

00586

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA



EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL Y DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE ACEROS DE ULTRA BAJO CARBONO PARA SU APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA AUTOMOTRIZ

T E S I S  
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
DOCTOR EN INGENIERÍA  
P R E S E N T A:  
M. EN C. ARTURO MOLINA OCAMPO

ASESOR: DR. JULIO A. JUÁREZ ISLAS

MÉXICO, D.F.

2004





Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

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

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

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

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

**Jurado Asignado:**

**Presidente: Dr. Gabriel Torres Villaseñor**

**Primer Vocal: Dr. Antonio De Ita De la Torre**

**Segundo Vocal: Dr. Arturo Barba Pingarrón**

**Tercer Vocal: Dr. Lorenzo Martínez Gómez**

**Secretario: Dr. Bernardo F. Campillo Illanes**

**Primer Suplente: Dr. Manuel G. Amaya Malpica**

**Segundo Suplente: Dr. Carlos González Rivera**

**Sitio donde se desarrolló el tema de tesis:**

**Instituto de Investigaciones en Materiales - UNAM**

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: ARTURO MOLINA  
OCAMPO

FECHA: 9 / Junio / 2004

FIRMA: 

*A mi esposa: Ma. Elba  
Y mis hijos: Cristy y Arturín*

## AGRADECIMIENTOS

A mi asesor Dr. Julio A. Juárez Islas.

A los integrantes de mi comité tutorial y jurado: Dr. Bernardo F. Campillo Illanes, Dr. Carlos González Rivera, Dr. Bernardo Hernández Morales, Dr. Gabriel Torres Villaseñor, Dr. Antonio De Ita De la Torre, Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Lorenzo Martínez Gómez y Dr. Manuel G. Amaya Malpica.

A la Facultad de Química, al Instituto de Investigaciones en Materiales y al Centro de Ciencias Físicas de la UNAM.

A la UAM – Azcapotzalco y en especial al Depto. de Materiales.

Al apoyo técnico otorgado por el M. en C. René Guardián T., Dr. A. Maciel, Dr. J. Guzmán y por el Sr. Caballero.

Al CONACYT y a la DGEP-UNAM por las becas otorgadas.

# ÍNDICE

OBJETIVOS .....	1
JUSTIFICACIÓN .....	2
RESUMEN .....	3
RESUMEN EN INGLÉS (ABSTRACT) .....	4
CAPÍTULO 1. Revisión bibliográfica .....	5
1.1 Aceros para estampado profundo .....	5
1.2 Aceros de bajo carbono y aceros IF .....	12
1.3 Proceso de fabricación para aceros conformables .....	20
1.4 Proceso de fabricación de láminas para estampado .....	25
1.4.1 Laminación en caliente .....	26
1.4.2 Laminación en frío .....	40
1.4.3 Tratamiento térmico de recocido .....	43
CAPÍTULO 2. Desarrollo experimental .....	50
2.1 Elaboración del planchón .....	50
2.2 Elaboración de la lámina .....	51
2.2.1 Laminación en caliente .....	53
2.2.2 Laminación en frío .....	55
2.2.3 Recocido .....	56
2.3 Técnicas de caracterización microestructural y de propiedades mecánicas .....	56
2.3.1 Microscopía óptica .....	57

2.3.2 Microscopía electrónica de barrido .....	57
2.3.3 Microscopía electrónica de transmisión .....	58
2.3.4 Difracción de rayos X .....	58
2.3.5 Ensayo de tensión .....	59
2.3.5.1 Constante de Lankford .....	59
2.3.5.2 Exponente de endurecimiento por deformación ..	60
2.3.6 Textura .....	61
<b>CAPÍTULO 3. Resultados y Discusión .....</b>	<b>63</b>
3.1 Colada .....	63
3.2 Laminación en caliente .....	65
3.3 Laminación en frío .....	70
3.4 Recocido .....	71
3.5 Propiedades mecánicas .....	82
<b>CAPÍTULO 4. Conclusiones .....</b>	<b>96</b>
<b>REFERENCIAS .....</b>	<b>98</b>



## OBJETIVOS

- Mediante adiciones de Ti y de Cr en aceros de bajo carbono y con base en resultados industriales y experimentales, obtener las condiciones necesarias para la fabricación de lámina de acero con propiedades mecánicas que la sitúen dentro de un grado de estampado extra profundo, susceptible de ser empleada en la industria automotriz y en línea blanca.
- Estudiar el efecto del procesamiento termomecánico, laminación en frío y recocido, con el propósito de explicar el efecto de la presencia de titanio y de cromo sobre la cinética de recristalización y las propiedades mecánicas del producto laminado.

## JUSTIFICACIÓN

En la actualidad, el desarrollo de materiales metálicos con mejores propiedades mecánicas y cuyo costo de producción y de manufactura sean relativamente menores a los empleados tradicionalmente es de gran importancia. En el caso particular de los aceros para estampado, se prefiere aquellos que presentan alta resistencia, ductilidad y tenacidad para lograr altas deformaciones.

En el caso particular de México, la industria siderúrgica está siendo objeto de profundas transformaciones motivadas por el alto nivel de competencia tecnológica que se ha impuesto en el mercado mundial del acero y en el caso de los aceros de bajo carbono, estos están comenzando a ser producidos a nivel comercial pero su uso es aún limitado. Es por esta razón, que resulta necesario que a través de la investigación se comprenda y estudie las condiciones de fabricación requeridas para la obtención de lámina conformable de buena calidad que compita con los aceros elaborados con tecnología más avanzada, evitando que en un futuro, los consumidores nacionales opten por los aceros de mayor calidad disponibles en el extranjero.

## RESUMEN

Dos aceros de ultra bajo carbono, uno de ellos adicionado con 0.035 % de cromo y el otro con adiciones de 0.069% de titanio, fueron analizados microestructuralmente y evaluados en su condición de recocido para determinar sus propiedades mecánicas en función de su porcentaje de elongación y de su valor de Lankford, con el objeto de estudiar los mecanismos metalúrgicos que intervinieron en la generación de una microestructura que aumentara su conformabilidad. Los planchones de acero fueron procesados termomecánicamente, laminados en frío y recocidos isotérmicamente. La caracterización microestructural de las láminas de aceros se realizó mediante técnicas de microscopía y las mediciones de textura se efectuaron mediante un goniómetro de texturas. En láminas recocidas se llevaron a cabo ensayos de tensión (ASTM E-8) para obtener su valor promedio de anisotropía plástica ( $r$ ). Se analizó la cinética de recristalización isotérmica a diferentes temperaturas en un intervalo de 700 a 850 °C y los resultados obtenidos mostraron que tanto las adiciones de cromo como las de titanio ayudaron a retardar la recristalización, debido a la presencia de partículas finas identificadas como carburos de cromo y carburos de titanio. Los procesos de recocido a 800 °C en ambos aceros produjeron una microestructura completamente recristalizada presentando una textura cuyos componentes principales fueron  $\{111\}\langle 112\rangle$ ,  $\{112\}\langle 110\rangle$  y  $\{111\}\langle 110\rangle$ , los cuales contribuyeron a mejorar la estampabilidad de los aceros. A partir de los valores obtenidos de Lankford mayores a 2 y de elongación mayores a 50 %, estas láminas de acero son de excelente conformabilidad para ser empleadas en la industria automotriz y de línea blanca.

## ABSTRACT

Two ultra low carbon steel sheets, one of them with additions of 0.035 wt % chromium and another one with 0.069 wt % titanium, were microstructurally analyzed as well as their as-annealed conditions were evaluated in order to determinate their mechanical properties in terms of the percentage elongation and the Lankford-value, with the purpose of understand the metallurgical mechanisms involved in the formation of a satisfactory microstructure to improve the formability. The steel slabs were thermomechanically processed, cold rolled and isothermally annealed. Microstructural characterization of slabs and sheets were carried out using microscopy techniques and the texture measurements were carried out on a texture goniometer. Flat tensile test on fully annealed specimens were realized to obtain your average plastic anisotropy ratio values ( $r$ ). The isothermal recrystallization kinetics to different annealing temperatures into a range of 700 to 850 °C was analyzed and the results obtained indicated that Cr as well as Ti additions helped to retard the recrystallization kinetics, by the presence of fine particles identified as chromium and titanium carbides. The annealing process realized to 800 °C and higher temperatures, produced a fully recrystallized microstructure in both steels, showing a texture in which the main components were  $\{111\}\langle 112\rangle$ ,  $\{112\}\langle 110\rangle$  and  $\{111\}\langle 110\rangle$ , and these components contributed to an improvement in the deep drawability of the steels. From the results obtained in both steels such as Lankford-values bigger than 2 and ductility bigger than 50 %, they can be considered as excellent formable steel sheets for automotive and household applications.

# CAPÍTULO 1

## Revisión Bibliográfica

### 1.1 Aceros para estampado profundo

El mejoramiento de la resistencia y la tenacidad es un requerimiento primario para los aceros que se emplean como materiales para la construcción, sin embargo, para algunas aplicaciones, la conformabilidad es requerida como la característica principal en el acero. Las láminas usadas para ser conformadas mediante alargamiento como lo es el caso de lámina para estampado en la elaboración de carrocerías es un ejemplo de este tipo de aceros. En general, para lograr una mejora en la estampabilidad, estos materiales deben presentar una alta intensidad en el componente  $\{111\}$  en su textura cristalográfica<sup>1</sup>.

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 conformabilidad 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<sup>2</sup>.

Recientemente, para obtener un ahorro importante en combustible, ha sido necesario diseñar una carrocería ligera hecha con láminas más delgadas. Para esto se han desarrollado láminas de acero con alta resistencia y

conformabilidad y se han puesto en uso. En estas láminas también se requiere de un tratamiento superficial para proporcionarles resistencia a la corrosión.

Los aceros conformables son empleados más comúnmente en la industria automotriz y en un futuro tenderán a competir con otros materiales tales como aleaciones no ferrosas y polímeros<sup>2,3</sup>.

El proceso de producción convencional de láminas de acero conformable a partir de planchones obtenidos por colada continua, generalmente incluye las siguientes etapas: laminación en caliente, laminación en frío y recocido. Estos procesos ofrecen muchas oportunidades para mejorar la conformabilidad, incluyendo la optimización de la composición química y de las condiciones de laminación y de recocido. Los factores metalúrgicos que afectan la conformabilidad de un acero se pueden resumir como: disminución en el contenido de impurezas, lograr tamaños de grano relativamente grandes y obtener una textura {111}, todo esto genera un producto con excelente conformabilidad.

Es generalmente aceptado que la formabilidad de un acero contiene dos componentes principales, su alargamiento y su estampabilidad. El alargamiento es una medida de la capacidad del acero para ser deformado sin presentar agrietamiento o estricciones localizadas, mientras que la estampabilidad es una medida de la capacidad del acero para lograr obtener una pieza por estampado sin fracturarse.

