico	.... 45
5.2.1: Obtención de muestras a estudiarse	.... 47
5.2.2: Preparación metalográfica	.... 47
5.3: Laminación en caliente	.... 48
5.4: Laminación en frío	.... 49
5.5: Tratamiento térmico de muestras	.... 49
5.6: Pruebas mecánicas al acero ultralimpio	.... 50
5.6.1: Anisotropía de la resistencia a la deformación en tensión	.... 54

## Capítulo 6: Resultados y conclusiones

Características del acero ultralimpio	.... 56
6.1: Laminación en caliente (en industria)	.... 56
6.2: Laminación en frío	.... 58
6.3: Propiedades mecánicas del acero ultralimpio	.... 63
6.4: Características microestructurales del acero ultralimpio	.... 74
6.4.1: En la condición de laminación en caliente	.... 74
6.4.2: En la condición de laminación en frío	.... 75
6.4.3: En la condición de recocido	.... 76
6.4.4: Microscopía de transmisión (TEM)	.... 77
Conclusiones	.... 79

## Referencias

.... 80

~ INTRODUCCIÓN ~

Todos los ingenieros, sean mecánicos, civiles, químicos o eléctricos, tienen que ver con materiales de manera cotidiana, en manufactura y procesamientos, en el diseño y construcción de componentes o de estructuras; deben de seleccionar y utilizar materiales y analizar las propiedades de los mismos.

Deben tomar una diversidad de decisiones importantes al seleccionar los materiales a incorporar en un diseño de los muchos disponibles, incluyendo si los materiales pueden ser transformados de manera consistente en un producto, con las tolerancias dimensionales correctas y si pueden mantener la forma correcta durante su uso. También, si las propiedades requeridas se pueden conseguir y mantener durante su uso, si el material es compatible con otras partes de un ensamble y puede fácilmente unirse a ellas; y finalmente, y tal vez en la actualidad una característica muy importante, si puede convertirse de manera económica en un componente útil.

Existen muchos criterios en los cuales está basada la decisión final. Primeramente, las condiciones de servicio deben ser caracterizadas, para esto se requiere que el material tenga ciertas propiedades como pueden ser la ductilidad, resistencia, etc.

Una segunda consideración son las propiedades del material en cuanto a su deterioro durante el uso; por ejemplo pueden ocurrir ciertas reducciones en los esfuerzos mecánicos resultado de la exposición de temperaturas elevadas o ambientes corrosivos.

Y finalmente, y probablemente una consideración muy importante, lo económico que puede ser el material a usarse.

En la actualidad, el desarrollo de materiales metálicos con mejoras en sus propiedades mecánicas y cuyo costo de producción y de manufactura sean relativamente bajos a los empleados tradicionalmente es de gran importancia.

En el caso particular de los aceros utilizados para lámina en la industria automotriz, los consumidores prefieren a los aceros de alta resistencia, dúctiles, tenaces y con buena estampabilidad para lograr carrocerías de gran complejidad.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

En la actualidad, en México; la industria siderúrgica está siendo objeto de varias transformaciones motivadas por el alto nivel de competencia tecnológica que se ha impuesto en el mercado mundial del acero, por lo que la búsqueda de nuevas alternativas tecnológicas es muy importante, evitando además que en un futuro, los consumidores nacionales opten por los aceros de mayor calidad disponible en el extranjero.

Los aceros ultralimpios mexicanos están comenzando a ser producidos a nivel comercial, sin embargo; la fabricación del acero para lámina automotriz es un campo muy importante para las grandes industrias siderúrgicas nacionales para entrar al mercado de los aceros mejor pagados.

El estudio de los aceros es importante porque estos representan hasta ahora los materiales metálicos más usados, primeramente debido al hecho de que pueden ser manufacturados relativamente a bajos costos, en grandes cantidades y especificaciones muy precisas. Estos también nos dan extenso rango de propiedades mecánicas, desde niveles moderados de resistencia con excelente ductilidad y dureza, hasta niveles altos de resistencia con una adecuada ductilidad. El mejoramiento de la resistencia y tenacidad es un requerimiento primario en los aceros usados en la industria de la construcción. Sin embargo, para algunas aplicaciones, como es el caso de los componentes de aceros fabricados por laminación en frío para carrocerías, la formabilidad es una característica principal que se requiere.

En particular la clave tecnológica para producir láminas de acero con un aumento en sus propiedades para estampado profundo, es la eliminación de elementos de impureza, el desarrollo de una textura favorable y el control en el tamaño de grano.

El proceso para la fabricación de lámina de acero, involucra aceración, laminación en caliente, laminación en frío y, recocido. Estos procesos ofrecen una mayor oportunidad de mejorar la formabilidad de los aceros, incluyendo la optimización de la composición química y de las condiciones de laminación y recocido.

Para el ahorro en el consumo de energía y para mejorar la eficiencia en la producción, se han desarrollado nuevos procesos tales como realizar el laminado en caliente inmediatamente después de obtener el planchón por colada continua y realizar además de manera continua el tratamiento de recocido.

Recientemente, para el ahorro en el consumo de combustible, ha sido necesario llegar a diseñar una carrocería muy ligera fabricada a partir de lámina muy delgada. Para lograr esto, se desarrollaron los aceros conformables de alta resistencia. Estos aceros, son ahora empleados de manera importante en la industria automotriz, por lo que en un futuro tenderán a competir con las aleaciones no ferrosas y plásticos.

Es importante saber, que estas láminas de acero de alta resistencia para la fabricación de lámina se ha desarrollado en tres etapas. Este progreso involucró un primer período, en donde se le dio mucha importancia a la seguridad del conductor, pero estas láminas presentaban una resistencia a la tensión por abajo de los 60 kgf/mm<sup>2</sup>, y su formabilidad no era muy buena. En la segunda etapa, debido a la primera crisis de combustible, la demanda social fue la de reducir el peso en la carrocería de los automóviles; además, actualmente las carrocerías de menor peso, han sido establecidas como uno de los fundamentos para la manufactura automotriz, y la adopción de los aceros de alta resistencia para carrocerías ha estado incrementándose a un paso constante. Esta segunda generación de aceros es aplicada para la elaboración de piezas en donde se requiere un alto grado de deformación plástica, además ayudaron en hacer más eficiente la producción, utilizando las ventajas del recocido continuo, el cual comenzó a utilizarse justamente en este tiempo. Actualmente, en el tercer período de desarrollo de los aceros conformables, se busca que presenten una buena combinación de propiedades mecánicas en función de la limpieza del acero, bajos contenidos de carbono mas nitrógeno (<70 ppm) y una constante de Lankford >2.

Para todo lo anterior IMEXSA, ha empezado a fabricar el primer acero mexicano libre de elementos intersticiales o también llamado acero IF (Interstitial Free), para aplicarse en la industria automotriz, el cual había sido desarrollado en el extranjero bajo procesos especiales, obteniendo un acero que combina dos propiedades principalmente que son una alta formabilidad y una elevada resistencia.

## 2.1 Antecedentes

Actualmente la mayoría de las industrias siderúrgicas están introduciendo nuevos productos o mejorando los que tienen en producción con el propósito de cumplir con las normas establecidas y así mismo la de los consumidores. Este mejoramiento y comercialización de los aceros se debe principalmente a la aplicación de métodos modernos de producción, esto trae como consecuencia una transformación en la industria siderúrgica nacional.

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

En las últimas tres décadas, los aceros microaleados HSLA se han establecido como materiales ideales para una gran variedad de aplicaciones estructurales. Desde el punto de vista de procesamiento y aplicación de los aceros microaleados, el contenido de impurezas no debe de ignorarse. Así por ejemplo, la reducción en el contenido de carbono se ha llevado a cabo con el fin de mejorar una gran variedad de propiedades las cuales van desde la soldabilidad hasta la formabilidad de láminas. La reducción en el contenido de fósforo ha disminuido la frecuencia de fractura en la zona afectada por el calor de placas soldadas. La disminución en el contenido de azufre ha sido beneficio en todos los aceros, excepto en productos especializados donde el azufre mejora la maquinabilidad. Probablemente el ejemplo más sorprendente en la reducción de impurezas, en el campo de los aceros microaleados, ha sido en los aceros libres de elementos intersticiales, los cuales están siendo utilizados en la industria automotriz, donde un excelente estampado en profundo es necesario.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

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

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

Una nueva generación de aceros microaleados ha despertado gran interés en la industria automotriz porque estos aceros están siendo desarrollados para emplearse en la fabricación de piezas de forja con enormes ventajas económicas. Tradicionalmente los aceros para forjas han sido producidos en plantas de aceros especiales por el significado del contenido de aleación que requieren como cromo, molibdeno y níquel, principalmente. Además los procesos de fabricación tradicionales incluyen tratamientos térmicos de temple y revenido que tienen un fuerte impacto en el costo final.

## 2.2 Aceros libres de elementos intersticiales

Los aceros microaleados libres de elementos intersticiales son lo más reciente en el desarrollo de aceros que requieren una excelente formabilidad y estampado profundo<sup>(1)</sup>. Es conocido que disminuyendo la cantidad de carbono y nitrógeno<sup>(2,3)</sup> de la solución sólida de la ferrita, se contribuye marcadamente a mejorar la formabilidad en placas recocidas y laminadas en frío.

El primer acero ferrítico sin elementos intersticiales disueltos (C y N), fue fabricado en los setentas; éste material llamado de ahora en adelante IF (Interstitial Free Steel), se caracterizó por tener excelentes propiedades mecánicas para la laminación en frío. Comparado con los grados de aceros convencionales, éste acero ofrece una óptima deformabilidad en frío, un excelente endurecimiento por deformación y una completa resistencia al envejecimiento. Todo esto se obtuvo mediante la adición adecuada de niveles estequiométricos de Nb y/o Ti para estabilizar al C y N como carburos y nitruros, respectivamente<sup>(4,5)</sup>. Sin embargo, debido a que el contenido total de elementos intersticiales era alto (300 ppm) en aceros comerciales, el uso de esta tecnología resultaba muy cara. Con la adopción de la tecnología de desgasificación en vacío<sup>(6,7)</sup>, es relativamente fácil producir aceros con menos de 30 ppm de carbono y nitrógeno, dando como resultado la introducción de la tecnología de los aceros microaleados libres de elementos intersticiales.

Es muy bien sabido que los aceros con muy bajo carbono aleados con titanio, en suficiente cantidad para combinarse con todo el carbono y nitrógeno presente puede obtenerse una muy buena formabilidad teniendo como resultado una baja resistencia y altos valores de Lankford ( $r_m$ )\*; y que el valor de  $r_m$  incrementa cuando se le agrega más titanio a la aleación.

Karlyn reportó valores  $r_m > 2$  con titanio y carbono más nitrógeno en relaciones de uno a doce, mientras que Goodenow y Held obtuvieron valores arriba de 2 y 1.8 recociendo rápidamente. Las propiedades no fueron muy variadas en el rango del calentamiento. Muy buenas propiedades también pueden obtenerse con la adición de niobio como actualmente se hace.

\* *Valor de Lankford ( $r_n$ ):* la estampabilidad de un acero puede ser caracterizada por la relación de deformación ( $r_m$ ), originalmente propuesta por Lankford et.al. (1950); que representa la anisotropía plástica normal de la placa de acero en estudio. Para obtener este valor se usa la siguiente ecuación:  $r_m = (r_0 + 2r_{45} + r_{90})/4$ , siendo  $r_m$  el valor promedio de Lankford,  $r_0$  la medición a 0° con respecto a la dirección de laminación,  $r_{45}$  la medición a 45° con respecto a la dirección de laminación y  $r_{90}$  la medición a 90° con respecto a la dirección de laminación.

## 2.3 Clasificación de los aceros libres de elementos intersticiales

Los aceros ultralimpios, denominados de ahora en adelante aceros IF (libres de elementos intersticiales); actualmente se dividen en tres grupos, dependiendo del elemento estabilizador empleado.

Grupo	Aceros	Elemento Estabilizador
1	IF	+ Ti
2	IF	+ Nb
3	IF	+ (Nb y Ti)

Tabla 1. Grupos de aceros IF

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

Cuando únicamente se emplea niobio como estabilizador, éste se combina con el carbono, mientras que el aluminio estabiliza al nitrógeno; en este caso el azufre presente reacciona con el manganeso.

Generalmente un acero IF tiene una pequeña cantidad de carbono y nitrógeno (décimas de ppm) y es controlado para retener pocas ppm de carbono en estado soluble por medio de una cantidad de titanio y por el recocido a una temperatura conveniente<sup>(6)</sup>.

Los aceros IF se caracterizan por tener una excelente deformabilidad en frío y resistencia a envejecerse, por lo que son utilizados como aceros para lámina con un grado moderado o de alta resistencia.

Estos aceros, libres de elementos intersticiales; laminados en frío fueron clasificados formalmente por su valor de la constante de Lankford ( $r_m$ ) y su valor total de elongación dentro de los siguientes grados: los de calidad comercial (CQ), los de calidad de estampado (DQ), los de calidad de estampado profundo (DDQ) y, finalmente los de calidad de estampado extraprofundo (EDDQ).

Recientemente, un acero de grado del tipo SuperEDDQ (calidad de súper estampado extraprofundo), ha estado en demanda por la industria automotriz, debido a las exigencias de los consumidores. De tal manera que hoy en día, se requieren láminas con valores de  $r > 2$  y valores de elongación superiores al 50%.

Con el propósito de obtener estas propiedades mecánicas, los aceros libres de elementos intersticiales, son enrollados a altas temperaturas, superiores a los 700°C, al momento de finalizar el laminado en caliente y son recocidos a temperaturas superiores a los 800 °C después del laminado en frío, generalmente por un recocido continuo<sup>(9)</sup>.

Por otro lado, muchos grados de aceros de alta resistencia HSS, fueron desarrollados en el pasado. Estos aceros son del tipo SAFC-E, SAFC-R, SAFC-D y SANC, los cuales presentaron valores de Lankford entre 1 y 2. Como aceros HSS laminados en frío, tenemos a los aceros refosforados SAFC-R y BH (endurecidos por cocimiento).

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

En la siguiente gráfica se muestra la clasificación de los aceros IF en función de su calidad.

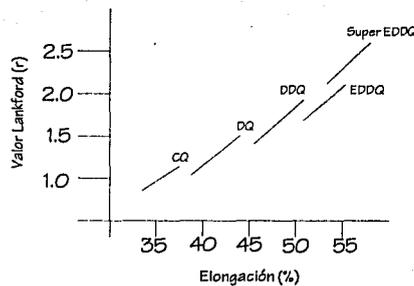


Figura 2.1. Clasificación de los aceros IF con respecto a su calidad

- CQ.- calidad comercial
- DQ.- calidad de estampado
- DDQ.- calidad de estampado profundo
- EDDQ.- calidad de estampado extraprofundo

## 2.4 Composición química de los aceros libres de elementos intersticiales

Mucho del trabajo de los aceros IF fue realizado a finales de los 60's y principios de los 70's involucrando aceros que contenían carbono cerca del 0.01% en peso; pero con los desarrollos en la industria siderúrgica, se logró fabricar acero con contenidos abajo del 0.002% en peso de carbono.

Para aceros con contenidos de carbono abajo del 0.003% en peso, trabajos recientes han mostrado que bajos contenidos estequiométricos de niobio dan altos valores de  $r_m$ .

Existe un progresivo incremento en el valor de  $r_m$  aumentando en exceso el contenido de titanio para aceros que contienen ~0.008% en peso de carbono. Existe también una reducción en el esfuerzo de cedencia y un incremento en el valor de  $n^*$  y elongación bajando aún más el contenido de carbono.

Se ha reportado también que para aceros que contienen entre 0.0025 y 0.003% en peso de carbono, 0.003 % en peso de nitrógeno y niobio o niobio más 0.01% en peso de titanio, la máxima elongación y el máximo valor de  $r_m$  se obtiene cuando el niobio está cerca del 0.01% en peso.

Altos valores de  $r_m$  se obtienen también cuando la cantidad de titanio presente es suficiente para combinarse con el nitrógeno y, para aceros que contienen niobio y titanio, la elongación incrementa cuando las cantidades de carbono, manganeso, fósforo y azufre bajan.

La composición química de los aceros IF deberá ajustarse para satisfacer los diferentes requisitos que demandan las láminas de aceros; una intensa investigación guió a la introducción de los aceros IF en los 80's, utilizando diferentes técnicas para la producción de láminas.

Las tecnologías utilizadas en la industria del acero y los requisitos de servicio del producto final, hicieron necesaria la adaptación de la composición química de la lámina de acero, aceptándose ampliamente el uso de los aceros IF+(Nb y Ti), IF+Ti, IF+Nb estequiométrico<sup>(10)</sup>. En la tabla 2 se presenta la composición química de los aceros libres de elementos intersticiales<sup>(11)</sup> y los aceros bainíticos de ultra bajo carbono que se han desarrollado y se continúan estudiando.

\* *Valor n*: La respuesta del metal al trabajo en frío está dada por su coeficiente de endurecimiento por deformación  $n$ , que es la pendiente de la porción de la curva esfuerzo real-deformación real, obteniendo este valor de la fórmula:  $\sigma = k \epsilon^n$ ; donde  $k$  es una constante dependiendo del material en estudio y  $n$  es el exponente de endurecimiento de trabajo, el cual es de 0.25 aproximadamente para aceros de ultra bajo carbono.

C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Nb	B	Ni
0.004	0.19-0.26		0.004-0.005	0.003-0.006	0.022-0.047	0.049-0.012	0.005-0.049	0.003	0.006
0.007-0.008	0.13-0.16		0.006-0.007	0.008-0.01		0.034-0.12	0.014-0.031		0.006-0.007
0.0021	0.14	0.02	0.004	0.0026	0.04sol.	0.09	0.01		0.0019
0.004-0.0042	0.15-0.16	0.008-0.01	0.007	0.01-0.013	0.043 sol.	0.068-0.068	0.003-0.004		0.0017-0.0022
0.0021-0.035	0.14-0.24	0.002-0.026	0.009-0.0980	0.008	0.011-0.045	0.024-0.054	0.01-0.041		0.0031-0.0039
0.002	0.16	0.068	0.002	0.002	0.005 sol.	0.054	0.025		0.0024
0.003-0.0037	0.014-1.2	0.02-0.03	0.013-0.052	0.005-0.007	0.027-0.039 sol.	0.07-0.08	0.05-0.06	0.0007	0.0027-0.0028
0.0005-0.001	0.05-0.06	0.001-1.52	0.001	0.001	0.019-0.045 sol.	0.071-0.78			0.0027-0.0061
0.003-0.006	0.008-0.017		0.007-0.076		0.028-0.041	0.033-0.089	0.021-0.028	0.0008	0.002-0.004
0.0019	0.13	0.01	0.14		0.41	0.46	0.001	0.001	0.026
0.0016-0.0027	0.14-0.17	0.004-0.005	0.01-0.0122	0.006-0.01	0.032-0.038	0.019-0.064	0.014		0.0032-0.0037
0.004	0.016		0.011	0.01	0.049		0.034		0.003
0.0018	0.016	0.001	0.004	0.0046	0.02	0.041			0.037
0.0024-0.0038	0.05-1.52		0.005-0.07	0.007	0.021-0.044	0.038-0.046			0.0015-0.003
0.003-0.0037	0.14-1.2	0.02-0.03	0.013-0.052	0.005-0.007	0.027-0.039	0.07-0.08	0.05-0.06	0.0007	0.0027-0.0028
0.0014	0.013		0.008	0.003		0.05		0.03	0.0015
0.0025	0.005	0.005	0.001	0.0004	0.045	0.045			0.0015
0.005	0.15-0.25	0.003	0.015	0.015	0.02-0.05	0.1-0.12	0.02-0.01		0.0015-0.005
0.003	0.9	0.3	0.08		0.06		0.03	0.003	0.003
0.0027	0.18		0.005	0.016	0.03	0.01			0.004

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

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

A partir del análisis de las composiciones químicas de los aceros ultralimpios reportados en la literatura y resumidos en la Tabla 2, se observa que las composiciones químicas de estos aceros pueden clasificarse, dependiendo de su elemento estabilizador, como se muestra a continuación:

Elemento	% en peso mínimo	% en peso máximo
C	0.0005	0.0027
Mn	0.05	0.18
Si	0.001	0.006
P	0.001	0.004
S	0.0001	0.007
Al	0.019	0.048
Ti	0.003	0.01
N	0.0015	0.0061

Tabla 3. Aceros IF+Ti, los cuales presentan una composición promedio

Elemento	% en peso mínimo	% en peso máximo
C	0.004	0.008
Mn	0.13	0.26
Si	0.008	0.068
P	0.001	0.004
S	0.0001	0.007
Al	0.019	0.06
Ti	0.004	0.012
Nb	0.014	0.005
N	0.0017	0.0061

Tabla 4. Aceros IF+(Nb y Ti), los cuales presentan una composición promedio

A estos dos grupos de aceros ultralimpios (Ti y Nb-Ti), algunas veces se les hacen adiciones de boro, que van de las 3 a las 7 ppm.