Experimentalmente se ha mostrado que una buena forma de medir el comportamiento al alargamiento del acero, es mediante su exponente de endurecimiento por deformación  $n$ , la cual está involucrada en la ecuación:

$$\sigma = k\varepsilon^n$$

En donde se relaciona el esfuerzo real  $\sigma$  y la deformación real  $\varepsilon$  obtenidos en un ensayo de tensión en la región de la deformación plástica uniforme, donde  $k$  es una constante. En general se ha encontrado que para cada tipo de acero el valor de  $n$  disminuye al incrementarse el esfuerzo de fluencia y último a la tensión.

La capacidad de un acero para aplicaciones de estampado profundo puede ser caracterizado por el parámetro de relación de deformación denotado por  $r$ . Originalmente propuesto por Lankford<sup>4</sup>,  $r$  se define como un valor de la deformación homogénea (generalmente entre 15 y 20 % de elongación) determinado como la relación entre la deformación real del ancho y la deformación real del espesor de una probeta sometida a tensión. Un valor medio  $r_m$  puede definirse como:

$$r_m = \frac{(r_{0^\circ} + 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ})}{4}$$

Donde los subíndices se refieren al ángulo de la probeta con respecto a la dirección de laminación.

Hay una buena correlación entre el valor de  $r_m$  y el máximo tamaño que se puede obtener en una pieza estampada como lo puede ser una copa cilíndrica sin que ocurra fractura. Por esta razón este valor es aceptado como una buena manera de determinar la estampabilidad de un acero.

El valor de  $r_m$  en principio dependerá de todos los componentes de la textura de orientación presentes en el acero pero algunos componentes tendrán una mayor influencia que otros. Altos valores de  $r_m$  son producidos por texturas

que contienen una alta proporción de granos con planos (111) y una baja cantidad de planos (100) paralelos a la superficie de la lámina<sup>2</sup>.

En cuanto a la composición química en los aceros conformables, se debe tener especial atención en elementos de impureza tales como el P y el S ya que un bajo contenido de ellas mejora la ductilidad del acero. Particularmente un bajo contenido de C, contribuye fuertemente a mejorar sus características para el estampado profundo (valor de Lankford) así como su ductilidad (porcentaje de elongación). Por medio del desgaseado al vacío se puede lograr fácilmente la reducción en el porcentaje de C hasta valores de 0.005 % en peso o menos. Sin embargo, una excesiva reducción en el contenido de carbono frecuentemente causa fragilidad a baja temperatura debido a la falta de carbono segregado a las fronteras de grano. Además, esta fragilidad puede ser empeorada por el fósforo segregado en los límites de grano, por lo que es recomendable reducirlo a valores de 0.01 % en peso o menos durante los procesos secundarios de aceración, sobre todo cuando se producen aceros de ultra bajo carbono que contengan alrededor de 0.005 % en peso de carbono.

En los aceros de bajo carbono, los átomos de C se encuentran en solución sólida en la austenita, obviamente a temperaturas en donde esta fase es estable. Durante el enfriamiento después de la laminación en caliente, ocurre la transformación de austenita a ferrita iniciando sobre la temperatura de transformación  $A_3$  y se completa dicha transformación hasta que la temperatura se reduce por debajo de la temperatura de transformación  $A_1$ . En la fase ferrita el C presenta una baja solubilidad por lo que en aceros cuyo contenido es mayor a 0.02 % de C aproximadamente, ocurre la precipitación de  $Fe_3C$  o cementita. En este caso las partículas de cementita se forman en las fronteras de grano durante el enrollado a altas



temperaturas, mientras que a temperaturas de enrollado relativamente bajas se produce la formación de perlita la cual consiste en láminas alternadas de cementita y ferrita<sup>2</sup>.

Durante la laminación en caliente en el intervalo de temperatura de la fase austenítica, la rotación de los cristales de la estructura CCCa genera una textura cuyos principales componentes u orientaciones preferenciales son  $\{001\} \langle 112 \rangle$ ,  $\{123\} \langle 412 \rangle$  entre otras. No obstante la relación en la orientación entre la austenita y la ferrita, las láminas que han sido laminadas en caliente, las cuales se han transformado a ferrita después de dicha laminación, generan una textura muy aleatoria y carente de una orientación preferencial. Esta textura aleatoria es causada por la transformación de fase lo que origina también un bajo valor de  $r$  (entre 0.8 y 1) así como también un pobre desempeño en el estampado profundo.

Por otro lado en las láminas que posteriormente son laminadas en frío, se generan rotaciones de los cristales en la estructura CCCu y la textura típica está formada por las orientaciones  $\{001\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{112\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{111\} \langle 110 \rangle$  y  $\{111\} \langle 112 \rangle$ . En el proceso de recocido varias de estas orientaciones preferenciales tales como  $\{111\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{001\} \langle 110 \rangle$  y  $\{011\} \langle 100 \rangle$ , se desarrollan a partir de la laminación en frío, dependiendo además del tipo de acero y de las condiciones de recocido.

Se ha demostrado que las texturas de recocido con un mayor componente en el sistema  $\{111\}$  originan un material con una mejora en su estampabilidad. Un alto contenido en el componente  $\{111\}$  después del recocido no se obtienen a partir de cualquier orientación anterior. Por ejemplo, los cristales con orientación  $\{011\} \langle 100 \rangle$  se obtienen a partir de cristales que presentaban una textura en la laminación en frío de  $\{111\}$

$\langle 112 \rangle$  y  $\{011\} \langle 100 \rangle$  como mayores componentes. Por otro lado, los granos recristalizados en la orientación  $\{111\}$ , nuclean preferencialmente cerca de las fronteras de grano originales y crecen hacia el interior. Adicionalmente la densidad de la orientación  $\{111\}$  en la textura de recocido del Fe puro, se incrementa con la disminución del tamaño del grano inicial después de la laminación en frío.

En aceros que contienen muchas impurezas, las regiones de alta densidad de dislocaciones tales como las bandas de deformación se generan frecuentemente en los granos iniciales, debido a que estas impurezas actúan como obstáculos al movimiento de las dislocaciones, esto promueve deslizamientos múltiples y apilamientos de las dislocaciones en el grano. En tales regiones los granos nuclean y recristalizan en el sistema  $\{011\} \langle 100 \rangle$ , lo que provoca que el componente  $\{111\}$  disminuya en la textura de recocido. Esto significa que la contribución de las fronteras de grano en el incremento en la intensidad  $\{111\}$  en la textura de recocido es realizada por un incremento en la pureza del acero.

La nucleación de los granos recristalizados en la orientación  $\{111\}$  en las fronteras de grano se lleva a cabo a menor temperatura que la de los granos recristalizados en la orientación  $\{001\}$  en otras regiones. Durante el crecimiento del grano después de la recristalización, los granos  $\{111\}$  crecen preferencialmente dentro de otros granos de tal forma que el componente  $\{111\}$  se incrementa con un aumento en la temperatura de recocido y del tiempo.

Es necesario tomar en cuenta que para el caso de láminas de acero para estampado profundo y extra profundo, la conformabilidad es el requerimiento primario. La clave tecnológica para producir este tipo de

láminas con un aumento en sus propiedades para estampado profundo, es la eliminación de las impurezas, el desarrollo de una textura favorable y el control en el tamaño de grano.

Por otra parte, 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<sup>1</sup>.

Los aceros empleados para la elaboración de lámina comercial para su uso en la elaboración de partes estampadas son principalmente:

- Aceros no calmados
- Aceros calmados con aluminio
- Aceros microaleados libres de elementos intersticiales.

Los primeros, en los cuales se agregan muy pocas cantidades de aluminio, son usados para la elaboración de lámina comercial para conformar, pero sus porcentajes de elongación no llegan a ser mayores al 42% y sus valores de  $r$  son menores a 1.2, por lo que no resultan ser adecuados para un estampado profundo. Los aceros calmados con aluminio, pueden llegar a presentar valores de  $r$  de entre 1.5 y 1.8, por lo que se pueden obtener láminas para estampado profundo. Finalmente los aceros microaleados libres de elementos intersticiales (conocidos como IF por las siglas en inglés de Interstitial Free), están considerados como un acero de grado de estampado extra profundo, ya que se puede llegar a obtener valores de  $r$  por arriba de 2<sup>2</sup>.

Las láminas de acero empleadas para estampado fueron clasificadas formalmente por su valor de Lankford (valor de  $r$ ), y por su valor total de elongación dentro de cuatro categorías: los de calidad comercial (CQ); los de calidad de estampado (DQ); los aceros de calidad de estampado profundo (DDQ) y finalmente los aceros de calidad de estampado extra profundo (EDDQ). Recientemente, sin embargo un acero de grado súper estampado extra profundo (Súper EDDQ) ha comenzado a tener una gran demanda sobre todo por la industria automotriz, debido a la demanda de requerimientos por parte de los consumidores. De tal manera que hoy en día, se requieren láminas de alta conformabilidad con valores de  $r$  de 2 y valores de elongación por arriba del 45 %<sup>5</sup>.

## 1.2 Aceros de bajo carbono y aceros IF

Inicialmente, los aceros microaleados se establecieron como materiales ideales para una gran variedad de aplicaciones. Ejemplos son la elaboración de tubería para el transporte de petróleo y para la fabricación de vigas estructurales. Todas estas aplicaciones requieren de alta resistencia a la tensión, tenacidad y excelente soldabilidad<sup>6,7</sup>. Sin embargo, con la adopción de la tecnología moderna de desgasificación en vacío, 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 de ultra bajo carbono y los aceros IF<sup>8,9</sup>. Estos aceros se caracterizaron desde su inicio por tener excelentes propiedades mecánicas para su aplicación en el estampado, ya que por su reducida cantidad de carbono y de nitrógeno en solución sólida en estado ferrítico contribuye marcadamente a mejorar la conformabilidad después que han sido laminadas en frío y recocidas<sup>5,10,11</sup>.

La evolución que se ha generado en los aceros microaleados ultralimpios y libres de elementos intersticiales para estampado profundo, se ha dado en tres ciclos básicamente. En el primero se requirió de mejorar la propiedad de dobléz y estiramiento de placas ligeras laminadas en caliente; esto se logró disminuyendo el contenido de carbono y de azufre así como controlando la morfología de las inclusiones. En el segundo ciclo se tuvo la necesidad de mejorar la resistencia a la tensión de los aceros laminados en frío así como disminuir el peso en láminas automotrices por lo que se obtuvo una lámina con un bajo contenido de carbono y que endurecía por precipitación. En el último ciclo se innovaron aceros con ultra bajo contenido de carbono, bajo contenido en fósforo y adiciones de microaleantes para obtener láminas de acero con excelentes propiedades para el estampado profundo, las cuales han tenido su más importante aplicación dentro de la industria automotriz.

En resumen, los factores metalúrgicos que son necesarios para alcanzar un acero con excelente conformabilidad son principalmente los bajos contenidos de impurezas, tamaño de grano fino y texturas con componente mayoritario en  $\{111\}$ .

Una excesiva reducción en el contenido de fósforo y azufre da como resultado una precipitación de grafito en la superficie expuesta durante el recocido estático y una captación de nitrógeno existente en el gas de la atmósfera controlada. La precipitación de grafito puede ser suprimida por la adición de boro y de cromo. Por lo tanto, la purificación de los aceros generalmente contribuye a mejorar la conformabilidad, sin embargo es necesario que cada elemento de impureza esté en un porcentaje limitado para evitar que afecten de manera negativa dicha conformabilidad.

Para los aceros de bajo carbono cuyo contenido sea de 0.05 % en peso, todos los átomos de carbono están disueltos en la fase  $\gamma$  a temperaturas en donde esta fase es estable. Durante el enfriamiento después de la laminación en caliente, la transformación de austenita a ferrita inicia a la temperatura de transformación  $A_3$ . La transformación se completa a la temperatura de transformación  $A_1$ , dando como resultado una fase ferrita con una baja solubilidad de carbono, el cual precipita como  $Fe_3C$ . En este caso, las partículas de cementita se forman en los límites de grano después del enrollado a temperaturas de alrededor de 750 °C, mientras que a temperaturas de enrollado de 550 °C se obtiene perlita laminar. La difusividad de carbono a temperaturas bajas de aproximadamente 100 °C, es suficientemente rápida para que la precipitación ocurra, tal que el contenido de carbono residual sea de 0.001 % en peso o menos, como resultado de una precipitación subsecuente de cementita durante el enfriamiento. En general, la morfología de la cementita varía con la velocidad de enfriamiento de la austenita y con la temperatura de precipitación. En recocidos estáticos realizados a 700 °C, la cementita precipitada después del enrollado en caliente es parcialmente disuelta en el acero con 0.02 % de carbono en peso. Los átomos de carbono disueltos precipitan nuevamente como cementita durante el enfriamiento en el recocido estático. Esto origina una remoción casi perfecta de los átomos de carbono disueltos porque las velocidades de enfriamiento después del recocido estático son más bajas comparadas a la velocidad de enfriamiento después del enrollado<sup>2</sup>.

En los aceros no calmados en los cuales se agrega una pequeña cantidad de aluminio durante el proceso de aceración son usados para láminas para estampado de grado comercial. Estas láminas presentan un valor de  $r$  alrededor de 1.2 y una elongación no mayor al 42 %.

La laminación en caliente de estos aceros por debajo de su temperatura  $A_3$  da como resultado una textura cuyo principal componente es la  $\{001\}$ , la cual es el resultado de la recristalización en la fase  $\alpha$  durante la laminación en caliente. Esta textura de laminación causa que el componente  $\{111\}$  que se produce durante el recocido, disminuya. Por otro lado, una laminación por arriba de  $A_3$  resulta en una textura aleatoria y un incremento en el componente  $\{111\}$  en la textura de recocido<sup>2</sup>.

Los productos recocidos para estampado profundo son generalmente producidos a partir de aceros calmados con aluminio, los cuales contienen una gran cantidad de aluminio. En este tipo de aceros, cuando son recalentados a una temperatura de 1300 °C (fase austenítica) antes de ser laminados en caliente algo de aluminio se combina con el oxígeno, pero el resto del aluminio y todo el nitrógeno se encuentran disueltos en la austenita. Como la temperatura disminuye, la solubilidad del aluminio y del nitrógeno decrece, tal que dichos elementos precipitan como nitruros de aluminio (AlN). La temperatura crítica  $T^*$  (K) a la cual ocurre la precipitación se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\log([Al_s][N_s]) = -(6770/T^*) + 1.033$$

$$[Al_s] = [Al_t] - (2/3)(27/16)[O_t]$$

Donde  $A_s$  y  $N_s$  corresponden al porcentaje en peso de aluminio y nitrógeno disueltos respectivamente,  $Al_t$  y  $O_t$  son los contenidos totales de aluminio y oxígeno en el acero respectivamente. Sin embargo la precipitación del AlN se inicia generalmente después del proceso de enrollado a altas temperaturas, debido a que la precipitación de AlN requiere de temperatura y tiempo suficiente para que los átomos de aluminio difundan a los sitios de

precipitación, tales como fronteras de grano y dislocaciones. Por lo tanto la precipitación tiene lugar a temperaturas de enrollado de aproximadamente de 750 °C, mientras que a temperaturas de enrollado de 550 °C, el aluminio y el nitrógeno permanecen en solución sólida. La precipitación de AlN durante el enrollado es recomendada para obtener productos no envejecidos, en los cuales la deformación por envejecido es suprimida debido a la ausencia de átomos de nitrógeno disueltos<sup>2</sup>.

Para mejorar la ductilidad y las propiedades en un acero con aplicaciones para el estampado profundo es necesario disminuir el contenido de carbono por medio de desgasado al vacío en los procesos de aceración. Por lo tanto, para poder satisfacer los diferentes requisitos que demandan las láminas de acero, es necesario un ajuste en la composición química. Los aceros IF o libres de elementos intersticiales, se caracterizan por tener una excelente conformabilidad en frío y resistencia a envejecerse, por lo que son utilizados como aceros para lámina con un moderado o alto nivel de resistencia. La manera de estabilizar al carbono y al nitrógeno en los aceros IF que ha quedado en el acero es mediante la adición adecuada de niveles estequiométricos de formadores de carbonitruros tales como el niobio y el titanio<sup>12,13</sup>. En el caso del titanio, éste se estabiliza con el nitrógeno y el azufre antes que con el carbono. Por otro lado, cuando se añaden titanio y niobio, la cantidad de titanio añadida debe ser lo suficiente para reaccionar con el nitrógeno y el azufre, mientras que el carbono debe reaccionar 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<sup>14</sup>.

Por ello, los aceros IF, se han clasificado en tres tipos diferentes: Los aceros que contienen Ti, los aceros con Nb y los aceros IF con Ti y Nb.



En los aceros IF con Ti, el control de la composición química es muy crítico para obtener una excelente conformabilidad, es decir, un alto valor de  $r$  y gran ductilidad. En el caso de los aceros con Nb y Nb + Ti, muestran un efecto similar en la composición, por lo que, los efectos causados por la composición química se pueden dividir en dos secciones: Los aceros IF estabilizados con Ti, y los aceros IF estabilizados con Nb (Nb y con Nb + Ti). Las adiciones de titanio, se llevan a cabo con el propósito de fijar elementos intersticiales tales como el carbono y el nitrógeno, lo cual mejora grandemente el valor de Lankford<sup>15</sup>.

La cantidad crítica de titanio necesario para obtener un excelente valor de  $r$  (entre 2 y 3), puede expresarse de acuerdo con las siguientes ecuaciones<sup>16</sup>, las cuales determinan las cantidades de titanio efectivo ( $Ti^*$ ), de titanio en solución  $[Ti]$ , y de titanio como precipitados de  $TiC$ . Asumiendo que la mayoría de azufre, nitrógeno y carbono son estabilizados como compuestos de titanio, se tiene:

$$Ti^*(\%) = Ti(\%) - 1.5S(\%) - (24/7)N(\%)$$

$$[Ti](\%) = Ti^*(\%) - 4C(\%)$$

$$TiC(\%) = 5C(\%); \text{ cuando: } Ti^*/C \gg 1$$

$$TiC(\%) = 1.25Ti^*(\%); \text{ cuando: } Ti^*/C \ll 1$$

Los aceros IF presentan un máximo de 53 % de elongación, cuando la cantidad de titanio es aproximadamente de 0.01 % en peso. Por otro lado, este porcentaje de elongación disminuye a medida en que la cantidad de titanio se incrementa. Sin embargo, la relación con que decrece el valor del porcentaje de elongación es menos acentuada para el caso de los aceros IF estabilizados con niobio, es decir, el efecto que provoca la variación en el contenido de niobio sobre la elongación del acero, no es tan importante<sup>17</sup>.

En el caso de los aceros IF estabilizados con Nb + Ti, el nitrógeno se fija con el titanio, necesitando alrededor de 0.006 % en peso de titanio para fijar 150 ppm de nitrógeno. El aluminio o el niobio, también son útiles 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 ductilidad. Por ello se ha concluido que las adiciones de titanio son preferibles para la fijación del nitrógeno desde el punto de vista de su capacidad para retener la ductilidad del producto final<sup>17</sup>.

El NbC precipita en las hojas laminadas en caliente, lo cual es muy útil para controlar el tamaño de grano y cambiar posteriormente las texturas de las hojas laminadas en frío. También se forman texturas de recristalización favorables para obtener altos valores de Lankford en los productos finales. Sin embargo, cuando las cantidades de los precipitados de NbC son muy grandes en las hojas laminadas en caliente, el tamaño de grano tiende a ser más fino durante el recocido, por lo que el valor de la ductilidad en la lámina se deteriora. Se ha reportado que la cantidad de niobio necesaria es de alrededor de 0.007 % con el propósito de controlar la textura. Mientras que se requiere de aproximadamente de 10 ppm, para fijar al carbono, como NbC<sup>17</sup>.

Los aceros al titanio se han desarrollado y utilizado ampliamente como una lámina de acero endurecido por calentamiento (Bake Hardening en inglés), debido a su buena formabilidad y alta resistencia. Generalmente un acero de este tipo, contiene pequeñas cantidades de carbono y nitrógeno. En el caso del carbono, su contenido es controlado con el propósito de retener unas cuantas ppm en solución mediante la adición de una pequeña cantidad de titanio y recociendo a una temperatura que provoque la precipitación de

carburos y carbosulfuros de titanio. Sin embargo, el control de dicha precipitación no es fácil, debido a que en los aceros BH los precipitados son afectados por los tratamientos térmicos.

En los aceros IF con titanio, algunos sulfuros tales como el sulfuro de manganeso (MnS), el sulfuro de titanio (TiS) y el carbosulfuro de titanio ( $Ti_4C_2S_2$ ), precipitan en conjunto con el TiC y el TiN, especialmente el carbosulfuro de titanio, el cual precipita durante el recalentamiento de los planchones. El  $Ti_4C_2S_2$ , juega un papel importante en el control de los átomos de soluto de carbono. Todos estos precipitados afectan significativamente a las propiedades mecánicas del producto final<sup>18,19</sup>.

Los aceros libres de elementos intersticiales, como se ha mencionado, son generalmente aceros en donde el carbono restante y el nitrógeno en solución han sido removidos en forma de precipitados, mediante la adición de titanio y/o niobio, con el propósito de obtener láminas con una alta estampabilidad. Los contenidos atómicos de niobio y de titanio, por lo tanto, deben ser básicamente mayores a los contenidos de carbono y de nitrógeno, debido a que el carbonitruro es generalmente 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 grandemente sobre las propiedades de las láminas fabricadas con aceros IF.

En los aceros IF se presenta una buena deformabilidad en frío, manifestada 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 en términos del valor de  $r$ . Por otra parte, el límite de fluencia está 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 los precipitados, c) el tamaño del grano ferrítico, d) los pasos de laminación y e) los porcentajes de recristalización<sup>2</sup>.

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<sup>16</sup>.