Los efectos de la composición química van enfocados, en un principio, a la reducción del contenido de carbono de una manera significativa con el propósito de mejorar las propiedades mecánicas, tal como la constante de Lankford.

Las adiciones de titanio, se llevan a cabo con el propósito de fijar elementos intersticiales tales como carbono y nitrógeno, lo cual mejora dramáticamente el valor de Lankford ( $r_m$ )<sup>(12)</sup>.

La cantidad crítica de titanio, necesario para obtener un excelente valor de  $r_m$  (2 a 3), puede expresarse de acuerdo con las siguientes ecuaciones, las cuales determinan las cantidades de titanio efectivo (Ti\*), de titanio en solución [Ti] y de titanio como precipitados (TiC). Debido a que se asume que la mayoría del azufre<sup>(13)</sup>, nitrógeno y carbono son estabilizados como compuestos de titanio<sup>(11)</sup>:

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

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

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

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

H. Takechi<sup>(14)</sup> reportó que los aceros libres de elementos intersticiales (IF) presentan un máximo de 53% de elongación, cuando la cantidad de titanio es alrededor de 0.01, este porcentaje de elongación se deteriora a medida que la cantidad de titanio se incrementa. Sin embargo, la velocidad de deterioro del valor de elongación es menos acentuada para el caso de los aceros IF con niobio. Los aceros IF con (Nb y Ti) (i.e. 0.01% Nb + 0.005% Ti), presentan excelentes valores de ductilidad y de la constante de Lankford.

En los aceros IF con (Nb y Ti), el carbono, como NbC incrementa, pero el carbono como TiC disminuye, a medida que incrementa el contenido de Nb. La adición mínima de Nb necesaria para fijar al carbono en los aceros laminados en caliente, hace que el tamaño de grano, en el producto final llegue a un máximo, dando el mejor balance entre los valores de elongación y  $r_m$ . Las temperaturas de recristalización de los aceros IF con (Nb y Ti) son de 30 a 40 °C más altas que los aceros IF con Ti.

En los aceros IF, el nitrógeno se fija con el titanio, necesitando alrededor de 0.006% Ti para fijar 150 ppm de N. El aluminio o el niobio es también útil para fijar al nitrógeno. Sin embargo, el TiN tiende a precipitar a temperaturas más elevadas que las del AlN o el NbN, con una pequeña densidad de precipitados, lo cual es favorable para prevenir el deterioro en la elongación, por lo que las adiciones de titanio son preferibles para la fijación de nitrógeno desde el punto de vista de retener la ductilidad del producto final.

El NbC precipita durante la deformación en caliente, lo cual es muy útil para controlar el tamaño de grano en las hojas laminadas en caliente y cambiar las texturas laminadas en frío, formando texturas favorables de recristalización para los valores de  $r_m$  en los productos finales. Sin embargo, cuando la cantidad de precipitados de NbC son muy grandes en las hojas laminadas en caliente, el tamaño de grano durante el recocido, tiende a ser más fino y el valor de la ductilidad se deteriora. La cantidad necesaria de Nb es alrededor de 0.007% con el propósito de controlar la textura y 10 ppm para fijar al carbono, como NbC.

El resto del carbono es de alrededor de 10 ppm, el cual será fijado por el Ti, donde alrededor de 0.004% de Ti es necesario para tal propósito.

De acuerdo con la cantidad mínima de titanio requerido (0.01%), el 0.006% del Ti se consume durante la fijación del nitrógeno y el 0.004% restante es utilizado para fijar al carbono en el caso de la adición simultánea de Nb y Ti.

En los aceros al Ti, algunos sulfuros tales como MnS, TiS y  $Ti_4C_2S_2$ , precipitan en conjunto con el TiC y el TiN, especialmente el carbosulfuro de titanio ( $Ti_4C_2S_2$ ), el cual precipita durante el recalentamiento de los planchones, juega un papel importante en el control de los átomos de soluto de carbono. La estructura cristalina del  $Ti_4C_2S_2$  fue estudiada primero por Kudielka<sup>(15)</sup> y Lui<sup>(16)</sup>, quienes identificaron un sulfuro que precipita en los aceros microaleados con titanio como  $Ti_4C_2S_2$ . En base a estos estudios, se sabe que en los aceros al Ti, existen varios tipos de precipitados tales como el TiN, TiS,  $Ti_4C_2S_2$  y el TiC, los cuales afectan significativamente a las propiedades mecánicas<sup>(17)</sup>.

Los productos de solubilidad en austenita de este tipo de precipitados reportados<sup>(18)</sup> son los siguientes:

MnS en austenita	$\log[Mn][S]=(-9020/T) + 2.929$
TiS en austenita	$\log[Ti][S]=(-13975/T) + 5.43$
$Ti_4C_2S_2$ en austenita	$\log[Ti][S]^{0.5}[C]^{0.5}=(-17045/T) + 7.9$
TiN en austenita	$\log[Ti][N]=(-14890/T) + 4.35$
TiC en austenita	$\log[Ti][C]=(-7000/T) + 2.75$

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

Por ejemplo, se ha reportado que las condiciones de los precipitados y el carbono en solución, cambian durante el recalentamiento del planchón<sup>(19)</sup>, el laminado en caliente<sup>(20)</sup> y temperaturas de enrollado, así como también modifica el tamaño de grano y la textura<sup>(21)</sup>.

Los aceros IF moderados, presentan una buena deformabilidad en frío, reflejada particularmente por su bajo límite de fluencia. Un papel muy importante, lo juega la elongación uniforme y la textura de recristalización, la cual se expresa mediante el valor de Lankford. El límite de fluencia esta influenciado por la ausencia de átomos intersticiales disueltos y también por los siguientes parámetros:

- a) El contenido de elementos y trazas de elementos que causan el endurecimiento por solución sólida.

- b) La cantidad y dispersión de precipitados.
- c) El tamaño de grano ferrítico.
- d) Los pasos de laminación.
- e) Porcentaje de recristalización.

Estudios recientes se han llevado a cabo a fin de observar el comportamiento de aceros IF con exceso de titanio y el valor de la constante de Lankford; altos valores de  $r$  son obtenidos cuando la cantidad de titanio es la suficiente para combinarse con el nitrógeno como se muestra en la figura 2.2.

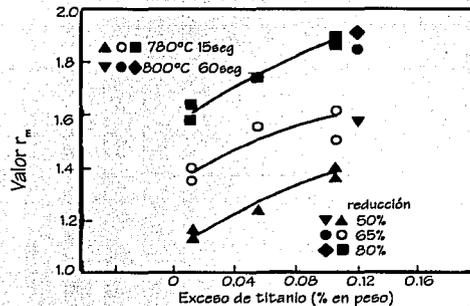


Figura 2.2. Efecto en el valor de  $r$  por exceso de titanio en aceros IF

También se sabe que incrementando la reducción en frío nos lleva a un progresivo aumento en los valores de  $r$  para reducciones en frío que van más allá del 80%. Una variación similar es obtenida con recocidos rápidos después de la laminación en frío como se muestra en la figura 2.3 para un acero que contiene 0.011% en peso de carbono y 0.19% en peso de titanio; y obviamente los valores de  $r$  obtenidos van a depender de la composición del acero y de otros parámetros.

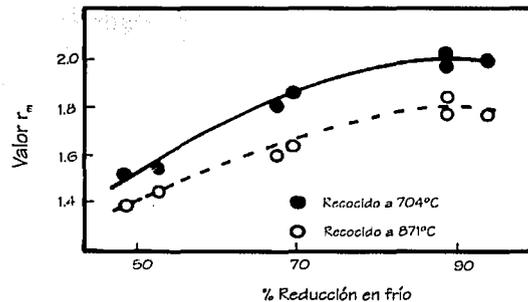


Figura 2.3. Efecto de la laminación en frío sobre los valores de  $r$  en aceros estabilizados con titanio recocidos a diferentes temperaturas

Estudios recientes en aceros mexicanos se han llevado a cabo enfocando el desarrollo tecnológico de aceros ultralimpios (ref. 30 y 31), pudiendo producir por primera vez aceros ultrabajo carbono. La ruta tecnológica para la fabricación de estos aceros experimentales incluye (i) el uso de hierro esponja con alto grado de metalización, el cual fue alimentado a un horno de arco eléctrico, (ii) desgasado al vacío, (iii) adición de aleaciones y (iv) colada continua. El proceso termomecánico de este acero se llevó a cabo mediante el recalentamiento del planchón a una temperatura de 1250°C (región  $\gamma$ ), terminando de laminar a los 950 °C (región  $\gamma$ ), alcanzando al final de esta operación un 64% de reducción total; el proceso de enrollado se llevó a cabo mediante el enfriamiento de la placa hasta temperatura ambiente. Posterior al proceso de enrollado, las placas fueron laminada en frío, alcanzando un por ciento de deformación total de 84% y un espesor de lámina de 0.3 mm. Estas láminas fueron recocidas y finalmente se les hicieron pruebas de tensión para obtener valores de Lankford y microscopía electrónica.

En cuanto a resultados de la microestructura se encontraron diversos precipitados, los cuales afectarán las propiedades mecánicas de las placas recocidas; el modo en que estos precipitados afectan, esta relacionado con su tamaño.

La cuantificación de las propiedades mecánicas de las muestras recocidas, en término de su límite de fluencia, última resistencia a la tensión y por ciento de elongación, de muestras ensayadas a 0, 45 y 90° con respecto a la dirección de laminación son los mostrados en la tabla 5 y a partir de estos valores se calculó el valor de Lankford (tabla6). Todo esto se menciona con el fin de mostrar los avances que se han logrado en investigaciones y en la industria mexicana para competir con actuales aceros realizados con tecnología más sofisticada<sup>(30 y 31)</sup>.

<i>Propiedades Mecánicas</i>	0°	45°	90°
<i>0.2% Y.S. (MPa)</i>	167	156	153
<i>UTS (MPa)</i>	306	295	306
<i>El (%)</i>	56	62	68

*Tabla 5. Propiedades mecánicas de láminas recocidas a 800°C*

<i>Relación de anisotropía plástica</i>	0°	45°	90°
<i>r</i>	2.03	2.00	2.08
<i>r<sub>m</sub></i>		2.02	

*Tabla 6. Valores de Lankford de láminas recocidas a 800°C*

## ~ FABRICACIÓN DEL ACERO LIBRE DE ELEMENTOS INTERSTICIALES ~

La ruta de fabricación del acero IF adoptada en muchas industrias siderúrgicas japonesas, a grandes rasgos involucra la obtención de arrabio en alto horno o por reducción directa, una refinación primaria por medio de un convertidor (BOF o EAF), seguido por desgasificación al vacío (descarburización, adición de aleantes) y finalmente la colada continua del acero<sup>(22)</sup>. A continuación se muestra un esquema del proceso de fabricación del acero IF.

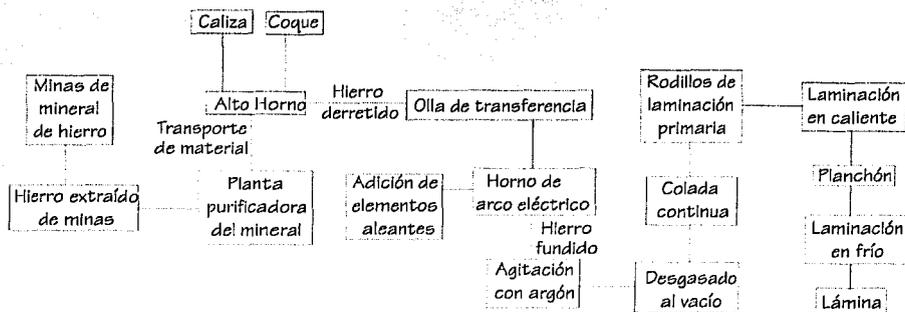


Figura 3.1. Esquema simplificado del proceso de fabricación del acero IF

Hoy día, una parte de la producción total de aceros se realiza por la ruta: Horno Eléctrico – Horno Olla – Desgasado al vacío – Colada Continua, en el cual se tiene una reducción en el costo de fabricación. La mayoría de los aceros especiales son fundidos en un horno de arco eléctrico, ya que en este equipo es fácil obtener aceros con porcentajes de fósforo y azufre muy bajos (elementos que reducen sensiblemente la calidad de la aleación). El desgasado al vacío es particularmente adecuado para la producción de aceros inoxidables especiales que requieren de bajos contenidos de carbono, nitrógeno e hidrógeno.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

### 3.1 Fundición

Los aceros que han de contener un porcentaje particularmente elevado de diversos metales de aleación se elaboran exclusivamente en el horno de arco eléctrico (EAF). Algunos aceros ordinarios al carbono y de baja aleación también se producen con este procedimiento. En dicho horno, el acero se funde por el calor de un arco eléctrico (en realidad una chispa continua, que provee una temperatura de unos 1800 °C). Este horno no necesita ni combustible ni aire y, en consecuencia, es posible controlar la cantidad de oxígeno que entra en él. Así, el contenido de oxígeno del acero se mantiene al mínimo. Además pueden agregarse costosos elementos de aleación sin mucha pérdida por oxidación, o combinación con el oxígeno.

El horno eléctrico común es un recipiente de acero semejante a una enorme tetera totalmente revestida con ladrillos refractarios. Su capacidad oscila entre 5 y 300 toneladas. Tres electrodos de carbón pasan a través de la parte superior en forma de cúpula, hasta el horno, llevando la corriente a la carga de acero. Cada electrodo se alza o se baja independientemente de los demás. En general, cuanto más cerca de la carga están los electrodos, tanto mayor será el calor que producen. A un costado del horno hay una puerta de carga. El horno puede inclinarse para verter el acero fundido y la escoria a través de este pico.

Los EAF, tienen características de instalación más sencillas y menos costosas que las de cualquier otro horno utilizado para fabricar acero. Es cargado con chatarra limpia, acero y escoria, piedra caliza y posiblemente antracita o electrodos rotos, como una fuente de carbono; pudiéndose añadir únicamente hierro esponja al 100%. El níquel y molibdeno, cuando son requeridos, se agregan con la chatarra.

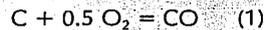
En estos hornos, después de eliminar la primera escoria oxidante, es posible conseguir un ambiente reductor con escoria básica que prevenga la sobre oxidación del baño, esto permite obtener aceros muy limpios y con pocas inclusiones. La inyección de oxígeno en el baño fundido, acelera la oxidación de las impurezas, principalmente la eliminación del carbono y reduce el periodo oxidante.

Los primeros equipos usados para el refinamiento de aceros IF son el BOF, en el cual en todo el proceso se inyecta oxígeno desde la parte superior; el proceso Q-BOP, donde el oxígeno es alimentado por la parte inferior y el proceso intermedio (híbrido de los dos anteriores), llamado K-BOP<sup>(23)</sup>.

La mayoría de los aceros especiales son fundidos en un horno de arco eléctrico, ya que en este equipo es fácil obtener aceros con porcentajes de fósforo y azufre muy bajos; ya que estas impurezas reducen la calidad de la aleación. El desgasado al vacío es efectuado para la producción de aceros inoxidable especiales que requieren de bajos contenidos de carbono, nitrógeno e hidrógeno.

### 3.2 Remoción del carbono

El contenido de carbono determina las propiedades del producto final y el costo de producción relacionada con las adiciones de Ti y Nb. Por lo tanto la remoción de carbono durante la fabricación del acero, ocurre mediante la reacción del oxígeno insuflado con el carbono disuelto en el acero líquido, de acuerdo con la siguiente reacción:



Donde la velocidad de descarburización está determinada por la velocidad del oxígeno alimentado. Para velocidades normales de alimentación de oxígeno, después de que el silicio ha sido removido, la velocidad de descarburización disminuye con el tiempo de insuflado hasta alcanzar aproximadamente 0.03% de carbono, cuando la velocidad de descarburización está controlada por la transferencia de masa del carbono desde el acero líquido a la interfase de reacción.

Fruehan<sup>(24)</sup> presentó que la velocidad de descarburización es de la siguiente forma, cuando la transferencia de masa es la velocidad que controla en un tiempo t, es como sigue:

$$\log(\%C)_t / (\%C)_o = -k (t-t_o) \quad (3)$$

donde  $\%C_o$  es el contenido de carbono al inicio; cuando la transferencia de masa fue la velocidad que controló.

Aunado a la descarburización, se produce durante todo el proceso, óxido de hierro, en mayor o menor grado, dependiendo de la agitación del baño líquido. Al inicio del insuflado con oxígeno, la oxidación del hierro es posible desde el punto de vista termodinámico.

Sin embargo, ya que la reacción está basada en el consumo de oxígeno, predomina el óxido más estable (monóxido de carbono), a medida que el transporte de carbono a la interfase de reacción, no es la velocidad limitante.

Después de que se inicia la inyección de oxígeno, la velocidad de transporte de carbono a la interfase se convierte en la velocidad limitante, y bajo estas condiciones, la reacción que se lleva a cabo es:



formándose cantidades significativas de FeO dentro de la escoria.

En general en los procesos donde se utiliza una agitación vigorosa, se tiende a producir menos óxido de hierro, a medida que la velocidad de transporte de carbono a la interfase de reacción aumenta debido a la agitación, reduciendo la cantidad de oxígeno disponible para la formación de FeO.

La habilidad de la refinación primaria para remover carbono al final del insuflado, depende de la intensidad de la agitación, por ejemplo; el proceso BOF no tiene agitación por el fondo, pudiendo producir aceros con contenidos de carbono de 0.03% en peso al final del ciclo de insuflado, quemando por otro lado grandes cantidades de hierro, produciendo escorias relativamente altas en óxidos de hierro. En contraste, el proceso Q-BOP presenta una intensa agitación por el fondo, produciendo así aceros con contenidos de carbono de 0.01% en peso al final de su ciclo de insuflado, con contenidos relativamente bajos de óxido de hierro en la escoria.

El control del contenido de carbono es importante, ya que de cierta manera controla el tiempo requerido durante el desgasado, para alcanzar el contenido final de carbono deseado. En general, a más bajos contenidos de carbono en el acero, antes de entrar al proceso de desgasado, más corto será el tiempo requerido en el ciclo de desgasado para llegar al contenido de carbono deseado. Los procesos en los cuales se combinan el insuflado de oxígeno con gas inerte (i.e. argón), han alcanzado bajos contenidos de carbono, evitando a la vez la oxidación del acero líquido.

Que tan grande o pequeño será el problema del control de carbono durante la colada de los aceros IF, dependerá del contenido de carbono deseado en el producto final; por ejemplo, Nippon Kokan<sup>(25)</sup> ha reportado un incremento de carbono durante la colada de los aceros IF de aproximadamente 10 ppm.

Sin embargo, el contenido de carbono en el acero después de la operación de desgasado es menor a las 30 ppm y la especificación del producto es menor a las 50 ppm, no existirá ningún problema.

Con el propósito de llevar a cabo un control de calidad eficiente y producir un producto con composición química consistente y posiblemente en el futuro se tengan especificaciones de contenidos de carbono menores a las 50 ppm de carbono, será necesario establecer ciertas prácticas metalúrgicas, con el propósito de evitar el incremento de carbono debido a contaminación de acuerdo a los siguientes puntos:

1.- Reducir el contenido de carbono en los materiales refractarios, con el fin de evitar incrementos de carbono de hasta 5.8 ppm.

2.- Eliminar el uso de polvos térmicos que contengan carbono. Así por ejemplo, se ha detectado que el incremento de carbono durante el vaciado del acero de la olla al distribuidor es dependiente del tiempo, estando su valor más alto al inicio de la colada, ya que al inicio de la colada; el acero en el distribuidor estará en flujo turbulento, por lo que usualmente se añade más polvo térmico. Los polvos térmicos normalmente contienen sílice con cantidades importantes de carbono, por lo tanto el incremento de carbono se debe a la reacción del acero con el polvo térmico.