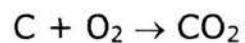
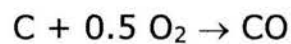
### 1.3 Proceso de fabricación para aceros conformables

La ruta más común para el proceso de fabricación de los aceros de ultra bajo carbono y aceros IF adoptada por muchas industrias siderúrgicas involucra la obtención de arrabio en altos hornos o mediante horno eléctrico, seguido por un refinamiento primario en algún tipo de convertidor; posteriormente se realiza el desgasado al vacío y finalmente la obtención de planchones de acero mediante colada continua<sup>20</sup>.

Entre los varios equipos de refinación primaria, los primeros en ser utilizados para el refinamiento de los aceros, son los procesos básicos de oxígeno. El más empleado es el horno básico de oxígeno (BOF), en el cual, durante todo el proceso se inyecta oxígeno desde la parte superior a través de una lanza enfriada por agua. Pero independientemente de las diferencias en la configuración de los equipos, todos tienen como propósito remover el contenido de carbono hasta niveles óptimos, controlar los niveles de

nitrógeno y mantener una temperatura relativamente alta en el acero líquido para subsecuentes etapas en el proceso de aceración<sup>21</sup>.

Durante el refinamiento primario del acero, la remoción de carbono, ocurre mediante la reacción del oxígeno insuflado con el carbono disuelto en el acero líquido, para producir monóxido de carbono y dióxido de carbono, de acuerdo con la siguiente reacción:



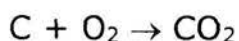
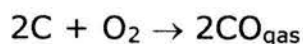
La habilidad de la refinación primaria para remover al carbono al final del insuflado, dependerá de la intensidad de la agitación. Aunado a la descarburización, durante todo el proceso de refinación primaria se produce óxido de hierro en menor o mayor grado, dependiendo de la velocidad de agitación del baño líquido. Sin embargo, ya que la reacción está basada en el consumo de oxígeno, el óxido más estable y que predomina en este caso es el monóxido de carbono. Las cantidades considerables de FeO que se forman, se depositan en la escoria. En general, en los procesos en donde se utiliza una agitación vigorosa, se tiende a producir menor óxido de hierro, a medida que la velocidad de transporte de carbono a la interfase de reacción se incremente mediante la agitación, reduciendo la cantidad de oxígeno disponible para la formación de monóxido de hierro<sup>21</sup>.

En cuanto a los niveles de nitrógeno durante la refinación primaria, estos están controlados por la evolución del gas de monóxido de carbono, el cual es el producto primario de descarburización durante casi todo el tiempo del insuflado de oxígeno. La agitación vigorosa debida a la evolución de monóxido de carbono sirve para remover la mayor cantidad de nitrógeno en

solución del acero líquido. Cuando el proceso de descarburización está casi por finalizar se puede introducir aire a la vasija de refinación para que se dé lugar a una renitrogenación<sup>22</sup>.

Después de la producción de la composición básica del acero en la refinación primaria, el acero es vaciado del horno a un carro de transferencia hacia el desgasador. El proceso de desgasado al vacío es necesario para lograr alcanzar los bajos contenidos de carbono requeridos, los cuales generalmente se encuentran por abajo de 0.005 % en peso. Los tipos más comunes de desgasadores cuentan con tubos refractarios o boquillas que son sumergidas dentro del acero líquido en la olla, aplicando vacío en la cámara y posteriormente inyectando gas argón al acero a través de un cierto número de puntos de inyección localizados en una de las boquillas. El gas, reduce localmente la densidad del acero y ocasiona que se mueva hacia arriba. Subsecuentemente el acero que asciende, entra de nuevo a la olla a través de otra boquilla y de esta manera se establece un flujo circulatorio del acero líquido<sup>8</sup>.

Sea cual sea el tipo de desgasador utilizado, la descarburización ocurre al reaccionar el oxígeno insuflado con el carbono disuelto en el acero líquido, lo que produce monóxido y dióxido de carbono mediante las siguientes reacciones:



Donde la rapidez con que se realiza la descarburización, estará determinada por la velocidad con que se insufla el oxígeno, además puede observarse que mediante la reducción de la presión parcial del monóxido de carbono a

través de la evacuación, las ecuaciones anteriores, son forzadas a reaccionar hacia la derecha, promoviendo la descarburización<sup>9</sup>.

Este proceso de descarburización continúa hasta que se obtiene el contenido de carbono deseado y posteriormente se añaden desoxidantes al acero. En este momento se fija el contenido de carbono<sup>21</sup>.

Después de que el acero es tratado con aluminio, la reacción de descarburización se detiene. Una vez que se ha realizado el proceso de descarburización del acero, se llevan a cabo las adiciones necesarias de ferroaleaciones para ajustar la composición química. Por ejemplo, el titanio y/o el niobio requerido para estabilizar al carbono y al nitrógeno restante, es agregado en este momento<sup>22,23</sup>.

Por otro lado, el desgasador al vacío, no es una herramienta efectiva para remover al nitrógeno del acero líquido ya que la velocidad de remoción de nitrógeno es normalmente controlada por una reacción química lenta sobre la superficie líquida del acero. En general, se esperará una remoción de nitrógeno de un 30 %, sin embargo, si el contenido de nitrógeno en el acero líquido al inicio del proceso de desgasado es particularmente bajo, no ocurrirá ninguna remoción de nitrógeno y por el contrario podría ocurrir un incremento en el contenido de nitrógeno debido a fallas en el sistema<sup>2,24</sup>.

El proceso de colada continua, consiste en vaciar acero líquido a un recipiente intermedio el cual tiene la función de controlar la velocidad de vaciado a los moldes de colada continua. Los moldes se encuentran refrigerados y cuentan con un movimiento vibratorio para evitar que el acero durante su solidificación se adhiera a ellos. Debido a que estos moldes carecen de fondo, cuentan con un dispositivo llamado inoculador, el cual

consiste en una barra metálica con cabeza desmontable cuya sección corresponde a las dimensiones del lingote y posee un movimiento descendente con lo cual se extrae poco a poco el lingote sólido<sup>21</sup>.

La prevención de la contaminación del acero durante la colada continua, es el mayor problema al que se enfrentan los fabricantes de aceros con ultra bajo carbono. Es fácil causar un incremento en el contenido total de oxígeno y nitrógeno, además de un incremento en el contenido de carbono durante este proceso si no se tiene el cuidado necesario.

Con el propósito de evitar el incremento de carbono debido a la contaminación se debe tener en cuenta lo siguiente:

- a) Reducir el contenido de carbono en los materiales refractarios, con el fin de evitar incrementos significativos de carbono (de hasta 6 ppm), debido a la reacción entre el acero líquido y el material refractario.
- b) Eliminar el uso de polvos térmicos que contengan carbono.
- c) Reducir o eliminar el contenido de carbono en los polvos lubricantes con altos contenidos de carbono.

La contaminación del acero con nitrógeno, se debe primeramente al contacto del aire con el acero líquido, así por ejemplo, durante la transferencia del acero de la olla al distribuidor, se pueden alcanzar contaminaciones de nitrógeno de hasta 20 ppm<sup>21</sup>.



#### 1.4 Proceso de fabricación de láminas para estampado

El primer acero ferrítico sin elementos intersticiales en solución, tales como el carbono y el nitrógeno, fue formulado y fabricado en 1970. Es a este tipo de aceros a los que actualmente se les denomina IF, los cuales tienen como principal característica, presentar excelentes propiedades mecánicas para la laminación en frío. Comparado con los aceros convencionales para estampado, este tipo de acero ofrece una deformabilidad óptima en frío, un excelente endurecimiento por deformación y una resistencia completa al envejecimiento. Sin embargo, el proceso metalúrgico de fabricación involucró también ciertos requisitos, como por ejemplo, facilidades de obtener alto vacío y el uso de elementos de aleación de costo elevado<sup>14</sup>.

El dinamismo en el continuo desarrollo industrial y tecnológico sobre el uso de los aceros IF, es un ejemplo típico del proceso de innovación en el área metalúrgica, lo cual demuestra que industrias como la acerera, no han llegado a un límite, sino que se encuentra en plena evolución.

Desde el punto de vista industrial este desarrollo ha sido determinado por un gran número de factores, entre los cuales destacan:

- a) El incremento de estrictos requisitos con respecto a las propiedades y calidad del acero para la fabricación de lámina.
- b) El mejoramiento e innovación de los equipos de refinación secundaria del acero y el aumento en la capacidad de producción del material.

c) Un conocimiento más profundo y más efectivo de los procesos que ocurren durante la producción de láminas de acero, a través de la investigación.

Bajo el ímpetu de estos factores y un trabajo intensivo de investigación, se ha podido introducir al mercado mundial lámina fabricada de acero con ultra bajo contenido de carbono para estampado a partir de la década de los 80's. Las diferentes tecnologías utilizadas en la industria del procesamiento del acero y los requisitos de servicio del producto final hicieron necesaria la adaptación de la composición química de la lámina para su uso en determinadas áreas.

El proceso de producción convencional de láminas de acero conformable a partir de planchones obtenidos por colada continua, generalmente incluye las siguientes etapas: a) laminación en caliente, b) laminación en frío y c) recocido. Estos procesos ofrecen muchas oportunidades para mejorar la conformabilidad, incluyendo la optimización de la composición química y de las condiciones de laminación y de recocido. Para ahorrar consumo de energía y para mejorar la eficiencia en la producción, se han desarrollado nuevos procesos que han comenzado a emplearse de manera importante tales como la laminación en caliente del planchón inmediatamente después de obtenerse de colada continua y el recocido continuo.

#### 1.4.1 Laminación en caliente

El trabajo en caliente, se ha utilizado para dar a los metales un cambio en su forma mediante deformación plástica mediante esfuerzos de bajo nivel. Actualmente, sin embargo, con la deformación en caliente no sólo se busca

alcanzar la forma deseada, sino que también un mejoramiento en las propiedades mecánicas del material<sup>25</sup>.

Durante la década de los 60's, se encontró que mediante una pequeña adición de niobio, se podía incrementar de manera efectiva el valor 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 adicionados con titanio y trabajados por laminación en caliente convencional tendían a presentar una pobre tenacidad a baja temperatura, se llevaron a cabo esfuerzos tendientes a mejorar la tenacidad mediante la aplicación de una laminación en caliente controlada. El efecto benéfico de la laminación controlada se explicó mediante la formación de granos austeníticos finos por recristalización justo arriba de la temperatura crítica  $A_{r3}$  después de la deformación en caliente<sup>26</sup>.

Entre los alcances obtenidos durante este período, fue la fabricación de los aceros microaleados, en los cuales, con un contenido bajo de carbono, la adición de elementos como el niobio y el vanadio aunado a la laminación controlada, fueron factores indispensables para obtener una alta resistencia a la tensión y una buena tenacidad<sup>25</sup>.