3.- Reducir o eliminar el contenido de carbono en los polvos lubricantes del molde. La contaminación de carbono ocurre al inicio de la colada, cuando polvos lubricantes con altos contenidos de carbono son utilizados.

Se ha establecido que llevando a cabo estas tres sugerencias, por ejemplo; la eliminación de fuentes de carbono en los refractarios, mediante un recubrimiento de éste con sílice y eliminando los refractarios que contienen carbono donde fue posible, se pudo reducir la contaminación del acero con carbono hasta en 3 ppm, en la operación de olla-colada continua.

### 3.3 Control en el contenido de nitrógeno

Los niveles de nitrógeno están controlados por la evolución del monóxido de carbono, el cual es un producto primario de la descarburización, durante casi todo el tiempo de insuflado con oxígeno. La agitación vigorosa debida a la evolución de monóxido de carbono, sirve para remover la mayor cantidad del nitrógeno en solución del acero líquido. Cuando el proceso de descarburización está por finalizar, la presión de vacío disminuye, y es en este momento en el que puede introducirse un poco de aire en la cámara, provocando una renitrogenación<sup>(26)</sup>.

Sin embargo, la desgasificación al vacío no es un método efectivo para remover el nitrógeno que contiene el acero líquido, ya que la velocidad de remoción de este elemento está normalmente controlada por una reacción química lenta sobre la superficie líquida del acero<sup>(27)</sup>.

Por lo general, se espera una remoción de nitrógeno del 30%, pero si el nivel de este elemento en el acero, es particularmente bajo al entrar al desgasificador, no ocurrirá ninguna remoción de nitrógeno, presentándose en algunas ocasiones un aumento en su contenido de este elemento debido a la filtración de aire.

Se denomina colada continua a un procedimiento de colada en el cual se producen placas que avanzan y solidifican a medida que se va vertiendo el metal líquido en una lingotera sin fondo; ésta se alimenta indefinidamente hasta que se da por terminada la operación.

La prevención de la contaminación del acero IF durante la colada continua, es el mayor problema al que se enfrentan los fabricantes de este tipo de acero. Es fácil causar un incremento considerable en el contenido total de oxígeno y de nitrógeno, y un menor incremento en el contenido de carbono durante el proceso de colada, si no se tiene cuidado. No existen mayores problemas de solidificación asociados con la colada de aceros IF, siempre y cuando exista un sobrecalentamiento adecuado; ya que estos aceros no son susceptibles a problemas de agrietamiento. Una ventaja de la colada continua es que es más rápida y más sencilla que la colada en lingoteras, además que se logra disminuir aún más su costo de operación al suprimir los hornos caldeos de fosa para el precalentamiento de los lingotes.

Actualmente, el cambio de la fundición de lingotes por la obtención de planchones por colada continua, ha incrementado la eficiencia de la producción y ha reducido el consumo de energía, ya que algunas plantas realizan la laminación en caliente del planchón, inmediatamente después de la colada continua, por lo que el acero no requiere de un tratamiento de recalentamiento por separado.

La contaminación del acero con nitrógeno, se debe en un principio al contacto del aire con el acero líquido, por ejemplo; durante la transferencia del acero de la olla al distribuidor, se pueden alcanzar contaminaciones de nitrógeno hasta de 20 ppm. Aún más, existen dos tipos principales de defectos en estos aceros, que son defectos de reoxidación e inclusiones exógenas. En los aceros IF, los defectos debido a reoxidación son la formación de alúmina, mientras que las inclusiones exógenas son principalmente escoria<sup>(28)</sup>.

### 3.4 Desgasado al vacío

El desgasado al vacío fue el primer proceso que se integró como continuación del proceso de refinación primaria, en la fabricación del acero. Los desgasadores fueron introducidos, en un principio, para el control del hidrógeno; sin embargo pronto se dieron cuenta que se le podría dar otras aplicaciones, como por ejemplo la fabricación de aceros más limpios.

El desgasado al vacío de los aceros es necesario para alcanzar los muy bajos contenidos de carbono requeridos en los aceros IF (<0.005%C). El desgasador más común usado en Japón y América del Norte es el RH (Ruhrstahl-Heraeus); en este tipo de desgasador se introducen dos tubos refractarios al acero líquido en la olla, aplicando vacío a la cámara e inyectando argón en varios puntos de los tubos. Se usa gas argón ya que reduce localmente la densidad del acero y causa un movimiento en el acero, de esta manera se establece un flujo circulatorio.

Dependientemente del desgasador que se use, la descarburización ocurre de acuerdo con la siguiente reacción:



donde puede observarse que mediante la reducción de la presión de monóxido de carbono a través de la evacuación, la ecuación (5) es forzada hacia la derecha, promoviendo de esta forma la descarburización<sup>(7)</sup>.

La descarburización continúa hasta que se obtiene el contenido de carbono deseado y posteriormente añadiendo desoxidantes al acero. En ese momento se fija el contenido de carbono. En la práctica, el contenido de carbono puede calcularse a través de los modelos matemáticos del desgasador, o en algunos casos, por medio de mediciones de la actividad del carbono en el metal líquido. La contaminación posterior con carbono, se mide por la reacción del acero con los refractarios y las ferroaleaciones que lo contienen. Independientemente del tipo de proceso utilizado, todos ellos tienen el mismo propósito: remover el carbono hasta un nivel óptimo.

El ciclo de desgasado depende del contenido de carbono inicial en el acero líquido al inicio del proceso y también de la velocidad de desgasado en el desgasador. Kondo<sup>(29)</sup>, ha reportado que para un desgasador del tipo RH, la velocidad de descarburización incrementa con el aumento de la velocidad de circulación y con el incremento de la velocidad de flujo de gas argón.

Con diámetros más grandes de los tubos, se permitirán mayores velocidades de circulación de metal y por lo tanto una velocidad más rápida de descarburización.

En la práctica se incrementa el diámetro interno de los tubos o boquillas, mediante la disminución del espesor del material refractario; sin embargo, debe de existir un límite antes de que el desgaste sea un problema, por lo que debe de haber un balance entre la velocidad de recirculación del metal y el desgaste del refractario.

Kawasaki en su Chiba/Q-BOP reportó que, mediante la optimización de la velocidad de recirculación y de la velocidad de flujo de gas argón, una descarburización menor a 20 ppm será alcanzada de 10 a 15 minutos de desgasificación, si se inicia con un contenido de carbono comprendido entre 100 y 200 ppm. En general, la velocidad de descarburización sigue la siguiente ley exponencial:

$$C_t = C_o e^{k^* t}$$

donde:  $C_o$  es el contenido de carbono al inicio del proceso ( $t=0$ )

$C_t$  es el contenido de carbono en el tiempo  $t$

$K^*$  es el coeficiente aparente de descarburización y,

$t$  es el tiempo que dura el proceso.

Una reciente modificación que se ha llevado a cabo, en los desgasadores del tipo de recirculación, ha sido la introducción de insuflado de oxígeno durante la descarburización, con el propósito de hacer éste proceso más rápido. Una vez que la descarburización es completada, el acero es desoxidado y se llevan a cabo las adiciones de aleantes.

#### Efectos de los elementos de aleación

Los aceros contienen muchos otros elementos a parte de Fe y C. Estos elementos son añadidos para la desoxidación durante su fabricación, para controlar las transformaciones de fase y para proporcionar varias propiedades y microestructuras benéficas.

Algunos elementos aleantes como por ejemplo Cr, Mo, Ti, V y Nb, son fuertes elementos formadores de carburos, y son añadidos a los aceros porque estos carburos mejoran las propiedades mecánicas o ayudan al control de la microestructura.

La alta solubilidad del carbono en la austenita elimina la precipitación de la cementita a grandes temperaturas y es la base de la enorme área de fase simple de austenita en el sistema Fe-C. Sin embargo, pequeñas adiciones de elementos aleantes, tales como el Al, Nb, V y Ti (microaleado), reaccionan con el carbono y el nitrógeno y producen la dispersión de finos carburos de aleantes, nitruros, o carbonitruros en la austenita.

Estas dispersiones retardan de manera efectiva el crecimiento de los granos y de este modo se mantiene un tamaño fino del grano austenítico el cual se transforma en una microestructura fina con buenas propiedades mecánicas.

Por ejemplo, los aceros desoxidados o calmados con aluminio retienen un poco de aluminio en solución sólida a altas temperaturas de austenitizado. A bajas temperaturas de austenitización, los nitruros de aluminio precipitan y anclan los límites de grano de la austenita, limitando así el crecimiento de grano austenítico.

En placas y láminas de acero de bajo carbono, pequeños contenidos de V, Nb y Ti, menores de 0.01%, son añadidos para provocar la precipitación de nitruros o carbonitruros durante el trabajo en caliente.

La precipitación de partículas limita el crecimiento del grano austenítico o previene la recristalización de la austenita, y la estructura resultante se transforma en finos granos de ferrita con una significativa alta resistencia y tenacidad, en comparación con los aceros laminados en caliente sin las adiciones de aleantes.

Una reducción de fósforo y azufre mejora la ductilidad y particularmente, una disminución en el contenido de carbono contribuye enormemente a mejorar el estampado profundo en los aceros (valor de  $n$ ) así como también la ductilidad (% de elongación).

Para mejorar la ductilidad y las propiedades al estampado profundo es necesario disminuir el contenido de carbono por medio de desgasado al vacío en los procesos de aceración.

En lo que se refiere al efecto del carbono, reducir la presencia de este elemento en los aceros IF mejora sus propiedades mecánicas, especialmente el valor de Lankford. Las adiciones de titanio se hacen entonces, con el fin de fijar los átomos de soluto de elementos intersticiales, tales como el carbono y el nitrógeno.

Algunas características por ejemplo del vanadio como elemento aleante es que impide el crecimiento de grano durante el tratamiento térmico del acero, mejorando con esto el esfuerzo y la tenacidad del material. El aluminio es usado para controlar el tamaño de grano durante el trabajo en caliente y el tratamiento térmico, y reacciona con el nitrógeno produciendo nitruros.

Para entender más acerca de la fabricación del acero IF o de cualquier otro acero, en general necesitamos del diagrama Hierro-Carbono (Fe-C), ya que cada acero tiene diferentes propiedades mecánicas, las cuales dependen del número, cantidad y forma de las fases presentes, debido al contenido de carbono en la aleación.

La mayoría de las microestructuras son producidas directamente de la transformación de la austenita. Sin embargo, existen varios tipos de reacciones de precipitación las cuales resultan en una fina distribución de carburos, nitruros o carbonitruros en otras fases simples como ferrita y/o austenita. Los arreglos de precipitados así formados pueden ser benéficos, proporcionando una medida de control microestructural resultando también las propiedades mecánicas, o pueden ser desfavorables, limitando la tenacidad y la formabilidad.

Una parte del diagrama de fase Hierro-Carbono es presentada en la figura 3.2.

Los materiales puros tienen muchas aplicaciones en la ingeniería, pero con frecuencia se utilizan aleaciones o mezclas de materiales. Existen dos tipos de aleaciones: aleaciones de una fase y aleaciones de varias fases. Una fase tiene las siguientes características: (1) una fase tiene una misma estructura o arreglo atómico en todo el material; (2) una fase tiene aproximadamente una misma composición y propiedades; y (3) hay una interfase definida entre una fase y cualquier otra que la rodea o que sea su vecina.

Ahora bien, un diagrama de fases es un esquema que muestra las fases y sus composiciones para cualquier combinación de temperatura y composición de la aleación en estudio. Cuando en la aleación sólo están presentes dos elementos, se puede elaborar un diagrama de fase binario.

El acero puede ser tratado térmicamente para producir una gran variedad de microestructuras y propiedades. Los resultados deseados son alcanzados calentando a ciertos rangos de temperatura donde la fase o combinación de fases es estable, produciendo cambios en la microestructura o distribución de fases, y/o calentando o enfriando entre los rangos de temperatura en donde diferentes fases son estables, produciendo transformaciones benéficas en la fase. El diagrama de fase Hierro-Carbono define las regiones de composición-temperatura, donde las varias fases en el acero son estables. El diagrama Hierro-Carbono debe ser considerado solo una guía, ya que muchos aceros contienen otros elementos que modifican las posiciones de frontera de fases.

El hierro puro, cuando se calienta, experimenta dos cambios en su estructura cristalina antes de fundirse. A temperatura ambiente, su forma estable, llamada ferrita o hierro  $\alpha$ , el cual tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo. La ferrita experimenta una transformación polimórfica de estructura cúbica centrada en la cara llamada austenita o hierro  $\gamma$ , a los 912 °C; ésta austenita persiste hasta los 1394 °C, donde la temperatura de la austenita cúbica centrada en la cara se regresa a la estructura cúbica centrada en el cuerpo, fase conocida como ferrita  $\delta$ , la cual finalmente se funde a los 1538 °C; todos estos cambios se muestran a lo largo del eje vertical de la izquierda del diagrama de fase.

El eje de composición de la figura 3.2, se extiende sólo hasta el 6.7% en peso de carbono, a esta concentración el compuesto intermedio es el carburo de hierro ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) o cementita. Así pues el sistema puede ser dividido en dos partes: una porción rica de hierro (mostrada en la figura) y otra (no mostrada) para composiciones entre 6.7 y 100% en peso de carbono (grafito puro).

En la práctica, todos los aceros y hierros fundidos tienen contenidos de carbono abajo del 6.7% en peso, convenientemente se ha dictado que la composición debe ser expresada en por ciento en peso de carbono.

El diagrama de la figura 3.2 sólo es válido para presiones de una atmósfera; para altas presiones, las fronteras cambian y nuevas fases pueden aparecer.

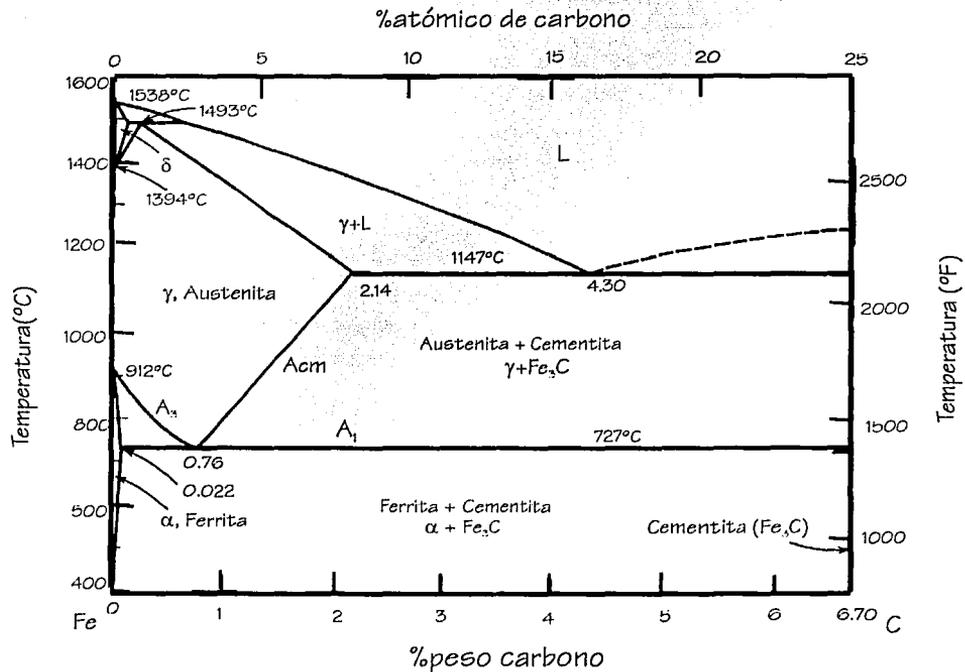


Figura 3.2. Diagrama de fase Hierro-Carbono

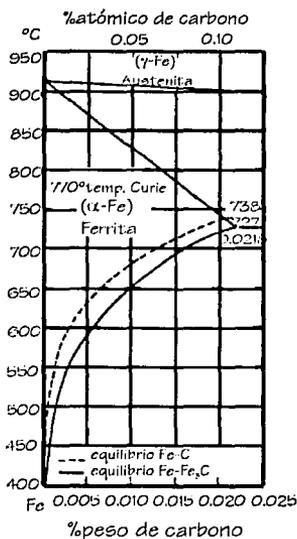
El contenido de carbono, en los aceros de ultra bajo carbono, se encuentra entre un valor menor al 0.005% en peso de carbono, hasta cantidades tan altas como el 2% en peso, para aceros de herramienta de alto carbono. Los hierros fundidos comúnmente contienen entre 2 y 4% en peso de carbono. Cuando éste elemento excede los límites de solubilidad en la ferrita o austenita, esto puede causar una elevada precipitación de partículas en austenita o puede formar grafito.

Las diversas capas o fronteras en la porción rica en hierro del diagrama son designadas con la letra "A" para denotar una permanencia o algún cambio en la pendiente de las curvas térmicas o dilatométricas cuando las transformaciones de fase causan cambios de volumen o evolución de calor o absorción.

Existen tres temperaturas críticas de interés en el tratamiento térmico del acero: la temperatura  $A_1$ , la cual corresponde a la frontera entre la ferrita-cementita y los campos que contienen austenita y ferrita o austenita y cementita; la temperatura  $A_3$ , la cual corresponde a la frontera entre la ferrita-austenita y campos de austenita; y la temperatura  $A_{cm}$ , la cual corresponde a la frontera entre la cementita-austenita y campos de austenita. Estas temperaturas asumen condiciones de equilibrio, las cuales se extienden en periodos de poco tiempo a rangos de temperaturas de calentamiento o enfriamiento. Algunas veces  $A_1$ ,  $A_3$  y  $A_{cm}$  son designadas como  $Ae_1$ ,  $Ae_3$  y  $Ae_{cm}$ , respectivamente, la letra "e" indica que se encuentra en condiciones de equilibrio.

Sin embargo, las temperaturas críticas son sensitivas a la composición y al calentamiento o enfriamiento. El efecto de los rangos de calentamiento o enfriamiento están definidos prácticamente por un nuevo grupo de temperaturas críticas designadas con las letras "Ac" o "Ar", para calentamiento y enfriamiento respectivamente. Esta terminología fue desarrollada por metalurgistas franceses; por *arrêt chauffant* para Ac y *arrêt refroidissant* para Ar.

En la figura 3.3 se muestra una porción del diagrama Hierro-Carbono para por cientos que van de los 0.005 al 0.025 de carbono los cuales corresponden al acero IF.



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Figura 3.3. Fragmento del diagrama Hierro-Carbono

## ~ LAMINACIÓN ~

Por mucho tiempo el trabajo en caliente se ha utilizado para dar una forma requerida a los metales. Hoy en día, sin embargo, con la deformación en caliente, no solamente se alcanza su forma deseada; sino que también se mejoran las propiedades del material a través de un diseño de proceso. El tratamiento termomecánico, es el término genérico del proceso, el cual utiliza la ventaja de los efectos térmicos y mecánicos durante la fabricación, con el propósito de alcanzar las diferentes propiedades deseadas.

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

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

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

En aceros estructurales, el refinamiento de la microestructura es la única vía de mejorar simultáneamente la resistencia a la tensión y la tenacidad a baja temperatura, a pesar del tipo de microestructura desarrollada. El proceso termomecánicamente controlado, primeramente alcanza un refinamiento general de grano mediante la optimización de las condiciones de procesamiento durante la laminación en caliente.

Las propiedades mecánicas obtenidas mediante la laminación en caliente son muy superiores a las obtenidas en aceros normalizados o templados con la misma composición química debido al refinamiento de grano. El enfriamiento acelerado es llevado a cabo después de la laminación controlada a velocidades de enfriamiento de alrededor de los  $10^{\circ}\text{C/s}$  en el rango de temperaturas de transformación de los  $750$  a los  $500^{\circ}\text{C}$ , iniciándose el enfriamiento arriba de la temperatura  $A_r_3$  (figura 4.1). Este proceso refina aún más la microestructura, modificando algunas veces la microestructura de ferrita a bainita.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

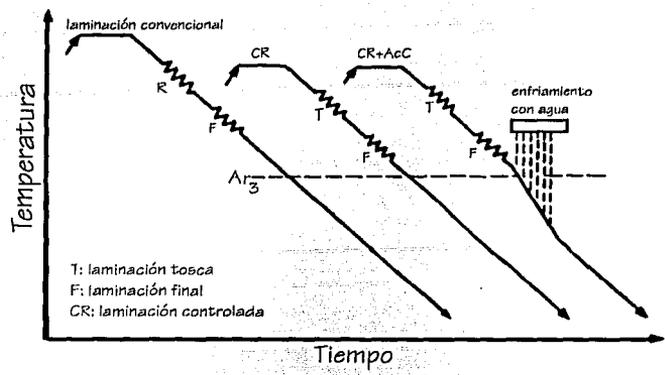


Figura 4.1. Ilustración esquemática de los pasos de laminación

#### 4.1 Antecedentes de la laminación

i) Antes de los sesenta, el proceso termomecánicamente controlado se basaba esencialmente en el conocimiento de las interrelaciones entre deformación en caliente y las subsecuentes condiciones de enfriamiento, y cómo estas repercutían en la microestructura resultante.

ii) De los sesenta a los setentas, se encontró que una pequeña adición de niobio, era efectiva en el incremento de la resistencia a la tensión, siendo este elemento ampliamente utilizado en la producción de aceros con alta resistencia a la tensión. Debido a que los aceros al niobio producidos por laminación en caliente convencional, tendían a dar pobre tenacidad a baja temperatura, se llevaron a cabo esfuerzos tendientes a mejorar la tenacidad mediante la aplicación de una laminación controlada, durante la producción de tubos de mayor diámetro. El efecto benéfico de la laminación controlada se explicó mediante la formación de granos austeníticos finos por recrystalización justo arriba de la temperatura  $A_{c3}$  después de la deformación en caliente.

Entre los enlaces obtenidos, fueron los aceros, en los cuales los elementos microaleantes Nb y/o V y la laminación controlada, fueron factores indispensables para obtener una alta resistencia a la tensión y una buena tenacidad con bajos contenidos de carbono.

iii) De los setentas a los ochentas, se desarrollaron los aceros microaleados con alta resistencia mecánica y baja aleación (HSLA), los cuales fueron muy usados y la laminación en caliente empezó a aplicarse por todo el mundo para la producción de los mismos. Los mecanismos básicos del refinamiento microestructural durante la laminación controlada fue tema de muchas investigaciones y una gran cantidad de información útil fue acumulada en este período.

Quedando claro, que el refinamiento de la austenita por recristalización, no es el único mecanismo para el refinamiento de la ferrita, y que la austenita deformada por debajo de su temperatura de recristalización fue también capaz de producir una ferrita fina, debido al número de núcleos de ferrita que operaban durante la transformación  $\gamma$ - $\alpha$ .

Esta reducción acumulativa durante la laminación, por debajo de la temperatura de laminación austenítica, es un parámetro importante en la aplicación de la laminación controlada.

iv) De los ochentas a los noventas, se introdujo el primer sistema en línea de enfriamiento acelerado en los molinos de placas japonesas. Este fue capaz de incrementar la resistencia sin modificar la tenacidad y por lo tanto, una alta tensión pudo obtenerse con un carbón equivalente bajo. Estos equipos de enfriamiento fueron subsecuentemente instalados en muchos molinos de laminación de placas en todo el mundo y se utilizaron en combinación con la laminación controlada.

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

Debido a que los molinos de placas existentes no son tan resistentes como para soportar las altas deformaciones a las bajas temperaturas requeridas por la laminación convencional controlada, se ha desarrollado una laminación de recristalización controlada, en la cual la laminación se termina arriba de la temperatura de recristalización austenítica, con el propósito de obtener un refinamiento de grano moderado. Aunque esta laminación puede ser menos efectiva en el mejoramiento de las propiedades mecánicas, sigue siendo una técnica útil.

Recientemente, el uso de pequeñas cantidades de titanio, cuidadosamente controladas, menores a 0.02%, las cuales precipitan como TiN; estas finas partículas de TiN pueden ser más efectivas restringiendo el crecimiento de los granos de austenita recristalizada durante la recristalización en la laminación controlada, lo cual resulta en un tamaño de grano óptimo de ferrita producida por la transformación de la austenita, debido al incremento de núcleos de ferrita.

## 4.2 Descripción de los mecanismos que operan en el proceso termomecánico controlado

En aceros estructurales, el tamaño de grano ferrítico es siempre refinado por medio de la transformación  $\gamma$ - $\alpha$  durante el enfriamiento continuo de la austenita. Debido a que los granos de ferrita nuclean en los límites de grano de la austenita y el tamaño de grano está limitado por el crecimiento de los granos ferríticos, esto resulta en un mayor número de granos ferríticos que el original de granos austénicos, a menos que la velocidad de enfriamiento sea muy lenta.

Como se muestra en la figura 4.2, el proceso termomecánicamente controlado, primeramente condiciona a la austenita durante la laminación controlada, previa a su transformación, con el propósito de producir un incremento en el número de núcleos de ferrita, entonces el enfriamiento controlado acelerado es utilizado para disminuir la temperatura de transformación de la austenita de tal manera que existe un posterior incremento en el número de núcleos de ferrita en la austenita acondicionada.

Arriba de los 900-950°C, la austenita recrystaliza después de la deformación en caliente a una velocidad que depende de la cantidad de deformación y de la temperatura. Cuando la temperatura de laminación es disminuida en el rango de la temperatura de recrystalización de la austenita, el tamaño de grano de la ferrita se refina a medida que el tamaño de grano de la austenita es refinado.

Cuando la deformación se lleva a cabo en el rango de temperatura de no-recrystalización de la austenita, a bajas temperaturas, los granos de austenita son elongados y el área de superficie por unidad de volumen del límite de grano se incrementa para dar lugar a un mayor número de sitios potenciales de formación de ferrita.

La deformación en el régimen de no-recrystalización de la austenita, a bajas temperaturas, también produce características lineales, frecuentemente llamadas bandas de deformación, dentro de los granos de austenita. Los granos finos de austenita deformados pueden entonces ser transformados a granos ferríticos muy finos debido al incremento de sitios de nucleación. Este efecto es incrementado con el aumento de la deformación por la laminación acumulada por debajo de la temperatura de recrystalización, y la cantidad de esta deformación está cercanamente relacionada al mejoramiento de las propiedades mecánicas.

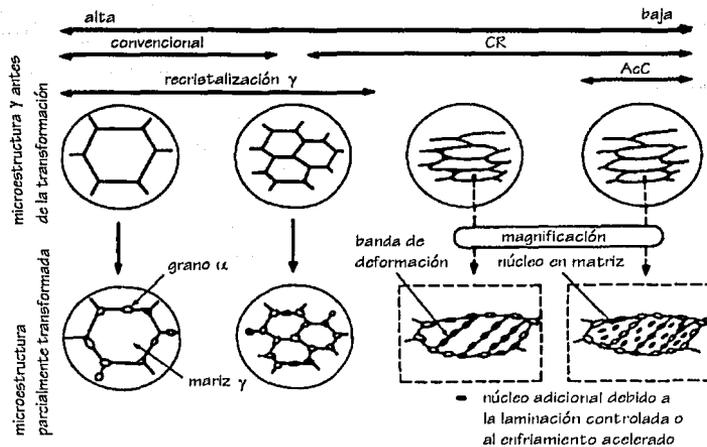


Figura 4.2. Ilustración esquemática de los cambios microestructurales en la austenita durante la laminación en caliente y en la microestructura parcialmente transformada, con el fin de mostrar en donde se forman los núcleos de ferrita durante la transformación  $\gamma$ - $\alpha$

El enfriamiento acelerado de la austenita recristalizada, refina los granos ferríticos resultantes de cierta manera, pero no significativamente. Por otro lado, el enfriamiento acelerado de la austenita no-recristalizada puede activar numerosos núcleos de ferrita en el interior de los granos de austenita junto con aquellos activados por las bandas de deformación. Todos estos factores contribuyen activamente al refinamiento del grano ferrítico. El enfriamiento acelerado también modifica la estructura transformada mediante el reemplazamiento de la perlita por una fracción de bainita finamente dispersa, la cual contribuye a la tensión. Todos estos efectos del proceso termomecánicamente controlado se intensifican mediante la adición de elementos microaleantes.

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

### 4.3 Laminación controlada y enfriamiento acelerado

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

- i) La disminución de la temperatura de recalentamiento tanto como sea posible para obtener un tamaño de grano pequeño inicial de austenita, previo a la laminación.
- ii) Optimizando el paso intermedio de laminación (i.e. arriba de los 900 °C), con el propósito de obtener un tamaño de grano austenítico refinado a través, de una repetida recristalización.
- iii) Por deformación de la austenita debajo de su temperatura de recristalización, con el propósito de incrementar el área de superficie por unidad de volumen del límite de grano de la austenita mediante la elongación e introducir bandas de deformación.

Estos tres efectos son aditivos con respecto al refinamiento de grano ferrítico.

El refinamiento del tamaño de grano provee una de las más importantes rutas de refuerzo en el tratamiento de aceros. El primer análisis científico de la relación entre el tamaño de grano y la resistencia, fue desarrollada por Hall y Petch, conduciendo a la relación Hall-Petch entre el esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$  y el diámetro del grano ferrítico  $d$ .

El límite de fluencia en un acero, es usualmente expresado mediante la siguiente ecuación del tipo Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_o + K_y d^{-1/2}$$

donde:  $\sigma_o$  y  $K_y$  son constantes para un material en particular.

La relación entre el tamaño de grano de la ferrita y las propiedades mecánicas en aceros estructurales ha sido establecida ampliamente, de una manera empírica y en menor grado teóricamente.

### 4.4 Operaciones de laminación

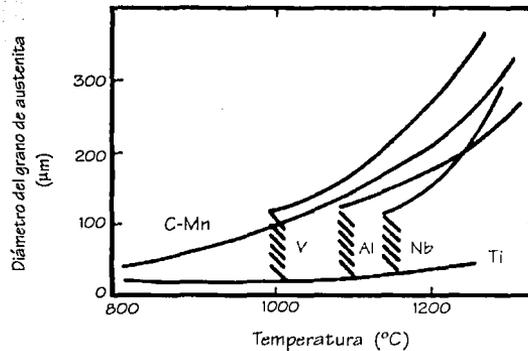
Las operaciones de laminación, se dividen en tres etapas: recalentamiento, laminación tosca y laminación de terminado. Por definición, en la laminación controlada, los tratamientos de laminación toscos y de terminado no son necesariamente la laminación que se lleva a cabo en los molinos de laminación.

La laminación final es utilizada simplemente para dar una cantidad requerida de deformación por debajo de una temperatura de laminación específica y para terminar la laminación a una temperatura específica de terminado. La laminación tosca es la laminación previa a la laminación final y frecuentemente es necesario un tiempo de permanencia entre la laminación tosca y la final, para permitir a la placa o planchón enfriarse a la temperatura de inicio especificada para la laminación final.

Los siguientes tres principios generales se aplican a las tres etapas:

1) Recalentamiento.- La temperatura de recalentamiento determina el tamaño inicial de la austenita, si la temperatura de recalentamiento es la más baja, el tamaño de grano austenítico será el más pequeño, como se muestra en la figura 4.3. Usualmente, la temperatura de recalentamiento para la laminación convencional es tan alta como los 1250 °C, para minimizar la carga de laminación y la potencia requerida.

En el caso de una baja temperatura de recalentamiento (950 °C), la etapa tosca y final, son casi continuas. Se ha puntualizado, que un tiempo largo de permanencia, resultado de una alta temperatura de laminación tosca, combinada con una baja temperatura de inicio de laminación final, da lugar a una microestructura con tamaño de grano mixto después de la transformación  $\gamma$ - $\alpha$  en los aceros al Nb.



*Figura 4.3. Características de engrosamiento de los granos de austenita para aceros que contienen diferentes elementos microaleantes*

2) Laminación tosca.- El papel de los pasos de laminación tosca es reducir el tamaño de grano austenítico progresivamente por medio de una recrystalización repetida dentro de cada paso, mostrado en la figura 4.4.

Cuanto más fino es el grano austenítico previo a la deformación, más fino será el grano de la austenita después de la recrystalización. Similarmente, mientras más baja sea la temperatura de laminación, más fino será el grano de la austenita recrystalizada, debido al crecimiento limitado después de la recrystalización. Resumiendo, generalmente el refinamiento del grano austenítico es mayor a medida que la temperatura promedio de laminación disminuye, siendo mayor el por ciento de reducción en esta etapa del proceso de laminación.

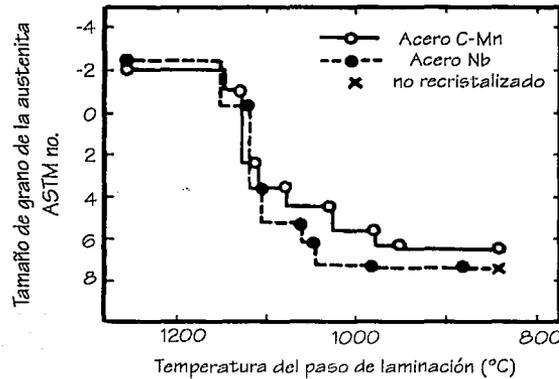


Figura 4.4. Variación en el tamaño de grano de la austenita recrystalizada con pasadas sucesivas de laminación

3) Laminación final.- La temperatura de inicio del proceso de laminación final puede no estar especificado, pero esta usualmente en el rango de los 950 a los 850 °C. Por debajo de este rango de temperatura, puede ocurrir en cierto grado alguna recrystalización fina de granos de austenita, pero la mayoría de los granos elongados de austenita, no recrystalizan.

Aunque estos cambios microestructurales contribuyen al refinamiento de la ferrita, la contribución a partir de granos de austenita no recrystalizados, es la más importante. El efecto producido por la austenita no recrystalizada al refinamiento de grano ferrítico está cercanamente relacionado a la deformación acumulativa en los pasos de deformación por debajo de la temperatura de recrystalización de la austenita. La temperatura final de laminación indica el total de reducción bajo la temperatura de recrystalización de la austenita. La temperatura final de laminación es también importante en la determinación de cuando la laminación final es terminada en la región de  $\gamma$ ,  $(\gamma+\alpha)$  ó  $\alpha$ .

#### 4.5 Efecto de los elementos de aleación en la laminación controlada

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

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

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

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

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

El tamaño de grano recalentado se refina por medio del efecto de precipitados finos de AlN, Nb(C, N), TiN y VN, y depende de la temperatura de recalentamiento. El Nb y el Ti se disuelven en la austenita a la temperatura de recalentamiento, suprimiendo fuertemente la recristalización de la austenita durante y después de la deformación en caliente. Por lo tanto, la temperatura de recristalización se incrementa por más de 100 °C, lo cual permite a la etapa final de la laminación convencional controlada, iniciar a temperaturas de laminación significativamente altas. El Nb inicialmente en solución en austenita, produce un refinamiento de grano ferrítico adicional durante la transformación  $\gamma\text{-}\alpha$ , cuando el tamaño de grano austenítico previo a la transformación, es adecuadamente refinado.

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

## 4.6 Deformación en frío

### 4.6.1 Deformación plástica

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

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

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

Hay defectos que son introducidos por una variedad de formas. Sin embargo, sólo se consideran los producidos por deformación plástica. Aunque los defectos puntuales así como las dislocaciones son introducidos durante la deformación, los defectos puntuales aumentan con un recocido a bajas temperaturas y generalmente tienen un pequeño efecto en las propiedades mecánicas del metal. Las propiedades mecánicas y físicas del metal dependen del contenido de dislocaciones y por esto las propiedades son elevadas durante la deformación plástica.

### 4.6.2 Energía almacenada

Durante la deformación de un metal, su microestructura cambia de muchas maneras. Primeramente, los granos cambian su forma y existe de un modo sorprendente un incremento en el largo del área de la frontera de grano. La nueva área de frontera de grano deberá ser creada durante la deformación y esto se realiza mediante la incorporación de algunas dislocaciones que se están creando continuamente durante el proceso de deformación.

Una segunda característica, particularmente a nivel microscópico; es la aparición de una estructura interna dentro de los granos; esto resulta de la acumulación de dislocaciones. Excepto por la pequeña contribución de algunas vacancias y elementos intersticiales que debieron haber quedado; la cantidad de la energía de todas las dislocaciones y nuevas interfaces representan la energía almacenada de deformación.

Cada etapa del proceso de recocido involucra pérdida de cierta cantidad de energía almacenada y un correspondiente cambio en la microestructura. La liberación de la energía almacenada provee del manejo de la fuerza impulsora de la recuperación y la recristalización; pero es naturaleza de la microestructura que controle tanto el desarrollo y crecimiento del núcleo, que se convertirá en granos recristalizados y orientados.

Mucho del trabajo empleado en la deformación de un metal está distribuido como calor y sólo una pequeña parte (~1%) queda como energía almacenada en un metal. Esta energía almacenada, la cual proviene del origen de todos los cambios de propiedades los cuales son típicos durante la deformación. Sin embargo, la movilidad de las vacancias y elementos intersticiales es tan grande que excepto en el caso especial de deformación a muy bajas temperaturas, los puntos de defectos no contribuyen significativamente en el almacenamiento de energía.

En el caso común de deformación a temperatura ambiente, casi toda la energía almacenada es resultado de la acumulación de dislocaciones y de la diferencia esencial entre los estados de deformación y recocido situados en el contenido de dislocaciones y arreglo. Debido a esto, la importancia en la discusión de la deformación de microestructura durante la recuperación y recristalización deberá estar basada en la densidad, distribución y arreglo de dislocaciones.

El incremento en la densidad de dislocaciones es debido al bloqueo de nuevas dislocaciones creadas por dislocaciones existentes y su incorporación dentro de varias características microestructurales propias del estado de deformación; una de las cuales es la forma del grano. Durante la deformación, los granos de un metal policristalino cambian su forma de una manera que corresponde a un cambio de forma microscópico y como resultado hay un incremento en el área de frontera de grano.

#### 4.6.2a Variables que afectan la magnitud de la energía almacenada

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

#### 4.6.2b Mecanismos para el almacenamiento de energía

- 1) Deformación elástica.- La energía por deformación elástica es la menor contribuyente al almacenamiento de energía, teniendo como conclusión que la mayor porción de la energía almacenada debe ser adscrita a imperfecciones de la red.
- 2) Dislocaciones.- La energía de deformación en el material debida a dislocaciones circundantes, depende de la distancia de las dislocaciones, la orientación de las dislocaciones con respecto a su vector de Burgers, y la curvatura de la dislocación. Como las dislocaciones se llegan a arreglar en nudos densos, varios componentes de esfuerzo pueden ser cancelados, bajando eficazmente la energía de deformación por unidad de longitud asociada con cualquier dislocación.

Típicamente los materiales recocidos tienen una densidad de dislocaciones de entre  $10^6$  y  $10^8$  dislocaciones por  $\text{cm}^2$ . La precisa distribución de las dislocaciones depende mayormente del metal, su pureza y la historia de deformación.

3) Defectos puntuales.- Seitz (1952), mostró que la formación de vacancias puede explicar los cambios en la resistividad eléctrica debidos al trabajo en frío. El sentimiento general con respecto a los átomos intersticiales es que subsecuentemente su energía de formación es probablemente mayor que la de las vacancias. Esto es debido a la presencia de múltiples complejidades como son las impurezas, las dislocaciones y la interacción de defectos puntuales.

4) Fallas de apilamiento.- La formación durante la deformación de las fallas de apilamiento, pueden considerarse como una porción considerable de la energía almacenada. El tamaño de esta porción depende del propio metal, ya que éste determina la energía de la falla por unidad de área.

5) Maclas.- Las grandes deformaciones producen maclas las cuales pueden ser visibles bajo un microscopio óptico, éstas no contribuyen apreciablemente a la energía almacenada, sin embargo; en una escala fina estas son comparables a las fallas de apilamiento, por tanto, pueden contribuir significativamente a la energía almacenada.

#### 4.6.3 Recuperación

El término recuperación se refiere a los cambios en las propiedades de un material deformado la cual ocurre antes de la recristalización; estos cambios son propiedades parcialmente restauradas o restablecidas en sus valores antes de la deformación. Es conocido ahora que la recuperación es primeramente debida a cambios en la estructura de dislocación del material, y cuando se habla de recuperación es más conveniente concentrarse en los aspectos microestructurales.