Durante las últimas dos décadas, el desarrollo de los aceros microaleados fue en aumento. Los mecanismos básicos del refinamiento microestructural durante la laminación en caliente controlada fueron sujetos a numerosos estudios; quedando claro que el refinamiento de la austenita por recristalización no fue el único factor para lograr un grano ferrítico refinado y que la austenita deformada por debajo de su temperatura de recristalización, fue capaz también de producir una ferrita fina debido al número de núcleos de ferrita que operaban durante la transformación

austenita-ferrita. 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<sup>27</sup>.

De los ochentas a los noventas, se introdujo el primer sistema en línea de enfriamiento acelerado en los trenes de laminación. Este sistema fue capaz de incrementar la resistencia sin modificar la tenacidad. Tales equipos de enfriamiento fueron subsecuentemente instalados en muchos molinos de laminación en todo el mundo y se utilizaron en combinación con la laminación controlada<sup>28</sup>.

En el caso especial de la laminación en caliente de los aceros, ésta ha sido practicada por casi cuarenta años en la producción de placas de aceros estructurales. Pero cuando en la misma línea de laminación, se incorpora el enfriamiento acelerado después de la laminación en caliente con el fin de controlar la estructura antes de la laminación en frío y de mejorar las propiedades mecánicas, recibe el nombre de proceso termomecánicamente controlado<sup>25</sup>.

Los procesos termomecánicamente controlados, son una tecnología integrada donde todos los factores de fabricación, tales como la composición química, la temperatura de recalentamiento, la laminación en caliente y el enfriamiento se optimizan, por lo que su aplicación está siendo aprovechada en diferentes tipos de productos, además de las placas<sup>25</sup>.

En los aceros, el refinamiento de la microestructura, es la única vía de mejorar simultáneamente la resistencia a la tensión y la tenacidad a baja temperatura. El tratamiento termomecánico controlado, primeramente alcanza un refinamiento general del grano mediante la optimización de las

condiciones de procesamiento durante la laminación en caliente, empleando temperaturas de recalentamiento menores a las temperaturas requeridas en la laminación convencional. Obviamente, estas temperaturas varían de acuerdo con los requisitos impuestos por las propiedades mecánicas deseadas. Las propiedades mecánicas obtenidas mediante los procesos termomecánicamente controlados, son muy superiores a las que se pueden obtener en aceros normalizados o templados con la misma composición química debido a la obtención de una microestructura de granos finos. Por otro lado, el enfriamiento acelerado se lleva a cabo después de la laminación controlada, a velocidades de enfriamiento de alrededor de los 10 °C/s, iniciándose este enfriamiento por arriba de la temperatura crítica de transformación  $A_{r3}$ , hasta alcanzar una temperatura dentro del intervalo de los 750 a los 500 °C. Este proceso refina aún más la microestructura, modificando incluso algunas veces, la microestructura de ferrita a bainita<sup>25</sup>.

Debido a que los molinos de laminación existentes para placas de acero 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 por 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, puede ser una técnica útil<sup>29</sup>.

Recientemente el uso de pequeñas cantidades de titanio, menores al 0.02 % en peso, las cuales deben ser también cuidadosamente controladas; se emplean para provocar la precipitación de partículas de TiN, las cuales restringen el crecimiento de los granos de austenita recristalizada durante la

laminación controlada, dando como resultado un tamaño de grano óptimo de la ferrita que se genera por la transformación de la austenita<sup>30</sup>.

El proceso termomecánicamente controlado, condiciona primeramente a la austenita durante la laminación controlada, previamente a su transformación, con el propósito de generar un incremento en el número de núcleos de ferrita, y posteriormente el enfriamiento acelerado controlado es utilizado para disminuir la temperatura de transformación de la austenita de tal manera que existe un incremento posterior en el número de núcleos de ferrita en la austenita condicionada<sup>27</sup>.

Para una composición dada, la morfología de los precipitados y la microestructura están controladas por los parámetros de laminación en caliente; esto es, por la temperatura de recalentamiento, por los porcentajes y número de pasos de deformación, la velocidad de laminación, así como también por la temperatura final de laminación y de enrollado, etc. El control de estos parámetros es crítico para obtener buenas propiedades. Además, la habilidad para controlar los parámetros de laminación en caliente puede gobernar los requerimientos de composición química del acero<sup>14</sup>.

La operación total de laminación en caliente, se divide generalmente en las siguientes etapas: recalentamiento, laminación basta, laminación de acabado y, enrollado. Los principios generales que se aplican en cada una de las siguientes etapas son:

La temperatura de recalentamiento determina el tamaño de grano inicial de la austenita. Si la temperatura es baja, el tamaño de grano austenítico será el más pequeño. Generalmente, la temperatura de recalentamiento para la laminación convencional es de aproximadamente 1250 °C, para minimizar la

carga de laminación y la potencia requeridas. El recalentamiento del planchón, se realiza a temperaturas de entre 1100 y 1300 °C, obviamente a temperaturas mayores, se facilita el proceso de laminación del acero, proporcionando además una microestructura deseable al final del laminado en caliente y después del recocido. Sin embargo, el empleo de altas temperaturas involucra un consumo mayor de energía elevando los costos de producción<sup>25</sup>.

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<sup>2</sup>.

La ventaja de las bajas temperaturas de recalentamiento es que genera precipitados grandes, y esto es mucho más notorio en los aceros con porcentajes de carbono relativamente altos, además, existe un efecto muy pequeño de la temperatura final de laminación sobre la elongación y un efecto moderado en la reducción de los valores de Lankford al reducir la temperatura final de laminación. Este efecto es diferente para los aceros adicionados con titanio, en donde la temperatura de recalentamiento puede ser menor que la necesaria para los aceros adicionados con niobio, ya que en estos últimos los precipitados de sulfuro y carbonitruros se forman a mayores temperaturas<sup>31,32</sup>.

El papel de los primeros pasos de laminación en caliente, es el de reducir el tamaño de grano austenítico de manera progresiva por medio de una recristalización repetida dentro de cada paso. Cuanto más finos son los

granos austeníticos previos a la deformación, más finos serán los granos de la austenita después de la recrystalización. De manera similar, mientras más baja sea la temperatura de laminación más fino será también el grano de la austenita recrystalizada, debido al crecimiento limitado después de la recrystalización. En resumen, durante esta etapa, el refinamiento del grano austenítico es mayor a medida que la temperatura promedio de laminación disminuye, además, el porcentaje de reducción en el espesor de la lámina, es mayor<sup>25</sup>.

Arriba de aproximadamente 900 o 950 °C, la austenita recrystaliza después de la deformación en caliente en un porcentaje que dependerá de la cantidad de deformación y de la temperatura. Cuando la temperatura de laminación es menor al intervalo de temperatura de recrystalización de la austenita, el tamaño de grano ferrítico es refinado tanto como se haya logrado refinar el grano de austenita<sup>33</sup>.

Cuando se realiza la deformación durante la laminación en un intervalo de temperaturas bajo, en el cual la austenita no recrystaliza, los granos de austenita se llegan a elongar y el área superficial de los granos por unidad de volumen se incrementa, por lo que se da lugar a un mayor número de sitios potenciales para la nucleación de ferrita. La deformación realizada en la zona de no recrystalización, también producen características lineales, frecuentemente llamadas bandas de deformación dentro de los granos de austenita. Estas bandas de deformación son capaces también de actuar como sitios de nucleación de ferrita. Los granos finos de austenita deformada pueden de esta forma ser transformados a granos de ferrita muy finos en su interior, debido a este aumento en los sitios de nucleación. Este efecto se incrementa con el aumento de la deformación de laminación acumulada por abajo de la temperatura de recrystalización, y la cantidad de



esta deformación está muy relacionada al mejoramiento de las propiedades mecánicas<sup>25</sup>.

Se sabe que el enfriamiento acelerado de la austenita recristalizada, refina los granos de ferrita resultantes de alguna forma, pero no de manera significativa. Por otro lado, el enfriamiento rápido de la austenita sin recristalizar puede activar numerosos núcleos de ferrita en el interior de los granos de austenita, además de aquellos que se activan por las bandas de deformación. Todos estos factores contribuyen en suma, al refinamiento del grano ferrítico. El enfriamiento acelerado también modifica a la estructura transformada mediante el reemplazamiento de la perlita por un mayor porcentaje de bainita finamente dispersa, la cual también mejora la resistencia del acero<sup>25</sup>.

Todos estos efectos de los tratamientos termomecánicamente controlados son intensificados por la adición de microaleantes; por ejemplo, el niobio aumenta la temperatura de recristalización de austenita lo que da como resultado una mayor cantidad de granos de austenita sin recristalizar. Aún más, el niobio en solución modifica el comportamiento de transformación por su efecto de endurecimiento para producir ferrita fina y un aumento en la fracción de bainita. El vanadio, también tiene un efecto endurecedor similar, y debido a que sus carburos tienen una mayor solubilidad comparado con los de niobio, puede dar lugar a un efecto mayor de endurecimiento por precipitación. Sin embargo, el vanadio no es tan efectivo para incrementar la temperatura de recristalización de la austenita como lo es el niobio, por lo que es menos efectivo para generar granos de austenita sin recristalizar en la laminación controlada convencional<sup>25</sup>.

La laminación en caliente controlada, tiene como función el introducir deliberadamente en los granos de austenita, heterogeneidades microestructurales que actúen como sitios de nucleación de ferrita durante la transformación de austenita a ferrita. En principio, la modificación de la estructura austenítica para producir granos finos de ferrita durante la transformación, se realiza por los siguientes mecanismos:

a) Por la disminución de la temperatura de recalentamiento tanto como sea posible para obtener un tamaño de grano inicial pequeño de austenita, previo a la laminación.

b) Por la optimización de los pasos intermedios de laminación (por ejemplo arriba de 900 °C), para obtener un tamaño de grano austenítico refinado a través de una recristalización repetida.

c) Por deformación de la austenita por abajo de su temperatura de recristalización, con el propósito de incrementar el área superficial por unidad de volumen del límite de grano de la austenita, mediante la elongación del grano e introducir bandas de deformación.

Estos tres factores en conjunto, proporcionan en general un refinamiento en el tamaño de grano ferrítico.

La relación entre el tamaño de grano ferrítico y las propiedades mecánicas en los aceros, se ha estudiado ampliamente de una manera empírica y en menor grado, de forma teórica. Por ejemplo el esfuerzo de fluencia es generalmente expresado mediante una ecuación del tipo de Hall-Petch, por ejemplo:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

En donde  $\sigma_y$  es el esfuerzo de fluencia,  $\sigma_0$  y  $k_y$  son constantes empíricas particulares para cada material y  $d$  es el diámetro de grano ferrítico.

Una parte importante en relación con la laminación en caliente controlada, es el efecto de los elementos de aleación. En el diseño de aleación de estos aceros, se deben considerar dos factores, por un lado, la optimización del contenido de los principales elementos de aleación como lo son el carbono, el manganeso, el cobre, el níquel, el cromo y el molibdeno; y por otro lado, el uso eficiente de los elementos microaleantes como el niobio, el titanio, el vanadio y el aluminio<sup>34</sup>.

Los principales elementos de aleación, determinan la temperatura de transformación  $A_{r3}$ . A medida que la temperatura de  $A_{r3}$  disminuye, el intervalo de temperaturas de trabajo para el régimen de austenita no recristalizada es más amplio. Por lo que es posible la formación de una gran cantidad de austenita sin recristalizar. Una baja temperatura  $A_{r3}$ , también suprime el crecimiento del grano de la ferrita transformada lo cual genera una ferrita refinada. El uso de carbono es generalmente minimizado, debido a la necesidad de obtener un acero con buena soldabilidad, ductilidad y tenacidad, por lo que para disminuir el valor de la temperatura de transformación, es necesaria una buena combinación, en la adición, de otros elementos aleantes tales como el Mn, Ni y Cu<sup>25</sup>.

Por otra parte, los elementos microaleantes controlan tres parámetros importantes en la laminación controlada, uno de ellos es el tamaño de grano austenítico, otro es la retardación de la recristalización de la austenita y finalmente modifican el comportamiento de transformación. El tamaño de

grano por recalentado se refina por medio del efecto de precipitados finos de AlN, Nb(CN) y TiN, y depende de la temperatura de recalentamiento. El niobio y el titanio 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 controlada, iniciar a temperaturas de laminación significativamente altas. Inicialmente el niobio en solución en austenita, produce un refinamiento de grano ferrítico adicional durante la transformación de austenita a ferrita, cuando el tamaño de grano austenítico previo a la transformación está adecuadamente refinado. El niobio y el titanio disueltos en la austenita, endurecen a la ferrita por la precipitación de finos carburos, nitruros y/o carbonitruros durante y después de la transformación. Todos estos efectos de los elementos microaleantes, hacen de ellos constituyentes indispensables en la laminación controlada del acero<sup>25</sup>.

Para los aceros IF, la laminación en caliente se realiza por arriba de la temperatura crítica de transformación  $A_{r3}$  ( $>900$  °C), para proveerle excelentes propiedades para el estampado profundo. También se han realizado estudios del efecto que tiene el porcentaje de reducción por laminado en caliente, así como la velocidad de dicha laminación; en aceros que presentan bajos contenidos de carbono y adiciones de titanio y niobio. Este comportamiento se dividió en tres grupos. Para aceros con contenidos de carbono por arriba de 0.005 % en peso, la precipitación de carburos ocurre en la región austenítica y el efecto de la reducción por laminación en caliente sobre las propiedades mecánicas es muy pequeño. Para aceros con contenidos comprendidos en el intervalo de 0.003 a 0.005 % en peso de carbono y con relaciones aproximadamente estequiométricas de niobio o

titanio con el carbono y el nitrógeno; tanto el valor final de  $r$  como el del porcentaje total de elongación, dependen marcadamente de la reducción durante la laminación en caliente como de la velocidad a la cual se realiza. Esto se consideró que se debía a una influencia de la laminación en caliente sobre la precipitación de carburos. Finalmente, en los aceros con cantidades de carbono por debajo de los 0.003 % en peso, existe un ligero efecto de la reducción en caliente, con lo que se obtienen altos valores de Lankford<sup>32</sup>.

La laminación en caliente final es la etapa en donde se realizan las últimas deformaciones requeridas a la lámina a una temperatura específica. La temperatura de inicio para llevar a cabo los pasos finales de laminación, puede no estar especificado, pero generalmente está en el rango de los 950 a los 850 °C. Por debajo de este rango de temperaturas, puede ocurrir en cierto grado alguna recristalización fina de granos de austenita, pero la mayoría de los granos elongados de austenita, no recristalizan. Aunque estos cambios microestructurales contribuyen al refinamiento de la ferrita, la contribución a partir de granos de austenita no recristalizada es la más importante. El efecto producido por la austenita no recristalizada al refinamiento del grano ferrítico, está cercanamente relacionado a la deformación acumulativa en los pasos de deformación por debajo de la temperatura de recristalización de la austenita. La temperatura final de laminación es también importante en cuanto a que si esta finaliza en la región austenítica, austenítica-ferrítica o ferrítica.

Las condiciones finales de la laminación en caliente, específicamente, la temperatura final de laminación, el porcentaje total de reducción y la velocidad de laminación, tienen una influencia sobre las propiedades mecánicas de los aceros. Sin embargo, los efectos de estas condiciones sobre las propiedades, son complicados de establecer o generalizar, por el

hecho de que en muchas instancias estos efectos están interrelacionados con otros factores tales como la temperatura de recalentamiento y/o con la composición química del acero, especialmente en el caso de los aceros adicionados con niobio. Por lo tanto, los efectos de la temperatura final de laminación en caliente pueden variar de un acero a otro<sup>25</sup>.

El efecto de la temperatura final de laminación depende por si solo de la temperatura de recalentamiento, y valores altos de  $r$  pueden llegar a obtenerse a partir de aceros laminados parcial o completamente en la región ferrítica para reducir la cantidad del carbono en solución con el fin de ajustar la relación atómica entre el elemento aleante y el carbono a la unidad<sup>32</sup>.

En los aceros de bajo carbono la laminación en caliente se lleva a cabo en la región austenítica y también la temperatura de enrollado tiene una marcada influencia sobre la resistencia del acero, pero existe un pequeño efecto sobre el acero en condición de laminación en frío y de recocido. Un incremento de la temperatura de enrollado de 550 a 750 °C produce un incremento de 25 a 57 MPa sobre el esfuerzo de fluencia, mientras que el efecto después de laminar en frío y de recocer tiende a incrementar en solo 13 MPa el esfuerzo de fluencia pero si existe un efecto sobre el valor de  $r$ .

En el caso de los aceros calmados con aluminio, estos requieren de ser procesados a una temperatura de recalentamiento bastante alta para dar propiedades óptimas después del recocido estático.

La laminación en caliente dentro de la zona bifásica provoca un deterioro en las propiedades de los aceros calmados con aluminio. Por ejemplo para aceros con 0.035 % de carbono, cuando la temperatura final de laminación está por debajo de 860 °C causa en decremento en el valor de  $r$ , pero no es

notorio un cambio en el esfuerzo de fluencia o la elongación para temperaturas finales por debajo de 820 °C. Por lo tanto, es necesario que la laminación se realice completamente en la región austenítica para obtener altos valores de  $r$ . La temperatura para la máxima velocidad de precipitación de nitruros de aluminio es cercano a los 800 °C, pero dicha precipitación está influenciada por la composición y la temperatura de recalentamiento del acero. Para evitar una precipitación sustancial de AlN es necesario un rápido enfriamiento a través de los 800 °C<sup>25</sup>.

La morfología, tamaño y distribución de los precipitados de TiC y NbC, juegan un papel crítico en la determinación de las propiedades de los aceros IF. Los precipitados relativamente grandes y ampliamente espaciados, mejora el desarrollo de una textura en el componente (111), la cual es necesaria para lograr un material con altos valores de  $r$ , mientras que una alta densidad de precipitados finos, inhiben la recristalización y el crecimiento de grano, causando que las propiedades sean relativamente inferiores. Así mismo, factores tales como la composición química, la temperatura de recalentamiento, y las condiciones finales de la laminación en caliente; la temperatura de enrollado, es el paso final para el control de la morfología de los carburos. Mientras que los diferentes productores de lámina de acero IF estabilizado con titanio, emplean bajas y altas temperaturas de enrollado, los productores de aceros IF estabilizados con niobio, siempre emplean temperaturas de enrollado por arriba e incluso igual a los 680 °C<sup>14,25</sup>.

Un incremento en los valores de  $r$ , se puede obtener usando altas temperaturas de enrollado, ya que se ha observado que al incrementar esta temperatura sobre aceros con un amplio rango de contenidos de carbono, se lograba una disminución en la resistencia a la fluencia y a la tensión y un

incremento en la elongación. Pero también se encontró que disminuyendo la temperatura de enrollado en aceros estabilizados con titanio, se tiene una baja influencia en el esfuerzo de fluencia de los materiales recocidos de manera continua. En el caso de aceros adicionados con Nb o con Nb + Ti, se requieren de altas temperaturas de enrollado para hacer posible que el niobio reaccione con el carbono y con el nitrógeno, que aún se encuentra disuelto<sup>35-37</sup>.

#### 1.4.2 Laminación en frío

Después del decapado, las láminas de entre 1.5 a 6 mm de espesor aproximadamente, son laminadas en frío, generalmente en un tren de laminación continuo, hasta alcanzar espesores finales de entre 0.2 y 3 mm. Las reducciones de aproximadamente 70 % en la laminación en frío, producen las condiciones óptimas para darle al acero una excelente estampabilidad<sup>2</sup>.

Los aceros procesados por laminación en caliente para ser laminados en frío y recocidos posteriormente; generalmente consisten en una microestructura de granos equiaxiados que contienen carburos u otros precipitados de varios tamaños. La textura obtenida, frecuentemente es muy pobre, pero cuando el acero es laminado en frío, el grano se deforma y desarrolla una estructura elongada. La orientación de los granos, llega a ser progresivamente más fuerte por la rotación de los cristales debido a la orientación de deslizamiento que se genera durante la deformación en la laminación. Los componentes de la textura como lo son los planos (111), (100) y (112), los cuales son paralelos a la superficie, se incrementan con el aumento de la reducción en frío, mientras que el componente (110) decrece<sup>38</sup>.



Actualmente está firmemente establecido, que la textura de los aceros de bajo carbono laminados en frío, consiste de dos principales grupos de componentes. El primero es una textura parcial de fibra denominada textura de fibra  $\alpha$ , con direcciones  $[110]$  en el sentido del laminado e incluye los componentes  $(001)[110]$ ; y el segundo grupo es una textura completa de fibra llamada textura de fibra  $\gamma$ , con planos  $(111)$  paralelos al plano de laminación, incluyendo a los sistemas  $(111)[110]$  y  $(111)[112]$ <sup>39</sup>.

Para aceros de bajo carbono sin o con poca adición de aluminio, valores satisfactorios de  $r$  son producidos cuando se alcanza un 60 % de reducción en la laminación en frío, aunque esto depende del contenido de carbono y de la temperatura de recocido. El valor de la reducción óptima para alcanzar posteriormente valores relativamente altos de  $r$  será mayor mientras menor sea el contenido de carbono y sea alta la temperatura de recocido. Por otro lado el valor de  $r$  por si solo se incrementa cuando se tiene un tamaño grande de los precipitados.

En el caso de los aceros calmados con aluminio, los valores de  $r$  pasan a través de un máximo al irse incrementando el porcentaje de reducción. Se ha observado que en estos aceros existe un intervalo amplio de porcentajes de reducción en frío sobre el cual se logran alcanzar propiedades mecánicas satisfactorias.