La microestructura original trabajada en frío está compuesta por granos deformados con gran número de dislocaciones entrelazadas. Cuando en un principio se calienta el metal, la energía térmica adicional permite que las dislocaciones se muevan y formen los bordes de una estructura subgranular poligonizada. Sin embargo, la densidad de las dislocaciones se mantiene virtualmente sin modificación; este tratamiento a baja temperatura se llama recuperación.

Durante la recuperación, los cambios microestructurales en un material son sutiles y ocurren en pequeña escala. Las microestructuras observadas por microscopía óptica usualmente no revelan mucho cambio y por esta razón, la recuperación es frecuentemente medida indirectamente por ciertas técnicas, por ejemplo siguiendo el cambio en algunas propiedades mecánicas y físicas del material.

La medición de los cambios en la energía almacenada por medio de calorimetría, es el método más directo para seguir a la recuperación porque la energía almacenada está directamente relacionada con el número y configuración de las dislocaciones en el material.

#### 4.6.4 Recristalización

La recristalización de una microestructura deformada es frecuentemente llamada recristalización primaria para distinguirla de procesos de crecimiento de grano exagerados, los cuales ocurren en un material totalmente recristalizado y el cual algunas veces es llamado recristalización secundaria o crecimiento de grano anormal. La recristalización primaria es entonces la nucleación y el crecimiento de nuevos granos libres de deformación y el gradual consumo de la matriz deformada por el crecimiento de estos granos. El crecimiento es acompañado por la migración de los bordes de grano con un ángulo grande.

Es conveniente dividir a la recristalización en dos regímenes, *nucleación* el cual corresponde a la primera aparición de nuevos granos en la microestructura y, *crecimiento* durante el cual los nuevos granos reemplazan al material deformado. A pesar de que estos dos eventos ocurren consecutivamente para un grano particular, tanto la nucleación como el crecimiento pueden ocurrir en cualquier momento por todo el espécimen.

La cinética de recristalización es sin embargo, superficialmente similar a las de fase de transformación, la cual ocurre por medio de la nucleación y crecimiento. El progreso de recristalización con tiempo durante el recocido isotérmico es comúnmente representado por una gráfica de la fracción de volumen de material recristalizado contra el tiempo. Esta gráfica usualmente tiene una forma sigmoideal, la cual se muestra en la figura 4.5; y típicamente muestra un aparente tiempo de incubación antes de que la recristalización sea detectada. Esto es seguido por un incremento en la razón de recristalización, una región lineal y finalmente una disminución en la razón de recristalización.

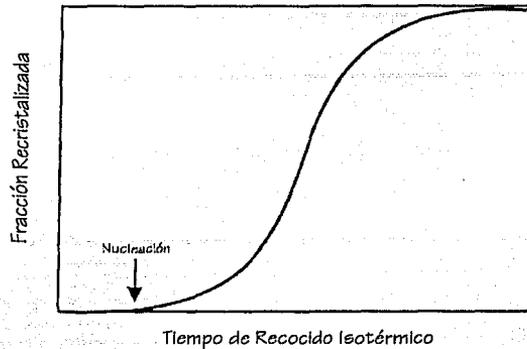


Figura 4.5. Representación esquemática de la cinética de transformación isotérmica

#### 4.6.4a Reglas de recristalización

Mehl (1948), Burke y Turnbull (1952) listaron seis reglas o leyes de la recristalización las cuales fueron conocidas desde 1920.

Esta serie de enunciados, basados en los resultados de un gran cuerpo de trabajo experimental, expresan el efecto de la microestructura inicial (tamaño de grano) y los parámetros de procesamiento (esfuerzo de deformación y la temperatura de recocido), en el tiempo de recristalización y el tamaño de grano después de la recristalización, las cuales se muestran a continuación:

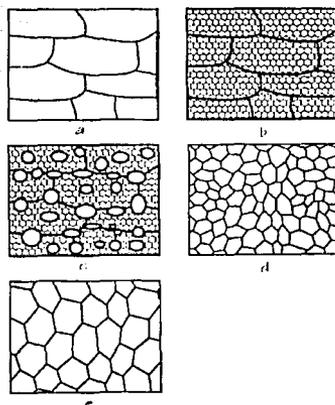
- 1.- Una deformación crítica es necesaria para producir la recristalización.
- 2.- El incremento en el tiempo de recocido hace que decrezca la temperatura de recristalización.
- 3.- El tamaño de grano final depende principalmente del grado de deformación y de la temperatura de recocido.
- 4.- El tamaño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

#### 4.6.5 Crecimiento de grano

Como su nombre lo indica el crecimiento de grano en un material previamente trabajado en frío y recocido es el incremento en promedio del tamaño de grano de un material policristalino.

A pesar de que la recrystalización primaria frecuentemente precede al crecimiento de grano, esto no es sin embargo necesariamente un precursor. Cuando la recrystalización primaria, la cual es manejada por la energía almacenada del trabajo en frío es completada, la estructura aún no es estable y un futuro crecimiento de granos recrystalizados puede ocurrir. La fuerza principal para esto es una reducción en la energía la cual es almacenada en el material en forma de fronteras de grano. La importancia tecnológica del crecimiento de grano se deriva de la dependencia de propiedades, y en particular del comportamiento mecánico, en el tamaño de grano. En materiales para aplicación estructural a bajas temperaturas, un tamaño de grano pequeño es normalmente requerido para optimizar su resistencia y dureza. Sin embargo, para mejorar la resistencia a la ruptura en altas temperaturas de un material, es requerido un grano grande.

El crecimiento de grano puede ser dividido en dos tipos, crecimiento de grano normal y crecimiento de grano anormal o recrystalización secundaria. Durante el crecimiento de grano normal, la microestructura cambia de una forma bastante uniforme, existe un relativo pequeño rango de tamaño de grano y formas. Durante el crecimiento de grano anormal, una pequeña cantidad de granos en la microestructura crece y consume a la matriz de pequeños granos y una doble modalidad en la distribución del tamaño de grano se desarrolla. En la figura 4.6 se muestra una representación de los procesos de recuperación, recrystalización y crecimiento de grano.



*Figura 4.6. Diagrama esquemático del efecto de la temperatura de recocido sobre la microestructura de metales trabajados en frío: a) estado deformado, b) recuperación, c) parcialmente recrystalizado, d) completamente recrystalizado y e) crecimiento de grano*

## ~ DESARROLLO EXPERIMENTAL ~

## 5.1 Procedimiento de fabricación del acero ultralimpio

La ruta tecnológica para la fabricación de aceros ultra bajo carbono involucró el uso de hierro esponja con alto grado de metalización, el cual fue alimentado en un horno de arco eléctrico con una capacidad de 264 toneladas. Después de la fusión del hierro esponja y su descorificación; el acero líquido se vació a un horno olla para su desoxidación. Posteriormente se llevó a cabo el desgasado al vacío del acero con el propósito de remover, mediante la agitación con argón, el carbono del baño líquido; ajuste de olla (adiciones de ferroaleaciones y estabilizadores); una vez que los procesos químicos y termodinámicos terminaron, se coló en una máquina de colada continua el acero. Los resultados del análisis químico del acero estudiado se muestran en la tabla 1.

Elemento	Planchón (% en peso)
C	0.025
Mn	0.20-0.25
Si	0.025
P	0.015
S	0.010
Al	0.025-0.060
Nb	0.004
Cu	0.040
Cr	0.030-0.050
Ni	0.040
Mo	0.020
Sn	0.020
V	0.006
Ti	0.006
N <sub>2</sub>	0.006

Tabla 1. Composición química del planchón de acero ultralimpio

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

## 5.2 Análisis metalográfico

Primeramente metalografía se refiere a la estructura de los metales; sin embargo, no sólo se refiere a la estructura de los metales sino que también abarca la ciencia necesaria de la preparación superficial preliminar. Una vez que fue posible preparar la superficie del material de tal manera que fuera lo suficientemente confiable para revelar la verdadera estructura, fue posible relacionar las características del material tales como ductilidad, dureza, plasticidad, etc. Esto llevó al desarrollo de nuevos y mejores materiales lo cual contribuyó también al desarrollo de la metalúrgica microscópica. La preparación microestructural de la muestra involucra un proceso que consiste de un cierto número de pasos para revelar y estudiar al material.

El análisis metalográfico, por lo tanto, representa la observación de muestras representativas o trozos de los productos mismos, después de ser pulidas y atacadas adecuadamente con reactivos específicos. Su objetivo es estudiar la microestructura del metal con el fin de informarse acerca de los tratamientos y las características mecánicas de éste, ya que de la microestructura dependen las propiedades del material. El primer paso consiste en seleccionar una muestra representativa del material a evaluar; el segundo es preparar correctamente la muestra. La región de interés será cortada de la pieza original. Las superficies seleccionadas serán desbastadas, pulidas y atacadas químicamente para revelar la estructura específica o estructuras de interés. Durante el corte de la muestra, la estructura de la aleación puede ser dañada hasta una profundidad aproximada de 1mm.

Ésta profundidad depende del tipo de cortador usado, la velocidad de corte, la lubricación y la dureza del material, porque mientras más duro sea el material menor será el daño causado por el corte. Una vez cortada la muestra se puede montar o encapsular en resina, el objetivo de esto es facilitar el desbaste ya que la muestra puede ser muy pequeña; o para proveer de un tamaño uniforme facilitando procesos futuros, o simplemente porque la muestra tiene filos que la hacen difícil de manipular a la hora del desbaste.

El desbaste se realiza por la abrasión de la superficie de la muestra con papel lija grado 100 para obtener un desbaste grueso de la superficie dañada por el corte de la muestra; posteriormente se utilizan otros papeles de menor grado (320, 400 y 600) para continuar con el desbaste de la muestra; el grado del papel nos indica el número de partículas por unidad de área que hay en éste, por lo que con un grado menor de papel (por ejemplo grado 100) el tamaño de las partículas es más grande, con lo que se obtiene una superficie con rayas más profundas que con uno de grado 600 el cual sus partículas son muy finas.

El daño de la superficie del espécimen de cada abrasivo será eliminado por el paso siguiente de desbaste más fino, para obtener al final del desbaste una superficie con rayas de desbaste fino, que serán más fáciles de eliminar mediante el pulido de la muestra; este pulido generalmente involucra un pulido bruto y un pulido fino. En el pulido bruto, el paño es impregnado con un abrasivo, el cual puede ser pasta de diamante o alúmina ( $Al_2O_3$ ), teniendo esta última diferente granulometría desde  $1\mu m$  hasta  $0.05\mu m$ ; el pulido se lleva a cabo colocando al espécimen sobre la superficie de paño, estando este en una pulidora; el cual al momento de estar girando arrastra partículas del abrasivo por debajo del espécimen haciendo que este quede al final de esta operación con una superficie de espejo o sea sin rayas. El acabado superficial y rapidez en el pulido va a depender de las características abrasivas del paño, del tipo de abrasivo y forma, el tamaño de las partículas y de las características del espécimen sobre la superficie del paño.

Después viene el ataque químico el cual incluye cualquier proceso usado para revelar la microestructura de un metal o aleación. Debido a que los detalles microestructurales no son observables a simple vista la superficie de la muestra deberá ser tratada para revelar las características microestructurales tales como granos, límite de grano, líneas de deslizamiento, segundas fases y límites de fase. El ataque químico afecta a diferentes velocidades a las áreas de diferente orientación cristalográfica, a imperfecciones cristalinas o a compuestos diferentes. El resultado son superficies irregulares que reflejan luz incidente, produciendo un contraste, una coloración, etc.

Actualmente las técnicas microscópicas usadas para la caracterización de los materiales son: microscopía óptica, microscopía de barrido de electrones y microscopía de transmisión de electrones.

- *Microscopía óptica.*- este comprende el examen de materiales usando luz visible para proporcionar una imagen aumentada de la micro y macroestructura de un material después de que su superficie ha sido atacada con un reactivo químico; ésta técnica es empleada para caracterizar estructuras mediante el revelado de límites de grano y de fase, distribución de inclusiones y evidencias de la deformación mecánica.

- *Microscopía de barrido de electrones (Scanning Electron Microscopy, S.E.M.).*- en ésta técnica, la superficie de la muestra es bombardeada con un rayo de electrones que provee información para producir una imagen aumentada.

Es utilizado para examinar superficies fracturadas y superficies que requieren una profundidad de campo mayor que la obtenida con un microscopio óptico; es utilizada también para el análisis de productos de corrosión, y otras superficies ásperas, especialmente cuando se desea realizar un microanálisis elemental en áreas pequeñas.

- *Microscopía de transmisión de electrones (Transmission Electron Microscopy, T.E.M.)*- consiste en hacer pasar un rayo de electrones a través de un espécimen muy delgado, analizando la información estructural transmitida por el haz. Es empleado para examinar arreglos de dislocaciones o estructuras, y otros pequeños defectos en metales y aleaciones. Las partículas de segundas fases no observables utilizando la metalografía óptica pueden ser analizadas utilizando ésta técnica de transmisión de electrones.

### 5.2.1 Obtención de muestras a estudiarse

De la industria se facilitaron placas de acero ultralimpio laminadas en caliente con dimensiones de 30 x 30cm, de las cuales se extrajeron muestras de 2 x 1cm de la sección longitudinal y transversal con respecto a la dirección de laminación con el propósito de llevar a cabo la caracterización microestructural del mismo con las técnicas ya mencionadas.

### 5.2.2 Preparación metalográfica

Las muestras se desbastaron con papel lija No. 100, 320, 400 y 600, posteriormente se pulieron con alúmina de 1 $\mu$ m usando paños de textura fina. Una vez pulidas las muestras se atacaron con una solución de ácido nítrico disuelto en etanol (nital al 2%), para revelar la microestructura la cual se analizó bajo las técnicas de microscopía óptica, y de barrido de electrones. Esto se hizo para muestras laminadas en caliente, laminadas en frío y recocidas.

#### *Microscopía óptica.*

La microestructura obtenida en cada muestra en la condición de laminación en caliente se observó en un microscopio óptico Olympus Zeiss, modelo VANOX AHMT3, con un poder de resolución de 2500X. Durante la observación microscópica de las muestras, se tomaron una serie de fotomicrografías de las áreas más claras y representativas de cada muestra con el fin de reconocer las características principales de la microestructura, esto es, la morfología de las inclusiones y de los precipitados, el tamaño de grano y de sus límites principalmente.

### *Microscopía de barrido de electrones.*

De las zonas observadas en el microscopio óptico, se seleccionaron las áreas de mayor interés principalmente límites de grano y precipitados. Estas zonas fueron observadas en un microscopio de barrido S.E.M.-Stereoscan 440-Leica, operado a 20 kV.

Este equipo cuenta con un sistema de análisis de energía dispersa y un paquete de software ZAF-4/FLS, lo que permite realizar microanálisis sobre las partículas de mayor interés. Este programa mediante procedimientos matemáticos, efectúa el ajuste de la señal captada mediante la remoción y traslape de picos, y la substracción de ruido.

### *Microscopía electrónica de transmisión.*

Las observaciones a nivel micro y nanométrico de la estructura se realizaron en un microscopio de transmisión marca Jeol modelo T120, operado a 120 kV. Se emplearon muestras de 3mm de diámetro y 50 $\mu$ m de espesor. Estas se perforaron en un equipo marca Struers de dos chorros. Para la perforación de las muestras se utilizó una solución de 5% de ácido perclórico en etanol a una temperatura de 18 °C y con un voltaje de 25 volts. Una vez perforadas las muestras se colocaron en el porta-muestras y fueron introducidas en el microscopio.

## 5.3 Laminación en caliente

La laminación en caliente, como ya se ha mencionado se realizó en las instalaciones de Ispat Mexicana, donde todos los planchones fueron laminados sin problema alcanzando obtener la meta de 1.9mm de espesor como mínimo del rollo laminado en caliente, además de cumplir con las metas establecidas en las variables de proceso como son velocidad, temperatura final de laminación, temperatura de enrollado, esto fue gracias a que esta empresa cumplió con la meta del contenido de cobre (0.04%) siendo ésta una característica especial solicitada, cabe señalar que entre más contenido de cobre se obtenga (>0.06%) mayor será la variación de resultados que se tendrá en el molino caliente.

La laminación en caliente se realizó en 6 pases por los rodillos con velocidades que varían entre 57 a 445 mpm dependiendo del pase por rodillos y el por ciento de deformación por pase; después los panchones se dejaron enfriar a temperatura ambiente; todos estos resultados se muestran en el capítulo 6.

## 5.4 Laminación en frío

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

Después de hacer la reducción de espesor de los planchones de acero ultralimpio por medio de la laminación en caliente en la industria, con espesores finales de aproximadamente 3mm, las placas fueron lijadas y limpiadas para tener una superficie uniforme y libre de óxido, se laminaron en frío en el IIM-UNAM, en un molino de laminación Fenn de 25-t con rodillos de 12.5cm de diámetro, lubricando las muestras en una mezcla de agua y 10% de aceite; obteniendo una deformación de aproximadamente del 85% en todas las placas laminadas; los resultados de la laminación en frío se muestran en el capítulo 6.

## 5.5 Tratamiento térmico de muestras

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

Durante el tratamiento térmico se obliga al material a seguir dos procesos realmente simultáneos, pero diferenciados que son la recuperación y la recristalización. Como ya sea ha mencionado la recuperación se produce por distintos mecanismos internos, que originan la liberación de la energía almacenada y que ocurren sin modificar el grano. Se eliminan vacíos y átomos intersticiales y se destruyen dislocaciones estables, formadas durante la deformación en frío.

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

De las láminas obtenidas al final del proceso de laminado en frío, se tomaron muestras con dimensiones de 6 x 3cm, las cuales fueron cobrizadas en una solución de agua y sulfato de cobre ( $\text{CuSO}_4$ ), con el fin de evitar la oxidación de las muestras durante su recocido a las diferentes temperaturas de trabajo (700, 750, 800 y 850 °C). Las muestras fueron sometidas al recocido a distintos tiempos (5 min, 3 min, 2 min, 1 min, 30 seg y 15 seg), esto con el fin de determinar mediante el análisis de la microestructura de las muestras el porcentaje de recristalización de cada una a distintos tiempos de tratamiento térmico. Para tener una medición más precisa de la temperatura en el horno, se utilizó un termopar cromel-alumel conectado a un graficador Linseis con el cual se obtuvieron gráficas de voltaje contra tiempo.

## 5.6 Pruebas mecánicas al acero ultralimpio

El ensayo de tensión es usado ampliamente en ingeniería para obtener información de diseño básico sobre la resistencia de los materiales y como una prueba de aceptación de calidad en la especificación de materiales para aplicaciones específicas. En este ensayo, una muestra adecuadamente seleccionada del material en evaluación es maquinada de acuerdo con las especificaciones establecidas en ASTM designación E-8M y sometida a una fuerza de tensión axial la cual se incrementa continuamente a medida que se deforma la probeta mediante un mecanismo adecuado, por ejemplo en una máquina universal electromecánica. Durante la aplicación de estas fuerzas, el cambio en dimensiones de la probeta (longitud y/o diámetro) debe medirse continuamente utilizando micrómetros, extensómetros o algún otro instrumento de medición adecuado.

Las probetas del ensayo de tensión tienen las siguientes características (figura 5.1):

W.- ancho de la probeta

T.- espesor de la probeta

L.- largo de la probeta

B.- largo de la sección de agarre

C.- ancho de la sección de agarre

R.- radio de filete de la probeta

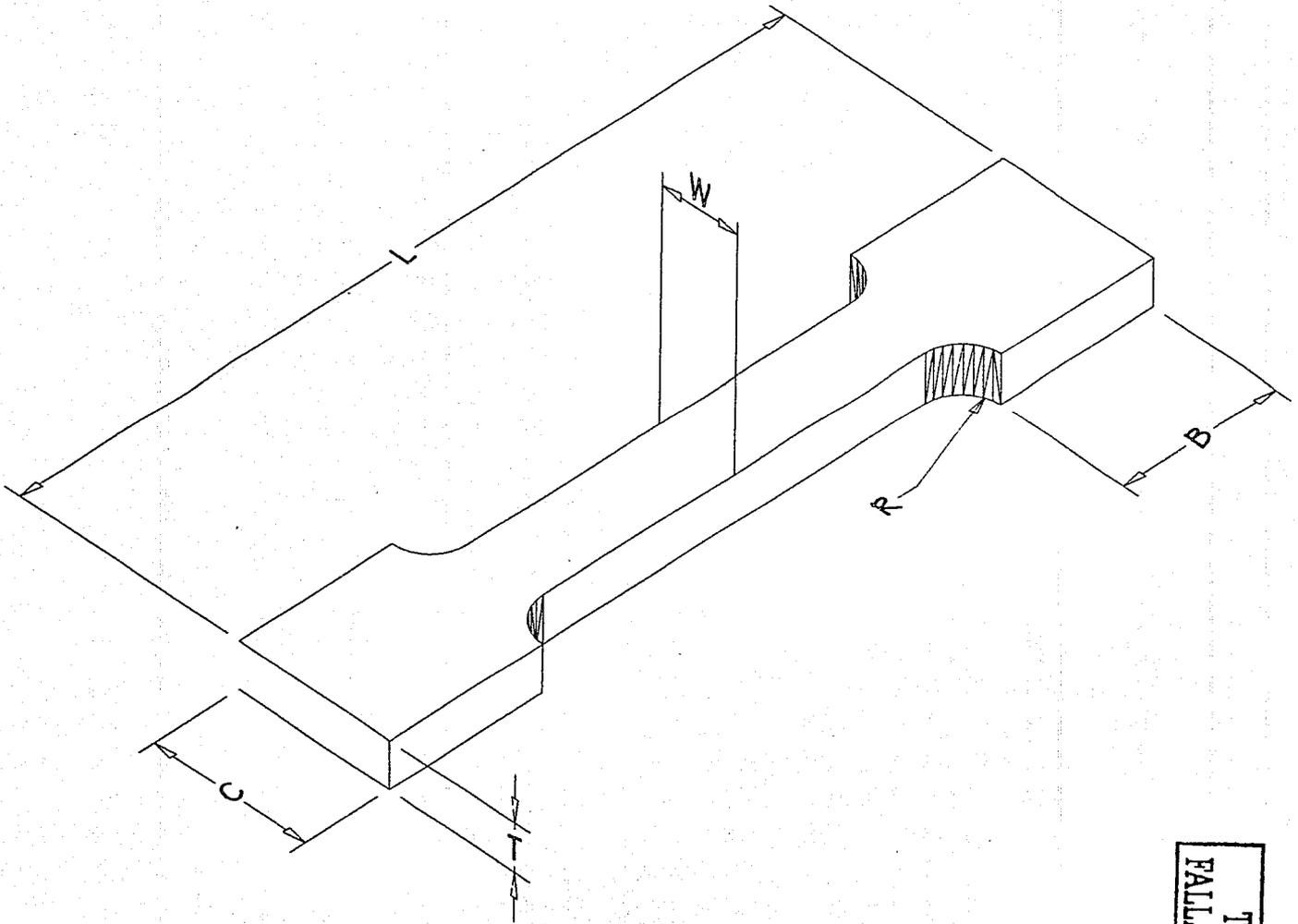


Figura 5.1. Probeta rectangular para los ensayos de tensión

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

El ensayo de tensión nos permite determinar, o estimar al menos, las propiedades mecánicas más importantes de un material metálico, por ejemplo:

- 1) El límite elástico se estima a partir de la región lineal inicial de la curva esfuerzo-deformación.
- 2) La resistencia a la cedencia plástica se estima a partir del esfuerzo necesario para causar una pequeña cantidad de deformación permanente en la probeta, usualmente 0.1 ó 0.2%.
- 3) La capacidad del material para deformar homogéneamente se estima a partir de la deformación y el esfuerzo máximos observados. A este último se le conoce también como la resistencia a la tracción del material.
- 4) La capacidad del material para resistir la aplicación de fuerzas sin fracturarse se pueden estimar a partir de la deformación y el esfuerzo observados al momento que ocurre la separación física de la probeta de ensayo. Estas cantidades sirven para estimar la ductilidad del material y se les conoce como el porcentaje de elongación a fractura y el esfuerzo de fractura.
- 5) La capacidad del material para absorber energía durante la deformación, es decir la resiliencia y la tenacidad, pueden estimarse integrando la curva esfuerzo-deformación en el rango elástico o en el rango plástico.

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

Como se ha dicho las propiedades mecánicas típicas de un material metálico son determinadas por el ensayo de tensión, el cual se representa con la curva esfuerzo-deformación mostrada en la figura 5.2; esta curva se puede construir a partir de las mediciones el esfuerzo nominal  $\sigma$  (Pa) y la deformación nominal  $\epsilon$  (m/m), derivadas de la fuerza aplicada  $F$  (N) y el área original  $A_0$  ( $m^2$ ), y la deformación lineal promedio mediante las siguientes ecuaciones:

$$\sigma = F / A_0$$

$$\epsilon = (l - l_0) / l_0$$

donde:  $l_0$  es la longitud inicial y  $l$  es la longitud final de la probeta.

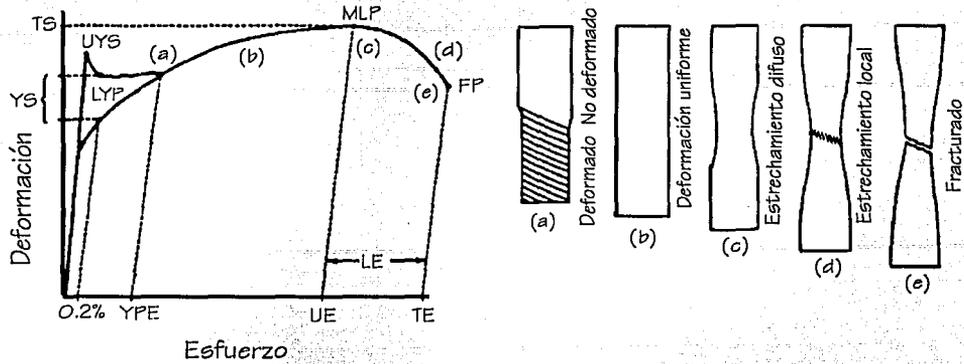


Figura 5.2. Curva esfuerzo-deformación de un ensayo de tensión en un acero

- De la figura anterior.- UYP: punto de cedencia superior; LYP: punto de cedencia inferior; MLP: punto de carga máximo; FP: punto de fractura; YS: esfuerzo de cedencia; TS: esfuerzo a la tensión; YPE: punto de cedencia de elongación; UE: elongación uniforme; LE: elongación local y TE: elongación total.

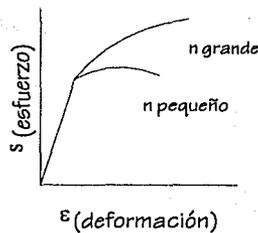
La respuesta del metal al trabajo en frío está dada por su coeficiente de endurecimiento por deformación  $n$ , que es la pendiente de la porción de la curva esfuerzo real-deformación real de la figura 5.2 si se usa como escala logarítmica:

$$\sigma_R = K \epsilon_R^n$$

o bien:

$$\log \sigma_R = \log K + n \log \epsilon_R$$

donde:  $\sigma_R$  es el esfuerzo real,  $\epsilon_R$  es la deformación real y  $K$  es una constante que es igual al esfuerzo cuando  $\epsilon_R=1$ .



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Figura 5.3. Curva esfuerzo-deformación comparando el valor de  $n$

### 5.6.1 Anisotropía de la resistencia a la deformación en tensión

En 1950 Lankford indicó por primera vez la estrecha relación entre la anisotropía plástica observada en aceros de bajo carbono laminados en frío y recocidos y la distribución de orientaciones de granos (textura) producidas por la deformación plástica y el tratamiento térmico.

Posteriormente, en 1960, Whiteley demostró conclusivamente que la orientación preferencial de los granos en láminas de acero es la propiedad más importante del material ya que determina el comportamiento del metal durante las operaciones de estampado y llegó a la conclusión de que la formabilidad de láminas de acero con una orientación preferencial de granos es superior al de una lámina en la cual los granos están orientados en forma aleatoria.

La anisotropía es una característica de tener propiedades con valores distintos en direcciones diferentes, en otras palabras a la dependencia a la cedencia, o en general, de una cierta propiedad mecánica, con la dirección de medición en la lámina se le denomina anisotropía. Así, la variación de  $\sigma$  con  $\theta$  se conoce como anisotropía plana; en contraste, a la diferencia entre el valor de  $\sigma$  en el plano de la lámina y en la dirección del espesor se conoce como anisotropía normal.

Deberá ser claro que la determinación cuantitativa del grado de anisotropía normal en una lámina de acero requiere de la medición de la resistencia a la tensión en el plano de la lámina y en la dirección perpendicular a este plano, es decir; en la dirección del espesor de la lámina. Sin embargo, en la práctica es difícil llevar a cabo una medición de la resistencia a la deformación de una lámina en la dirección paralela a su espesor. Alternativamente, se puede estimar la relación de resistencias en el plano de la lámina y perpendicular a él si se miden, en un ensayo de tensión, las deformaciones verdaderas en las direcciones transversal  $\epsilon_w$  y normal  $\epsilon_t$ , entonces la relación de deformación plástica  $r$ , está definida como:

$$r = \frac{\epsilon_w}{\epsilon_t} = \ln (w_o/w_f) / \ln (t_o/t_f)$$

donde:  $w$  y  $t$  son el ancho y espesor de la probeta respectivamente y, los subíndices  $O$  y  $f$  indican las condiciones inicial y final.

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

Este valor se obtiene midiendo los valores de  $r$  en la dirección  $\theta$  a  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $90^\circ$  del laminado, es decir:

$$r_m = (r_0 + 2r_{45} + r_{90}) / 4$$

El significado físico del parámetro  $r$  puede evaluarse considerando los casos límite que son los siguientes:

- a)  $r_m = 1$ , implica que la resistencia a la deformación en el plano de la lámina y en la dirección del espesor son iguales, es decir, el material es isotrópico.
- b)  $r_m > 1$ , sugiere que la resistencia promedio en el plano de la lámina es menor que en la dirección del espesor y que el material tiene una buena resistencia al adelgazamiento.

Desde el punto de vista práctico, una lámina de acero con un valor  $r_m >> 1$  será altamente resistente al adelgazamiento uniforme y, por lo tanto, será muy deseable cuando la lámina esté destinada al procesamiento posterior mediante operaciones de estampado.

De las muestras recocidas a  $700$ ,  $750$ ,  $800$  y  $850^\circ\text{C}$ , se hicieron pruebas de tensión a las de tiempo de 5 minutos de tratamiento térmico para tener la seguridad de que la pieza tenía una microestructura completamente recristalizada, es decir, libre de deformación; en las direcciones de  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $90^\circ$  para obtener la constante de Lankford. El ensayo de tracción se llevó a cabo en una máquina de ensayo universal Instron 1125, la velocidad de avance del ensayo fue de  $5\text{mm/seg}$ , estas muestras se utilizaron también para obtener la constante de Lankford y el número  $n$ . En la siguiente figura se muestra un resumen del desarrollo experimental de nuestro acero.

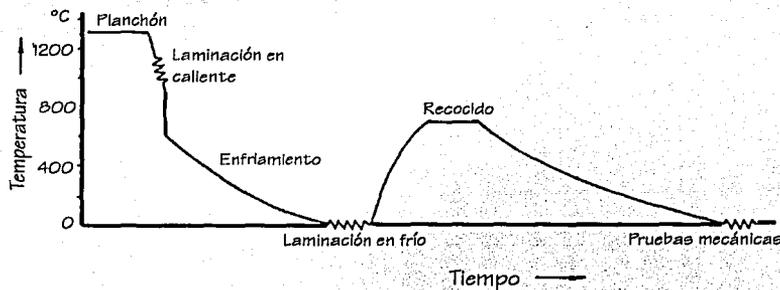


Figura 5.4. Proceso para el desarrollo experimental del acero ultralimpio estudiado

## CARACTERÍSTICAS DEL ACERO ULTRALIMPIO

Nuestro acero se caracterizó microestructuralmente en la condición de laminación en caliente, laminación en frío y con recocido; para posteriormente someter éstas muestras a pruebas mecánicas de tensión, determinando valores de última resistencia a la tensión, 0.2% de límite de fluencia y por ciento de elongación; obteniendo con todo esto la constante de Lankford y el valor  $n$ .

## 6.1 Laminación en caliente (en industria)

En la industria se realizó la laminación en caliente de los planchones con colada número: 356153A Punta, 356153A Fin, 356154A Punta, 356154A Fin, 356162, 356152A, 356164A y 356165A; todos con un peso de 8.3 toneladas. Estos planchones fueron cortados a un ancho de 965mm x 200mm, el rango de espesores a laminar fue de 3.42 a 1.9mm siendo el objetivo laminar en molino caliente hasta un espesor de 1.9mm, con un ancho de 954mm para los planchones antes mencionados. Los resultados de proceso obtenidos de los planchones son los siguientes:

No. de colada	Espesor real (mm)	Ancho real (mm)	%reducción por pase	%reducción total	$\dot{\epsilon}$ (1/seg) por pase
356152A	4.76	952	13.54	81.26	0.34
356153A Punta	3.42	953	14.40	86.54	0.36
356153A Fin	3.42	953	14.40	86.54	0.36
356154A Punta	3.42	953	14.40	86.54	0.36
356154A Fin	3.42	953	14.40	86.54	0.36
356162A	1.89	946	15.42	92.55	0.39
356164A	1.90	948	15.39	92.52	0.39
356165A	1.90	948	15.39	92.52	0.39

Tabla 1. Espesores, % de reducción y velocidad de deformación en la laminación en caliente después de 6 pases por los rodillos de laminación.

No. de colada	Temp. inicial	Pérdida de temp. por pase	Temp. final	Temp. enrollado
356152A	1102 °C	38.0 °C	874 °C	478 °C
356153A Punta	1105 °C	44.5 °C	838 °C	505 °C
356153A Fin	1105 °C	44.5 °C	838 °C	505 °C
356154A Punta	1083 °C	38.8 °C	850 °C	558 °C
356154A Fin	1083 °C	38.8 °C	850 °C	558 °C
356162A	1117 °C	45.1 °C	846 °C	604 °C
356164A	1112 °C	45.3 °C	840 °C	555 °C
356165A	1118 °C	46.1 °C	841 °C	546 °C

Tabla 2. Temperaturas en la laminación en caliente.

El planchón se recalentó por 9 horas hasta alcanzar temperaturas mayores a 1100 °C. La temperatura inicial de laminación fue en promedio de 1112 °C, iniciando la deformación del planchón en la región  $\gamma$ . La laminación en caliente se llevó a cabo en 6 pasos siendo la pérdida de temperatura promedio de 43 °C. Durante el último pase de laminación la temperatura fue <910 °C por lo que se entró a la región bifásica ( $\alpha+\gamma$ ). Finalizando la laminación a una temperatura promedio de 850 °C.

A estos lotes de acero, después de haber sido laminados en caliente, se les hicieron pruebas mecánicas de tensión de acuerdo con la norma ASTM E-8 obteniendo los resultados que a continuación se reportan (tabla 3):

No. de colada	0.2% límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)	Dureza (HRB)
356152A	277.1	342.0	37.7	57
356153A Punta	256.5	325.4	45.5	52
356153A Fin	271.6	328.9	45.4	54
356154A Punta	277.1	345.4	43.2	55
356154A Fin	266.8	339.2	43.8	56
356162A	255.8	335.1	44.4	56
356164A	274.4	341.3	45.4	58
356165A	264.7	337.1	45.5	55

Tabla 3. Pruebas de tensión y dureza en muestras laminadas en caliente.

## 6.2 Laminación en frío

En la industria el material fue enfriado a temperatura ambiente de 2 a 3 días, para que posteriormente fuera programado para ser laminado en frío en cuatro pasos, obteniendo lo siguiente:

No. Colada	Espesor inicial	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4
356154A	3.42mm	2.61mm	2.10mm	1.69mm	1.598mm
<i>Reducción por paso</i>		23.74%	19.47%	19.56%	5.45%
No. Colada	Espesor inicial	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4
356162A	1.894mm	1.05mm	0.64mm	0.43mm	0.419mm
<i>Reducción por paso</i>		44.37%	39.24%	32.69%	2.77%
No. Colada	Espesor inicial	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4
356165A	1.899mm	1.08mm	0.66mm	0.45mm	0.419mm
<i>Reducción por paso</i>		43.34%	38.54%	31.95%	6.90%

*Tabla 4. Pasos de laminación en frío.*

Después de la laminación en frío, en la industria se recocieron los lotes de acero de la tabla anterior a una temperatura inicial de 700 °C con una permanencia en el horno de 20 horas, finalizando el recocido a una temperatura de 690 °C.

Y finalmente, después del recocido; a los lotes de acero se les hicieron pruebas mecánicas de tensión, determinando valores de última resistencia a la tensión, 0.2% de límite de fluencia, por ciento de elongación y dureza, obteniendo los siguientes resultados de la industria:

No. de colada	0.2% límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)	Dureza (HRB)
356152A	162.7	300.0	43.3	31
356153A Fin	159.3	298.0	44.2	31
356154A Punta	170.3	305.4	43.0	33
356162A	169.0	304.0	42.7	29
356165A	202.0	301.3	44.0	28

*Tabla 5. Pruebas de tensión y dureza en muestras recocidas.*

La laminación en frío realizada en el IIM-UNAM fue en un molino de laminación de 25-t, con rodillos de 6.6675cm de radio y la velocidad por pase promedio usada para laminar fue de 10m/min, logrando obtener con estos valores la velocidad de deformación por pase con la siguiente fórmula:

$$\varepsilon = \frac{V}{\sqrt{R\Delta h}} \ln(e_o/e_f)$$

donde:  $\varepsilon$  es la velocidad de deformación [1/seg]

V es la velocidad de los rodillos [cm/seg]

obteniendo V de:  $V = 2\pi NR/60 \times R$

siendo N=rpm del rodillo y R el radio del rodillo [cm].

R es el radio de los rodillos [cm]

$e_o$  es el espesor inicial de la placa [cm]

$e_f$  es el espesor final de la placa [cm]

$\Delta h$  es la reducción por paso de laminación [cm], siendo  $\Delta h = (e_o - e_f)$

-Para finalmente obtener el porcentaje de deformación por pase con la siguiente fórmula:

$$\%Def. = [(e_o - e_f) / e_o] \times 100$$

Se llevó a cabo la laminación en frío de las muestras previamente laminadas en caliente con número de colada: 356153A Punta, 356153A Fin, 356154A Punta, 356154A Fin, 356162A, 356152A, 356164A y 356165A; llevando la deformación hasta un 85%,; obteniendo los resultados de las tablas que a continuación se presentan.

Para las muestras con colada 356153A Punta, 356153A Fin, 356154A Punta y 356154A Fin; las cuales tienen un espesor inicial de 3.412mm se laminaron en frío obteniendo un espesor final de 0.513mm, como se ve en la siguiente tabla:

Paso de laminación	$e_o$ (mm)	$\Delta h$ (mm)	$e_f$ (mm)	% deformación	$\dot{\epsilon}$ (1/seg)
1	3.421	0.125	3.296	3.65	1.07
2	3.296	0.125	3.171	3.79	1.12
3	3.171	0.125	3.046	3.94	1.16
4	3.046	0.125	2.921	4.10	1.21
5	2.921	0.125	2.796	4.28	1.26
6	2.796	0.125	2.671	4.47	1.32
7	2.671	0.125	2.546	4.68	1.38
8	2.546	0.125	2.421	4.91	1.45
9	2.421	0.125	2.296	5.16	1.53
10	2.296	0.125	2.171	5.44	1.62
11	2.171	0.125	2.046	5.76	1.71
12	2.046	0.125	1.921	6.11	1.82
13	1.921	0.125	1.796	6.51	1.94
14	1.796	0.125	1.671	6.96	2.08
15	1.671	0.125	1.546	7.48	2.24
16	1.546	0.125	1.421	8.09	2.43
17	1.421	0.125	1.296	8.80	2.66
18	1.296	0.125	1.171	9.65	2.93
19	1.171	0.125	1.046	10.67	3.26
20	1.046	0.125	0.921	11.95	3.67
21	0.921	0.125	0.796	13.57	4.21
22	0.796	0.125	0.671	15.70	4.93
23	0.671	0.125	0.546	18.63	5.95
24	0.546	0.033	0.513	6.04	3.50

Tabla 6. Pasos de laminación en frío y espesor final para las muestras 356153A Punta, 356153A Fin, 356154A Punta y 356154A Fin.