Para los aceros IF, se ha observado que incrementando la reducción en la laminación en frío, existe un incremento progresivo en los valores de Lankford para reducciones en frío por arriba y entre el 80 %. Sin embargo, es necesario hacer notar que estos valores de  $r$  obtenidos, también dependen de la composición química del acero y de otros parámetros usados. Por ejemplo, la presencia del carbono y del nitrógeno, tienen una

mayor influencia sobre el desarrollo de la estructura y de las propiedades mecánicas en estos aceros de bajo carbono, esto, dependiendo de la forma en que se encuentren ambos elementos en el acero. Estas formas incluyen: a) cuando están en solución durante la laminación en frío, b) cuando están en solución durante la recristalización, c) cuando están en solución después del recocido, d) cuando están formando partículas grandes durante el laminado en frío y, e) cuando están en forma de partículas finas durante el recocido<sup>38</sup>.

Cuando el carbono se mantiene en solución sólida durante la laminación en frío, puede tener una influencia importante en el desarrollo de la microestructura. Un acero con un alto contenido de carbono intersticial, estará sujeto a una deformación dinámica durante la laminación, la cual mantiene una banda de deformación. Estas bandas se forman en granos de orientación (111)[112] y llegan a facilitar la nucleación durante el recocido para promover la formación de una orientación (110) a expensas de las orientaciones (111). Se ha descubierto además, que el nitrógeno intersticial produce un efecto similar<sup>38</sup>.

Las partículas que se encuentran en los aceros, principalmente los carburos y los nitruros de tamaño relativamente grandes, tienen un notable efecto sobre la microestructura. Cuando carburos de diámetro de entre 0.5 y 10  $\mu\text{m}$ , están presentes durante la laminación en frío, provocan regiones muy localizadas de alta deformación, los cuales pueden proveer a una nucleación preferencial para la recristalización. El número de núcleos potencialmente activos para la nucleación es, por lo tanto mayor, logrando un tamaño de grano fino al final del proceso. Partículas grandes también influyen la orientación de núcleos recristalizados el cual provoca una textura más aleatoria<sup>38</sup>.

Es importante al final de la laminación en frío, remover el lubricante de laminación empleado, para evitar la formación de residuos sobre la superficie de la lámina durante el proceso de recocido, los cuales son indeseables para posteriores tratamientos superficiales. En algunos casos para láminas muy delgadas, con espesores menores a los 0.3 mm, se emplean dos o más etapas de laminación en frío con tratamientos de recocido intermedios<sup>2</sup>.

#### 1.4.3 Tratamiento térmico de recocido

Los factores microestructurales que son favorables para una buena conformabilidad de la lámina, tales como el tamaño de grano, textura, morfología y tamaño de los precipitados, etc., son obtenidos finalmente a través del recocido. Los tipos de recocido, se pueden clasificar como recocido por lotes (estático) o continuo<sup>2</sup>.

Tradicionalmente, el recocido se realiza de manera estática, en el cual, varios rollos de lámina son colocados dentro de un horno cubierto que contiene una atmósfera de gas protector, generalmente nitrógeno con 5% de hidrógeno; este gas se hace circular para promover una mayor transferencia de calor desde la superficie hacia el interior del acero. Las láminas son calentadas generalmente en un intervalo de entre 650 y 850 °C, dependiendo del tipo de acero, por aproximadamente un día o más y, posteriormente se enfría a temperatura ambiente por un período de varios días. A inicio de los 70's, aparece el método conocido como recocido continuo, el cual emplea un ciclo de tiempo total de varios minutos. Este método es el más empleado actualmente en todo el mundo, principalmente en el caso del recocido de láminas con espesores no mayores a 1.6 o 2 mm.

para favorecer la formación de una estructura final deseable. El recocido continuo tiene el potencial de ofrecer de manera más rápida, una lámina con las características requeridas por el cliente. El acero puede presentar propiedades mecánicas más consistentes y homogéneas, mayor formabilidad y proveer superficies planas y limpias, con costos mucho más bajos que en el caso del recocido por lotes<sup>38</sup>.

En los aceros de bajo carbono, una variación en la velocidad de calentamiento de 10 a 400 °C/h produce una ligera disminución en el valor de  $r$ , pero no provoca un notable efecto sobre el tamaño de grano o sobre el esfuerzo de fluencia. Es bien sabido que el tamaño de grano incrementa al aumentar la temperatura y el tiempo de recocido y que esto a su vez tiene un efecto positivo sobre el valor de  $r$  y una disminución en la resistencia. Este ablandamiento que ocurre en el recocido es influenciado por partículas bastas así como por el crecimiento de grano. Por lo tanto, el efecto del contenido de carbono en el acero es importante, ya que la dispersión de los carburos tienen una gran influencia a través de su efecto en el crecimiento de grano.

La influencia de la velocidad de calentamiento durante el recocido estático sobre las propiedades de los aceros calmados con aluminio es muy importante. En general los valores de  $r$  se incrementan y el esfuerzo de fluencia decrece al disminuir la velocidad de calentamiento. Las velocidades de calentamiento para obtener propiedades óptimas incrementan al aumentar el contenido de aluminio y se coincide además con la condición de obtener un tamaño de grano máximo. En general, al incrementarse el valor del porcentaje de reducción es necesario de altas concentraciones de aluminio y de nitrógeno para la obtención de propiedades óptimas.

El incremento en la temperatura y el tiempo de recocido de este tipo de aceros provoca un decremento en el esfuerzo de fluencia. Sobre un intervalo de temperaturas por arriba de 700 °C el ablandamiento puede ser descrito por una aparente energía de activación igual a 250 kJ/mol el cual corresponde aproximadamente a la autodifusión del hierro en la ferrita.

Un mayor efecto que puede afectar a las propiedades en un acero calmado con aluminio es la absorción de nitrógeno durante el recocido estático. Las partículas de nitruro de aluminio formadas cerca de la superficie del acero, muestran una distribución heterogénea a lo largo el ancho de la lámina, siendo menor la cantidad de partículas en los bordes. El incremento de la resistencia y la disminución de la elongación es sustancialmente menor para el nitrógeno adquirido durante el recocido que para el nitrógeno introducido durante la aceración, sin embargo que el nitrógeno adquirido durante el recocido sea minimizado. El último proceso que ocurre durante el recocido de los aceros calmados con aluminio es la precipitación de carbono durante el enfriamiento<sup>38</sup>.

Durante el recocido a 700 °C, el aluminio y el nitrógeno precipitan completamente como AlN, el cual actúa como un obstáculo para el crecimiento de grano. Sin embargo, comparados con los aceros agitados, son necesarios tiempos de recocido prolongados para obtener suficientes granos grandes para mejorar la ductilidad. La precipitación del AlN durante el recocido remueve al nitrógeno disuelto. En suma a esto, el carbono es removido como cementita durante los enfriamientos lentos en los recocidos estáticos<sup>2</sup>.

El efecto de la temperatura de recocido en los aceros IF sobre el valor de  $r$ , muestra que el valor de Lankford se incrementa con el aumento de la

temperatura de recocido; las temperaturas que generalmente se emplean se encuentran en el intervalo de 760 a 850 °C. En los aceros en los cuales el efecto de esta temperatura es mayor, es en los estabilizados con niobio, mientras que por el contrario, en los aceros estabilizados con titanio el efecto no es muy marcado. Por arriba de los 940°C, el valor de  $r$  cae precipitadamente debido a la transformación que ocurre de ferrita a austenita. Este incremento en el valor de  $r$  con el incremento de la temperatura de recocido, se cree que está asociado con un rápido crecimiento de los granos con una mayor orientación en los planos  $\{111\}$  en relación con otras orientaciones<sup>39,40</sup>.

La resistencia, ductilidad y el valor de endurecimiento por deformación  $n$  de los aceros IF con titanio y, con titanio y niobio, muestran un comportamiento casi constante al ser recocidos a una temperatura entre 760 y 850 °C. Pero en los aceros adicionados únicamente con niobio, se exhibe una sustancial mejoría en la ductilidad (aproximadamente del 4 %) y del valor de  $r$ , al aumentar la temperatura de recocido de 750 a 800 °C<sup>3,41</sup>.

Todos los estudios sobre los efectos de la temperatura de recocido, sugieren que las propiedades de los aceros IF pueden ser mejoradas mediante el empleo de altas temperaturas de recocido, quizás en mayor medida en los estabilizados con niobio. Sin embargo, por razones obvias, en producciones de lámina a escala comercial es deseable utilizar temperaturas de recocido lo más bajas posibles<sup>14</sup>.

En general, los aceros IF, recristalizan a temperaturas mayores que los aceros calmados con aluminio y esta temperatura se eleva al aumentar el contenido de aleantes. Por lo tanto se requiere de altas temperaturas de recocido, si se desea obtener una recristalización completa. Además, la

temperatura de recristalización de los aceros IF disminuye con una disminución en la temperatura de recalentamiento y es conocido que para disminuir en 10 °C después de 15 segundos de recocido, se debe incrementar la reducción en frío de 60 a 75 %. La nucleación preferencial de los granos recristalizados es en los componentes de la familia de planos  $\{111\}$ , en las fronteras de grano ferrítico inicial trabajado en frío contribuye a la textura de recocido en los aceros IF. En este caso el valor elevado de  $r$ , es acompañado por granos equiaxiales grandes, pero no por granos elongados, y las texturas de recocido muestran a  $\{554\}\langle 225 \rangle$ ,  $\{111\}\langle 110 \rangle$  y a  $\{111\}\langle 112 \rangle$  como los componentes predominantes<sup>2</sup>.

El titanio y el niobio disueltos y los precipitados tales como el TiC, el TiN y los Nb(CN), son también de mucha importancia durante la formación de la textura, tienden a incrementar las temperaturas de recristalización y para inhibir el crecimiento de grano, tal que los aceros IF requieren de altas temperaturas de recocido mayores a los 700 °C<sup>2</sup>.

Por otra parte, el carbono tiene un efecto detrimental cuando se encuentra en solución durante el recocido. Con altos contenidos de carbono en solución, existe una disminución gradual de los componentes  $\{111\}$  durante la recristalización, mientras que con una baja cantidad de carbono en solución, la disminución inicial de los componentes  $\{111\}$  es compensada por un subsecuente aumento de otros componentes, especialmente de  $(111)[112]$  durante las últimas etapas de la recristalización<sup>42</sup>.

Cuando los aceros comerciales de bajo carbono son laminados en caliente, generalmente son enfriados y enrollados lentamente, lo cual permite una precipitación casi completa del carbono. Cualquier variación de carbono en solución durante la recristalización es generalmente causada por una

variación en la cantidad que se redisuelve después del laminado en frío durante el calentamiento de recristalización. Esto depende a su vez del intervalo de calentamiento, el espaciamiento entre las partículas de carburos y de la temperatura de recristalización. Por lo tanto, la influencia del carbono disuelto es principalmente incrementar la proporción de componentes que no favorecen la ductilidad, con una consecuente disminución de los componentes  $\{111\}$ , los cuales son importantes para la contribución de una buena estampabilidad<sup>38,42</sup>.