Para la muestra con colada 356152A; la cual tiene un espesor inicial de 4.76mm se laminó en frío obteniendo un espesor final de 0.714mm, como se ve en la siguiente tabla:

Paso de laminación	$e_o$ (mm)	$\Delta h$ (mm)	$e_f$ (mm)	% deformación	$\dot{\epsilon}$ (1/seg)
1	4.76	0.25	4.51	5.26	1.10
2	4.51	0.25	4.26	5.54	1.16
3	4.26	0.25	4.01	5.87	1.23
4	4.01	0.25	3.76	6.23	1.31
5	3.76	0.25	3.51	6.65	1.40
6	3.51	0.25	3.26	7.12	1.51
7	3.26	0.25	3.01	7.67	1.63
8	3.01	0.25	2.76	8.31	1.77
9	2.76	0.25	2.51	9.06	1.94
10	2.51	0.25	2.26	9.96	2.14
11	2.26	0.25	2.01	11.06	2.39
12	2.01	0.25	1.76	12.44	2.71
13	1.76	0.25	1.51	14.20	3.13
14	1.51	0.25	1.26	16.56	3.69
15	1.26	0.25	1.01	19.84	4.51
16	1.01	0.25	0.76	24.75	5.80
17	0.76	0.046	0.714	6.05	2.97

Tabla 7. Pasos de laminación en frío y espesor final para la muestra 356152A.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Para las muestras con colada 356162A, 356164A y 356165A; las cuales tienen un espesor inicial de 1.894mm, 1.897mm y 1.899mm respectivamente, se laminaron en frío obteniendo un espesor final de 0.284mm, como se ve en la siguiente tabla:

Paso de laminación	$e_0$ (mm)	$\Delta h$ (mm)	$e_f$ (mm)	% deformación	$\dot{\epsilon}$ (1/seg)
1	1.894	0.125	1.769	6.60	1.97
2	1.769	0.125	1.644	7.07	2.12
3	1.644	0.125	1.519	7.60	2.28
4	1.519	0.125	1.394	8.23	2.48
5	1.394	0.125	1.269	8.97	2.71
6	1.269	0.125	1.144	9.85	2.99
7	1.144	0.125	1.019	10.93	3.34
8	1.019	0.125	0.894	12.27	3.78
9	0.894	0.125	0.769	13.98	4.35
10	0.769	0.125	0.644	16.25	5.12
11	0.644	0.05	0.594	7.76	3.69
12	0.594	0.05	0.544	8.42	4.01
13	0.544	0.05	0.494	9.19	4.40
14	0.494	0.05	0.444	10.12	4.87
15	0.444	0.05	0.394	11.26	5.45
16	0.394	0.025	0.369	6.35	4.23
17	0.369	0.025	0.344	6.78	4.53
18	0.344	0.025	0.319	7.27	4.87
19	0.319	0.025	0.294	7.84	5.27
20	0.294	0.01	0.284	3.40	3.53

Tabla 8. Pasos de laminación en frío y espesor final para las muestras 356162A, 356164A y 356165A.

### 6.3 Propiedades mecánicas del acero ultralimpio

Después las muestras laminadas en frío en el IIM-UNAM antes mencionadas, se recubrieron con sulfato de cobre ( $\text{CuSO}_4$ ) para que no se oxidaran durante su recocido, las temperaturas de recocido fueron de 700, 750, 800 y 850 °C durante 5 minutos, para posteriormente determinar las propiedades mecánicas de tensión obteniendo los siguientes resultados:

No. de colada	0.2% límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
356153A punta	262.7	415.5	43.48
356153A fin	229.7	424.5	39.82
356154A punta	164.1	412.8	43.94
356154A fin	216.5	374.7	49.09
356162A	349.9	381.2	41.08
356152A	185.8	405.2	43.48
356164A	306.1	366.8	38.10
356165A	245.8	388.7	35.36

Tabla 9. Pruebas de tensión de muestras recocidas a 700°C por 5 minutos.

No. de colada	0.2% límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
356153A punta	234.3	378.5	52.98
356153A fin	224.0	365.5	51.61
356154A punta	218.6	380.1	47.49
356154A fin	264.8	359.6	49.43
356162A	295.3	360.7	39.71
356152A	190.7	370.8	52.29
356164A	251.5	342.2	31.47
356165A	279.4	346.5	36.50

Tabla 10. Pruebas de tensión de muestras recocidas a 750°C por 5 minutos.

TESIS CON  
 FALLA DE ORIGEN

No. de colada	0.2% límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
356153A punta	241.9	377.8	51.26
356153A fin	242.6	374.1	48.52
356154A punta	187.1	381.4	51.72
356154A fin	243.5	421.2	37.19
356162A	226.2	352.7	44.86
356152A	159.5	367.8	53.44
356164A	173.9	312.1	55.84
356165A	268.8	341.1	34.44

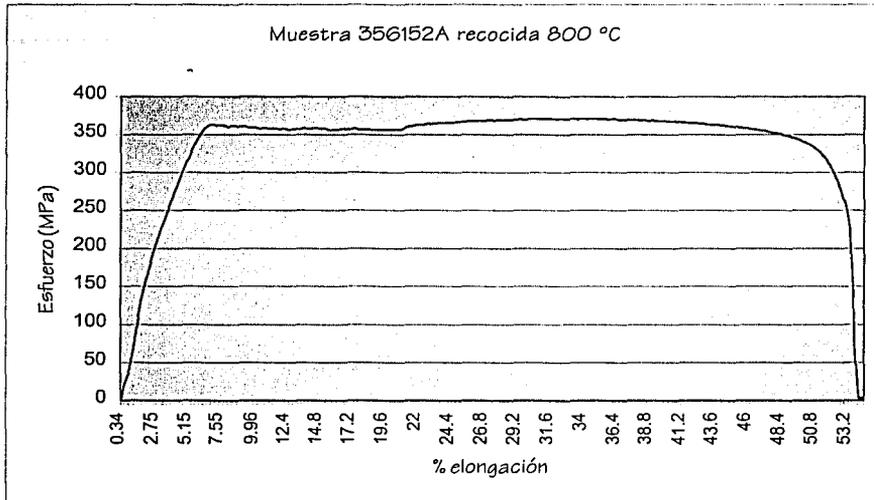
Tabla 11. Pruebas de tensión de muestras recocidas a 800°C por 5 minutos.

No. de colada	0.2% límite de fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
356153A punta	173.9	371.4	53.55
356153A fin	223.9	369.3	49.66
356154A punta	175.4	375.7	50.81
356154A fin	194.0	361.3	52.18
356162A	242.0	351.6	45.08
356152A	172.0	362.2	55.84
356164A	210.6	342.5	47.37
356165A	232.0	356.4	39.71

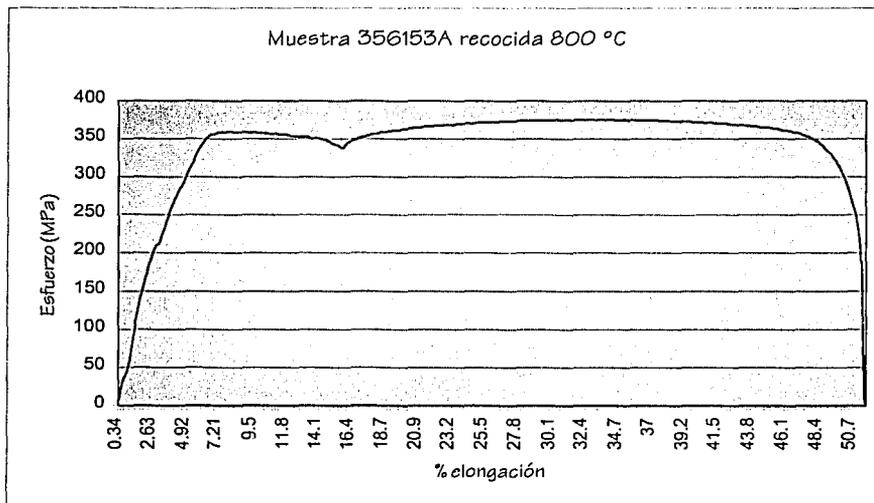
Tabla 12. Pruebas de tensión de muestras recocidas a 850°C por 5 minutos.

De acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas de tensión, se escogieron muestras en las que se consiguió una elongación arriba de 50% para obtener la constante de Lankford; ya que como se ha mencionado anteriormente en este trabajo se requieren láminas arriba del 50% de elongación esperando con esto obtener una constante de Lankford mayor a 2. Por lo tanto como se puede observar en los resultados de las tablas anteriores las muestras que se escogieron fueron las siguientes: 356152A, 356153A y 356154A, recocidas a una temperatura de 800 °C en un tiempo de permanencia en el horno de 5 minutos, pues se observó que a este tiempo recristaliza completamente el material.

En las figuras 6.1 a, b y c, se indican los resultados de las pruebas de tensión llevadas a cabo en las muestras de la lámina de acero ultralimpio en la condición de recristalización a una temperatura de 800 °C y en especial a tiempos de 5 minutos de tratamiento, tiempo en el cual se puede observar que los valores de última resistencia a la tensión están entre 370 a 381 MPa y de % de elongación entre los 51 y 53, considerados los mejores resultados con respecto a otras temperaturas y tiempos.

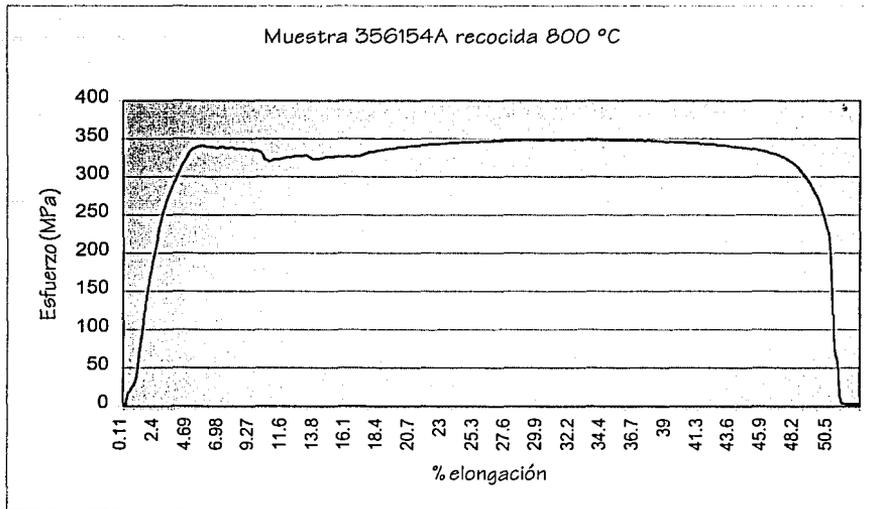


(a)



(b)

Figuras 6.1.(a) y (b) resultados de las pruebas de tensión en láminas de acero ultralimpio



(c)

Figura 6.1.(c) resultados de las pruebas de tensión en láminas de acero ultralimpio

Siguiendo con las propiedades mecánicas de las placas seleccionadas se calcularon los valores de  $n$  que se muestran a continuación; obtenidas de la región plástica uniforme de la curva esfuerzo-deformación con la relación:

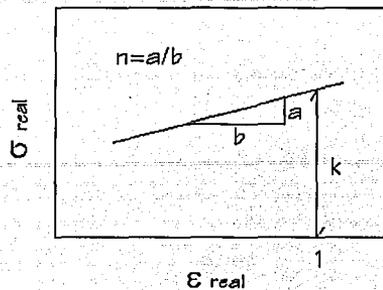
$$\sigma_R = K \epsilon_R^n \quad (1)$$

donde:  $n$  es el exponente de deformación-endurecimiento y  $K$  es una constante para un material en particular.

Si graficamos la ecuación (1) en escala logarítmica, podemos expresarla de la siguiente forma:

$$\log \sigma_R = n \log \epsilon_R + \log K \quad (2)$$

Graficando el esfuerzo contra la deformación de un ensayo de tensión obtenemos una curva la cual corregida por medio de mínimos cuadrados se obtiene una recta de la forma  $y=mx+b$ , la cual se asemeja a la ecuación (2); teniendo  $n$  el valor de la pendiente de dicha recta y la constante  $K$  es igual al esfuerzo real cuando  $\epsilon_R=1$ . Entendiendo que altos valores de  $n$  son una indicación de que el material tiene buena formabilidad en operaciones de estampado.



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Figura 6.2. Gráfica del esfuerzo real-deformación real para obtener el valor de  $n$

No. de colada	Valor $n$ a 750°C	Valor $n$ a 800°C	Valor $n$ a 850°C
356152A	0.28	0.28	0.27
356153A	0.27	0.26	0.28
356154A	0.26	0.27	0.27

Tabla 13. Valores de  $n$  del acero ultralimpio recocido a diferentes temperaturas en el IIM-UNAM.

La tabla anterior (tabla 13) muestra los valores de  $n$  que se obtuvieron de las láminas recocidas a 750, 800 y 850 °C en el IIM-UNAM, y como se observa se consiguieron muy buenos resultados.

Los resultados obtenidos en la industria muestran valores de  $n$  en promedio de 0.237, concluyendo de esto que las láminas sometidas a este tipo de prueba muestran buena formabilidad para ser usadas en operaciones de estampado; a continuación se presentan los valores alcanzados a 0°, 45° y 90° con respecto a la dirección de laminación (tabla 14):

No. de colada	Valor $n$ a 0°	Valor $n$ a 45°	Valor $n$ a 90°	Valor $n$ promedio
356152A	0.251	0.25	0.258	0.253
356153A <sup>†</sup>	0.234	0.238	0.239	0.237
356154A	0.249	0.235	0.223	0.235
356164A	0.228	0.226	0.251	0.235
356165A	0.240	0.218	0.221	0.226

Tabla 14. Valores de  $n$  del acero ultralimpio conseguidos en la industria.

Finalmente el valor de  $r$  o constante de Lankford se refiere a la buena o mala estampabilidad que pueda tener un material, el cual es conocido como el factor anisotrópico, definido como la relación del estiramiento del ancho real con respecto al estiramiento del espesor real en la región de elongación uniforme de un ensayo de tensión en un metal.

El valor de  $r$  es una forma de medir la habilidad de un material a ser adelgazado; en el proceso de estampado el material se estira en una dirección y se comprime en la otra dirección, por lo tanto altos valores de  $r$  en las tres direcciones de laminación ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $90^\circ$ ) indicarán que el material tiene buenas propiedades para ser trabajado bajo el proceso de estampado.

De las pruebas de tensión se obtuvieron los valores de  $r$  usando la fórmula:

$$r = \frac{\epsilon_w}{\epsilon_t} = \ln (w_o/w_f) / \ln (t_o/t_f)$$

y como se mencionó en el capítulo anterior,  $w$  y  $t$  son el ancho y espesor de la probeta respectivamente y, los subíndices  $o$  y  $f$  indican las condiciones inicial y final.

El valor de  $r$  frecuentemente cambia con la dirección del laminado, por lo tanto es común medir el promedio del valor de  $r$  o promedio de la anisotropía normal ( $r_m$ ); esto se calcula con la siguiente fórmula:

$$r_m = (r_0 + 2r_{45} + r_{90}) / 4$$

donde, con este valor ( $r_m$ ) determinamos el promedio de profundidad de la máxima profundidad posible que se pueda alcanzar en una operación de estampado en un metal.

Actualmente las láminas de acero ultralimpio se han clasificado de acuerdo con el valor promedio de la constante de Lankford ( $r_m$ ) y el por ciento de elongación en cuatro grados, como se muestra en la tabla 15; un nuevo grado ha estado en demanda y cuya deformabilidad y elongación total es mayor que 2 y 50%, respectivamente.

<i>Propiedades</i>	<i>Calidad comercial</i>	<i>Calidad de estampado</i>	<i>Calidad de estampado profundo</i>	<i>Calidad de estampado extraprofundo</i>
% elongación	36.9-42.2	40.0-45.0	42.7-47.5	46.1-50.5
$r_m$	1.0-1.41	1.23-1.51	1.42-1.84	1.73-2.12

Tabla 15. Clasificación de aceros ultralimpios de acuerdo a sus propiedades mecánicas.

A continuación se presentan los valores de  $r$  obtenidos en las diferentes direcciones de laminación, pudiendo observar que son buenos los valores para los fines en los que se quiere aplicar este acero (tabla16):

No. de colada	Valor $r$ a $0^\circ$	Valor $r$ a $45^\circ$	Valor $r$ a $90^\circ$	Valor $r_m$
356152A	2.03	1.696	2.77	2.048
356153A	2.85	1.613	2.29	2.091
356154A	2.24	1.654	2.62	2.042
356164A	2.41	1.577	1.994	1.889
356165A	2.74	1.608	2.09	2.011

Tabla 16. Valores de  $r$  y  $r_m$  del acero ultralimpio estudiado.

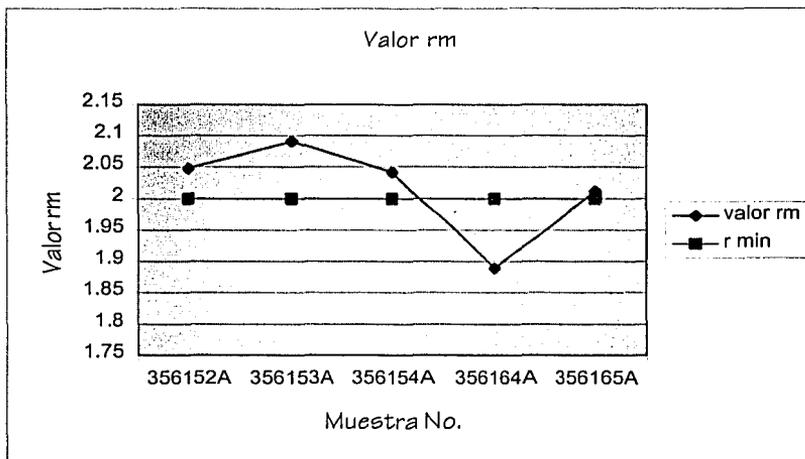


Figura 6.3. Gráfica de los resultados del valor  $r_m$  obtenidos

En las muestras de la tabla 17 se realizó la prueba de copa obteniendo los resultados mostrados; ésta prueba es usada para evaluar la ductilidad y propiedades de estampado en láminas metálicas; y consiste en medir la altura máxima de la copa formada en el material antes de que este se fracture; entonces el espécimen es penetrado a cierto rango hasta que la carga empiece a caer y se detiene la prueba antes de la fractura de la lámina.

Es sabido que los resultados pueden variar por el criterio de determinar el punto final de la prueba, así como de la lubricación del penetrador y de la proporcionalidad de la fuerza de penetración en el material durante la prueba.

El movimiento del penetrador hasta la caída de carga o la fractura del material es el resultado de la prueba. Como se mencionó anteriormente la prueba de copa es ampliamente usada para evaluar y comparar la formabilidad de láminas metálicas; en donde un estiramiento biaxial es la forma predominante de deformación durante la prueba y por lo tanto los resultados son frecuentemente usados para clasificar o para comparar materiales que tienen un proceso de conformado principalmente por deformación. Sin embargo, correlaciones precisas entre la altura de la copa formada en el material determinada por la prueba, y la formabilidad de la lámina bajo condiciones de producción no han sido establecidas.

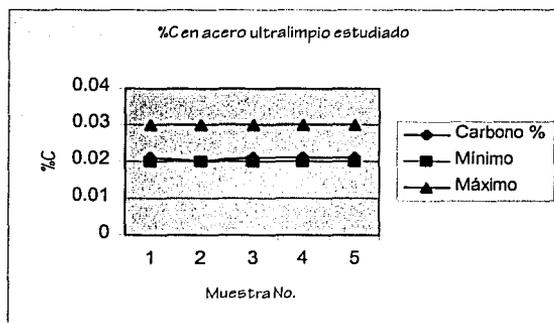
No. de colada	Espesor (mm)	Prof. de Copa (mm)	Copa min. (mm)	Copa max. (mm)
356152A	1.597	11.06	9.0	15.0
356153A Fin	0.419	11.14	9.0	15.0
356154A Punta	1.597	10.84	9.0	15.0
356162A	0.419	10.95	9.0	15.0
356165A	0.419	10.50	9.0	15.0

*Tabla 17. Prueba de copa en las láminas de acero.*

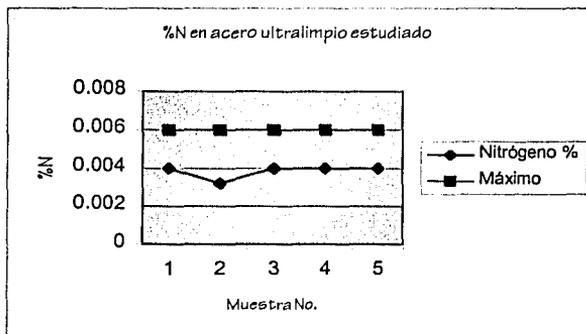
Por otra parte se hicieron tablas de los diferentes elementos aleantes para observar los contenidos de C, N y Cr principalmente, y observar el contenido de Cr que es lo que nos interesa; ya que este acero ultralimpio tiene la característica de que se le añadió este elemento; todo esto es con el fin de tener una idea de los precipitados que se puedan formar durante la fabricación del acero y en sus posteriores procesos; y así obtener mejores propiedades mecánicas en el acero.

A continuación se muestran las diferentes tablas y gráficas de los resultados del análisis químico realizado en el acero ultralimpio en estudio, ya que como se ha mencionado los efectos de la composición química van enfocados, en un principio, a la reducción del contenido de carbono de una manera significativa con el propósito de mejorar las propiedades mecánicas, tal como la constante de Lankford.

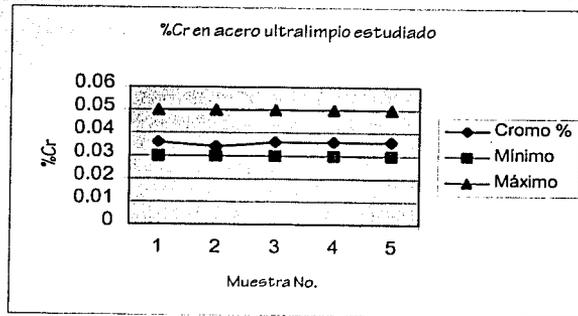
Carbono %	Mínimo	Máximo
0.021	0.02	0.03
0.02	0.02	0.03
0.021	0.02	0.03
0.021	0.02	0.03
0.021	0.02	0.03



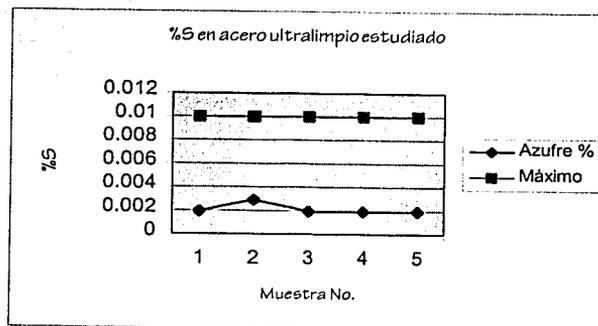
Nitrógeno %	Máximo
0.004	0.006
0.0032	0.006
0.004	0.006
0.004	0.006
0.004	0.006



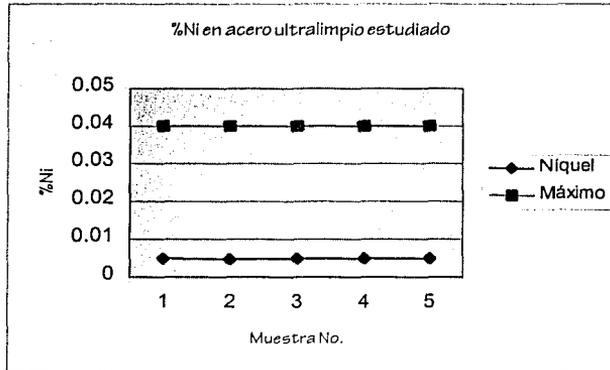
Cromo %	Mínimo	Máximo
0.036	0.03	0.05
0.034	0.03	0.05
0.036	0.03	0.05
0.036	0.03	0.05
0.036	0.03	0.05



Azufre %	Máximo
0.0019	0.01
0.0029	0.01
0.0019	0.01
0.0019	0.01
0.0019	0.01



Níquel %	Máximo
0.005	0.04
0.0048	0.04
0.005	0.04
0.005	0.04
0.005	0.04



Molibdeno %	Máximo
0.004	0.02
0.002	0.02
0.004	0.02
0.004	0.02
0.004	0.02

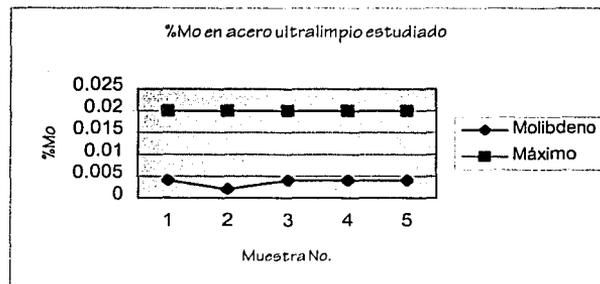


Figura 6.4. Gráficas de los resultados del análisis químico realizado en el acero ultralimpio

Como puede observarse los contenidos de los elementos aleantes en el acero estudiado están dentro de lo requerido ya que no sobrepasan lo especificado.

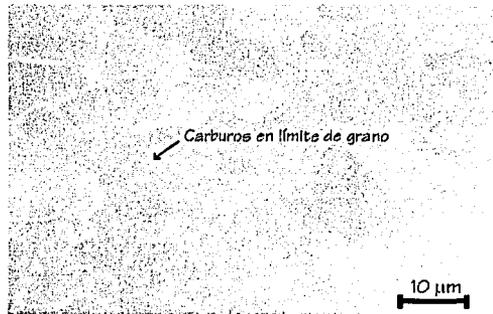
## 6.4 Características microestructurales del acero ultralimpio

### 6.4.1 En la condición de laminación en caliente

#### Microscopía de barrido (SEM)

La caracterización de la microestructura del acero ultralimpio en su condición de laminación en caliente se muestra en las figuras 1 y 2, las cuales son fotomicrográficas de barrido de diferentes áreas de la superficie preparada.

En la figura 1, se puede observar que la morfología del grano es uniforme, lo cual es evidencia de que la recrystalización se presentó únicamente en determinadas áreas de la placa. Se hallaron precipitados tanto en matriz como en los límites de grano. Como se puede observar, la microestructura consiste básicamente de granos de ferrita ( $\alpha$ ) poligonal con la presencia de carburos en límites de grano y en trazas de  $\delta$ -ferrita.



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Figura 1. Microestructura del acero ultralimpio laminado en caliente.

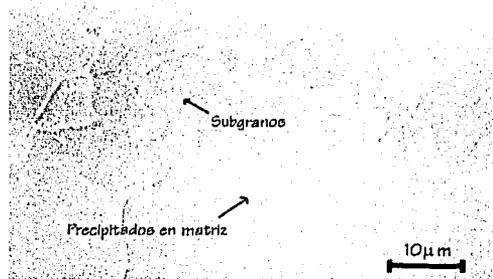


Figura 2. Fotomicrografía de la estructura del acero ultralimpio laminado en caliente (precipitados y subgranos).

Se pudo observar la presencia de subgranos (figura 2) dados los eventos de nucleación y crecimiento de la ferrita en límites de grano y defectos (i.e. maclas) de la austenita. El tamaño promedio de los granos de la estructura del acero ultralimpio laminado en caliente es de  $10.76 \mu\text{m}$ .

#### 6.4.2 En la condición de laminación en frío

##### Microscopía de barrido (SEM)

En las siguientes figuras (3 y 4) se puede observar el estado de deformación del acero ultralimpio después de la laminación en frío. Como se puede apreciar la estructura está completamente deformada, por lo que en éste estado las propiedades mecánicas de la lámina son las más bajas en cuanto a ductilidad pero son elevadas, por ejemplo, en dureza y en resistencia a la cedencia, debido al endurecimiento por deformación del metal.



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Figura 3. Fotomicrografía de la estructura del acero ultralimpio laminado en frío.



Figura 4. Fotomicrografía de la estructura deformada del acero ultralimpio laminado en frío.

La microestructura del acero después de haberse laminado en frío consistió básicamente de granos de ferrita alargados y acumulaciones de carburos en límites de grano.

### 6.4.3 En la condición de recocido

#### Microscopía de barrido (SEM)

Las figuras 5 (a) y (b) muestran la estructura de láminas de acero ultralimpio después de haber sido recocidas a 800 °C por 5 minutos, observando una superficie completamente recristalizada, con un tamaño de grano promedio de 25.5  $\mu\text{m}$ .



(a)



(b)

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Figura 5. (a) y (b) Fotomicrografías de la estructura del acero ultralimpio recocido.

#### 6.4.4 Microscopía de transmisión (TEM)

Con el propósito de determinar el efecto del tratamiento termomecánico sobre la microestructura, se llevó a cabo la técnica de microscopía de transmisión; de acuerdo a las observaciones realizadas se obtuvieron los siguientes resultados.

Las principales morfologías observadas en las muestras de planchón después del tratamiento térmico fueron: carburos de hierro del tipo  $\text{Fe}_3\text{C}$  (figura 6) y carburos de cromo del tipo  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  (figura 7), así como de otros carburos (figura 8) y observando también que la matriz está compuesta por  $\alpha\text{-Fe}$  (figura 9). Estos fueron identificados mediante el análisis de patrones de difracción obtenidos de cada uno de los compuestos en cuestión.

El patrón de difracción es una fotografía en blanco y negro que muestra el parámetro de red del compuesto observado (distancia entre los puntos brillantes), es decir, la distancia interatómica de la estructura cristalina, la cual es única para cada compuesto o elemento, éste se calcula mediante una ecuación matemática que relaciona la longitud de onda del haz de electrones (la cual está en función del voltaje de aceleración de los electrones), y la distancia que existe entre los puntos en cuestión.

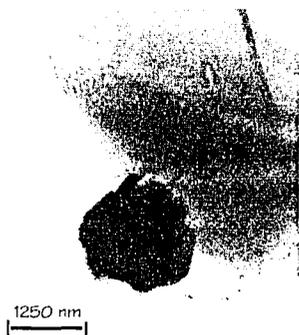
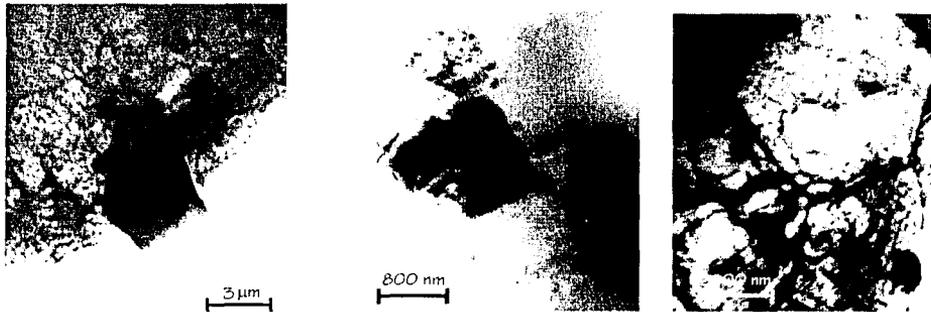


Figura 6. carburos de hierro



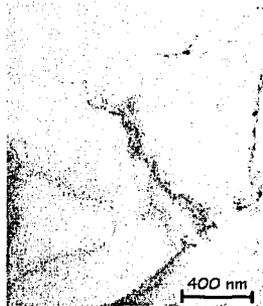
Figura 7. carburos de cromo

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



*Figura 8. otros carburos encontrados*

La figura 9 muestra la fotomicrografía de la matriz ferrítica en el acero ultralimpio en la condición de recocido obtenida de un espécimen completamente recristalizado.



*Figura 9. Matriz ferrítica del acero ultralimpio*

Patrones de difracción de  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  y de  $\alpha\text{-Fe}$  respectivamente.



*Figura 10. Patrones de difracción*

## ~ CONCLUSIONES ~

- De los resultados obtenidos anteriormente se puede concluir lo siguiente acerca del acero ultralimpio estudiado fabricado por una empresa mexicana:

La microestructura del acero ultralimpio mostró ser de matriz ferrítica con precipitados y carburos.

Los carburos detectados principalmente fueron  $\text{Fe}_3\text{C}$  y  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , siendo éste último muy importante ya que gracias a él y en general al cromo añadido en el acero se obtuvieron mejores propiedades mecánicas.

Las muestras laminadas en frío y posteriormente recocidas presentaron que la recrystalización se inicia a tiempos mayores a los 100 segundos, y se obtiene una recrystalización del 100% a los 5 minutos de tratamiento.

La microestructura de recrystalización está formada por granos de ferrita con tamaño en promedio de  $25.5 \mu\text{m}$  y con carburos en los límites de grano.

Las muestras con mejor respuesta en cuanto a las propiedades mecánicas fueron las laminadas en caliente a  $1100 \text{ }^\circ\text{C}$  aproximadamente, terminadas de laminar a los  $838 \text{ }^\circ\text{C}$ , posteriormente laminadas en frío con un 85% de deformación y recociéndolas a  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  por 5 minutos, mostrando valores de elongación mayores al 50% y con valores de la constante de Lankford de 2.

Como puede observarse, se puede concluir a partir de los resultados presentados anteriormente, las propiedades mecánicas obtenidas en los aceros ultralimpios procesados por una empresa mexicana, de acuerdo a procedimientos internos establecidos y los procesos de laminación en caliente, enrollado, laminación en frío y recocido, mostraron un sobresaliente comportamiento en términos del por ciento de elongación y la constante de Lankford, obteniéndose propiedades en las láminas recocidas, para aplicarse desde un producto de calidad comercial hasta la de estampado extraprofundo; pudiendo competir en términos de propiedades mecánicas con aquellos aceros que utilizan tecnologías de desgaso más modernas, pudiendo afirmar que estos aceros tienen un rango muy amplio de aplicaciones en la industria automotriz.

## REFERENCIAS:

- 1.- O. Kwon and K. Z. Min, International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels-94, The Iron and Steel Institute of Japan; May, 1994, 9-12.
- 2.- H. Takechi, ISIJ International; 34 (1), 1-8 (1994).
- 3.- Technology of Continuously Annealed Cold-Rolled Sheet Steel: R. Pradhan, Editor, TMS, Warrendale, Pennsylvania, 1992.
- 4.- T. Obara and D. Tsunoyama: Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel, ISIJ, Tokio, (1987), 149.
- 5.- H. Takechi, O. Akisue and T. Yakushiji: Tetsu-to-Hagane, 74 (1988) 1617.
- 6.- R. G. Blossy, R. M. Feller, D. Giedeman, R. J. Hennessey: Start-up and Operation of the Ladle Metallurgy Facility at LTV Steel, Indiana Harbor Works, Steelmaking Conference Proceedings, 2 (1989), 239-251.
- 7.- M. Nadif, D. Brachet: Production of Ultra Low Carbon Steel at Sollac, Durkik, Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 72, 1989, 227-233.
- 8.- The Iron and Steel Institute of Japan, International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels, 1994, Volumen 1, Volumen 2.
- 9.- Imao Tamura, Hiroshi Sekine, Tomo Tanaka, Chiaki Ouchi, "Thermomechanical Processing of High-strength Low alloy Steels", Butterworths 1988.
- 10.- L. Meyer et. al., International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels, The Iron and Steel Institute of Japan, Tokio, 1994, 203.
- 11.- Forum Book, International Forum for Metallurgy of IF Steels IF. IFS-93 May 10-11, 1994, Tokio. The Iron and Steel Institute of Japan, Nissho Iwai Corporation.
- 12.- N. Takahashi, M. Shibata, Y. Furuno, H. Hayakawa, T. Asai and Y. Yamashita: Tetsu-to-Hagane, 68 (1982) S588.
- 13.- R. Yoda, I. Sukatani, T. Inuo and T. Saito, ISIJ International, 34 (1994) 70.
- 14.- H. Takechi, O. Akisue, ISIJ International, 34 (1991) 1.
- 15.- H. Kudielka and H. Rohde, Z. Krist, 111 (1960) 447.
- 16.- W. J. Lui, S. Yue and J. J. Jonas, Metall. Trans., 20A (1989) 1907.
- 17.- T. Miyoshi and S. Hashimoto, Tetsu-to-Hagane, 76 (1992) 862.
- 18.- Xiaohong Yang, Dirk Vandershueren: "Solubility Products of Titanium Sulphide and Carbosulphide in Ultra Low Carbon Steel", ISIJ International, Vol. 36, 1996.
- 19.- I. Tsukatani et. al., Tetsu-to-Hagane, 74 (1988) 1501.

- 20.- T. Ohara and K. Tsunoyama: Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel, ISIJ, Tokio, 1987, 149.
- 21.- S. Hashimoto and T. Yakushiji, *Tetsu-to-Hagane*, 74 (1988) 1617.
- 22.- A New Era of Pneumatic Steelmaking, *Iron and Steelmaker* 10 (8) August, 1993.
- 23.- D. A. Kittenbrink, W. Krajivk, M. Szatkowski: "The Start-up of the First RH-OB Degasser in North America", *Steelmaking Conference Proceedings*, Vol. 71, 1988, 299-310.
- 24.-R. J. Fruehan, *Ironmaking and Steelmaking*, 1 (1976) 33-38.
- 25.- H. Tanaka, Y. Oruga, K. Yoshiota, T. Hiroshi, H. Yamana. M. Sako: "Development of Ultra Low Carbon Steels with Excellent Formability", *Nippon Kokan Technical Report (Overseas)*, No.48, 1987, 21-26.
- 26.- T. Kuwabar, T. Hiroaka, T. Nuibe, H. Fuji. S. Tanaka: "Production of Interstitial Free Steel Slabs", *Steelmaking Conference Proceedings*, Vol. 70, 1987, 381-387.
- 27.- A. V. Bradshaw and F. D. Richardson: "Vacuum Degassing of Steel", *The Iron and Steel Institute, Special Report No. 92*, May, 1965.
- 28.- A. W. Cramb and M. Byrne, *Steelmaking Conference Proceedings*, Vol. 67, 1984, 5-13 y M. Byrne, A. W. Cramb and T. W. Fenicie, *Steelmaking Conference Proceedings*, Vol. 68, 1985, 451-463.
- 29.- H. Kondo, K. Kameyama, H. Nishikawa, K. Hamagami, T. Fuji: "Comprehensive Refining Process by the Q-BOP-RH Route for Ultra Low Carbon Steels", *Steelmaking Conference Proceedings*, Vol. 72, 1989, 235-239.
- 30.- R. Mendoza, J. Huante, M. Alanis, C. Gonzalez-Rivera, J. A. Juarez-Islas: "Processing of ultra low carbon steels with mechanical properties adequate for automotive applications in the as-annealed condition", *Materials Science and Engineering A*; A276 (2000), 203-209.
- 31.- R. Mendoza, M. Alanis, O. Alvarez-Fregoso and J. A. Juarez-Islas: "Processing Conditions of an ultra low carbon/Ti stabilised steel developed for automotive applications", *Scripta Materialia*, 43 (2000), 771-775.

Materials Science and Technology, A Comprehensive Treatment.

Volume 7 "Constitution and Properties of Steels"

Edited by R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer.

"Microstructure and Transformations in Steel", by George Krauss.

Steels: Heat Treatment and Processing Principles

George Krauss; ASM International 1989.

Steels: Microstructure and Properties

R.W.K. Honeycombe & H.K.D.H. Bhadeshia

Metallurgy and Materials Science Series 2<sup>nd</sup>. Edition 1996.

Surface Preparation and Microscopy of Materials

Brian Bousfield; Ed. John Wiley & Sons, Inc. 1992.

Recrystallization and Related Annealing Phenomena

F.J. Humphreys and M. Hatherly

Ed. Pergamon, 1995.

Materials Science and Engineering: An Introduction

William D. Callister, Jr.

Ed. John Wiley & Sons, Inc. 5<sup>th</sup>. Edition 1999.

Metals Handbook

Volume 8 "Mechanical Testing"

Edited by Joseph R. Davis, James P. Destefani. 9<sup>th</sup>. Edition.

"Mechanical Behavior of Materials Under Tension", by George E. Dieter.

Annual Book of ASTM Standards 2000

Metal Test Methods and Analytical Procedures

Vol. 03.01