En cuanto al efecto del nitrógeno en solución sobre el desarrollo de la estructura durante el recocido continuo; se han realizado estudios en donde se ha observado que un alto contenido de nitrógeno se correlaciona con una textura pobre, un bajo valor de  $r$  y un refinamiento de grano. El nitrógeno en solución, por lo tanto, tiene un efecto muy similar al del carbono. El efecto del nitrógeno durante el recocido es dominado por la formación de nitruros de aluminio<sup>39</sup>.

Otro efecto importante del carbono y del nitrógeno en los aceros, es el de provocar un endurecimiento por solución sólida, debido a que estos elementos presentan una solubilidad sustancial en el hierro. Por este motivo, se busca un enfriamiento lento después del recocido para provocar la precipitación de carburos. Sin embargo, esta precipitación es más difícil en los aceros recocidos continuamente debido al corto tiempo disponible. Por lo tanto, el proceso de enfriamiento debe elegirse cuidadosamente para promover la precipitación tan rápido como sea posible<sup>2,38</sup>.

Durante el conformado de láminas que han sido recocidas, es común la aparición de defectos tales como ondulaciones, que se generan debido a una deformación no-uniforme en la superficie del material durante el proceso. Es



por esta razón, que generalmente los aceros laminados en frío requieren de una laminación posterior al recocido, para alcanzar los requerimientos en las dimensiones y en la rugosidad superficial de las láminas. La laminación de ajuste se realiza generando un porcentaje de reducción de entre 1 y 2 %, con lo cual se eliminan los defectos y se logra la precisión dimensional y el acabado superficial en la lámina. Sin embargo, en aceros con ciertas cantidades de carbono y nitrógeno en solución, éstos pueden generar lo que se conoce como deformación por envejecido, que se presenta durante el almacenamiento por varios días a temperatura ambiente<sup>2,14</sup>.

## CAPÍTULO 2

### Desarrollo Experimental

#### 2.1 Elaboración del planchón

La ruta tecnológica empleada por IMEXSA para la fabricación de aceros de ultra bajo carbono se ilustra en la figura 2.1, la cual consiste en el uso de 100 % de hierro esponja obtenido por reducción directa con un alto grado de metalización, en donde el porcentaje de hierro total es de aproximadamente del 91 %, el de carbono de 2.5 %, azufre en un 0.01 % como máximo y de 4.5% de ganga como máximo.

Con este aglomerado se alimenta a un horno de arco eléctrico trifásico de 230 toneladas de capacidad. Una vez obtenido el arrabio, se procede a su descorificación y se vacía en un horno de olla en donde se llevan a cabo las adiciones de cal, fluorita y aluminio.

Posteriormente se lleva a cabo el desgasado al vacío del acero con el propósito de remover, mediante agitación con flujo de argón, el exceso de carbono en el acero, para agregar inmediatamente después aluminio y ferroaleaciones. El porcentaje de FeO al final de esta etapa es de 4 % como máximo.

Finalmente, el acero se envía y se vacía en una máquina de colada continua para la obtención de planchones de 25 cm de espesor, 120 cm de ancho y longitud variable. Durante el vaciado de los lingotes se produce un incremento de nitrógeno de 5 ppm y un porcentaje de pérdida de aluminio del 0.005% en peso aproximadamente.



Figura 2.1. Ruta para la producción del acero estudiado.

La composición química promedio para los planchones de acero IF adicionado con titanio (IF-Ti) y del acero adicionado con cromo (BC-Cr) se muestra en la tabla 2.1.

Acero	C	Mn	P	S	Al	Si	Ni	Cr	Ti	N <sub>2</sub>
IF-Ti	0.005	0.11	0.004	0.010	0.071	0.030	0.013	-	0.069	0.004
BC-Cr	0.010	0.20	0.011	0.002	0.050	0.025	0.004	0.035	-	0.004

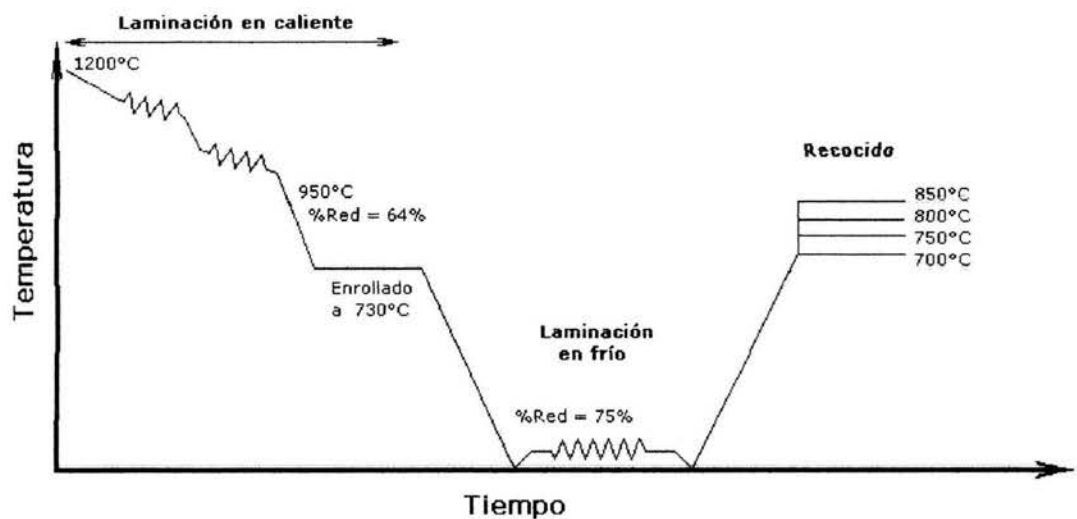
## 2.2 Elaboración de la lámina

El proceso para la obtención de las láminas para estampado consistió en las siguientes etapas:

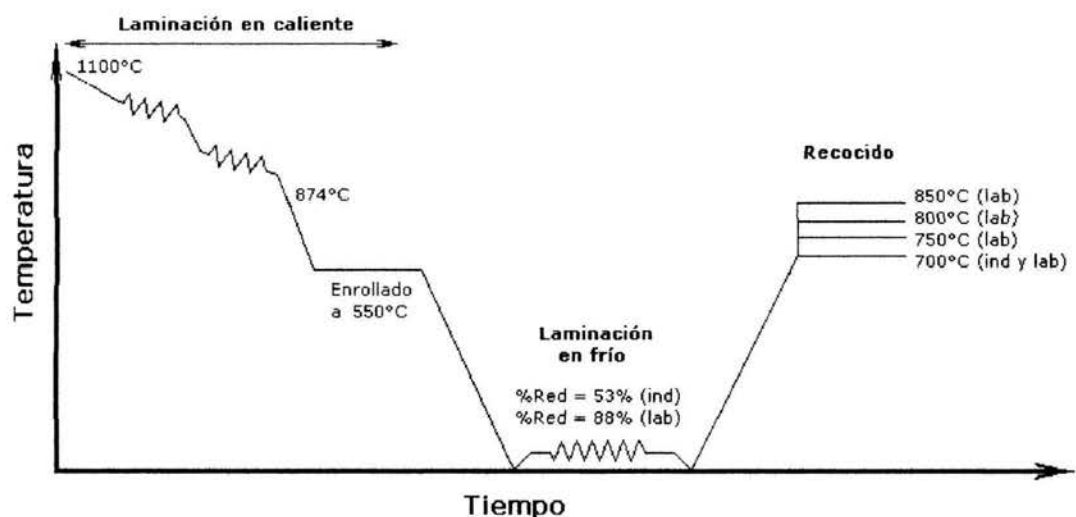
- Laminación en caliente (recalentamiento, laminación y enrollado)
- Laminación en frío
- Recocido

Para el caso del acero adicionado con cromo estas etapas se realizaron tanto a nivel industrial como a nivel laboratorio en el IIM-UNAM, para realizar

posteriormente un análisis sobre cada lámina y determinar el efecto del proceso sobre las propiedades mecánicas y microestructurales del acero. La figura 2.2, muestra una representación esquemática de las etapas del proceso que se llevaron a cabo para cada uno de los aceros.



(a)



(b)

Figura 2.2. Etapas realizadas para la obtención de la lámina recocida (a) de acero IF con adiciones de titanio y (b) de acero de bajo carbono con cromo.

### 2.2.1 Laminación en caliente

Antes de realizar el recalentamiento y la laminación de las probetas, éstas se pulieron y limpiaron hasta obtener un acabado superficial aceptable libre de óxido y de baja rugosidad.

El recalentamiento de los especímenes se realizó utilizando un horno de resistencias y para controlar la temperatura durante toda la etapa se empleó un termopar de Pt/Pt-18% Rh, el cual se colocó sobre cada uno de los planchones.

El proceso experimental de laminación en caliente en el IIM-UNAM, se llevó a cabo en un molino de laminación Fenn de 25 toneladas de capacidad máxima de carga.

La etapa de laminación en caliente para el acero adicionado con titanio, se inició recalentando el planchón a una temperatura uniforme de 1200 °C por un tiempo aproximado de 20 minutos. Posteriormente se extrajo del horno para ser laminado hasta alcanzar un porcentaje total de reducción al final de la laminación del 64%. La laminación en caliente de los planchones finalizó siempre por arriba de la temperatura de transformación  $A_{r3}$  ( $\approx 950$  °C).

Al final de la laminación, las probetas se sometieron a un calentamiento de 730°C por un tiempo de 20 minutos seguido por un enfriamiento al aire, esto con el fin de simular el proceso de enrollado para ser posteriormente laminadas en frío. La tabla 2.2 resume los parámetros principales de la laminación.

Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Temperatura de enrollado (°C)	Reducción total (%)	Espesor final (mm)
1250	950	750	64	2.66

En cuanto a los planchones de acero adicionados con cromo obtenidos por colada continua, se obtuvieron especímenes con dimensiones de 200 x 965 x 25.4 mm, los cuales fueron recalentados a una temperatura de 1100 °C y laminadas en caliente hasta alcanzar un espesor final de 3.4 mm. Este proceso de laminación se realizó industrialmente en las instalaciones de APM. Los parámetros de laminación en caliente industrial se muestran en la tabla 2.3.

Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Temperatura de enrollado (°C)	Reducción total (%)	Espesor final (mm)
1100	874	550	86.5	3.42

Los últimos pasos de la laminación se realizaron a temperaturas que se encuentran dentro de la región de transformación  $Fe_{\gamma}$  -  $Fe_{\alpha}$  hasta alcanzar una reducción total de 86.5 % que correspondió a una temperatura aproximada de 874 °C. Después de realizada la laminación en caliente, las placas fueron mantenidas a una temperatura de enrollado de 550 °C y posteriormente enfriadas hasta alcanzar la temperatura ambiente, lo cual tomó un tiempo de entre 2 y 3 días.

## 2.2.2 Laminación en frío

A nivel laboratorio, antes de efectuar la laminación en frío, se realizó un decapado sobre las láminas en una solución acuosa de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 20 % a una temperatura de 60 °C. Posteriormente para la laminación se empleó una laminadora Fenn de 25 toneladas de capacidad. La laminación en frío de las probetas de acero se realizó a temperatura ambiente.

Para el caso del acero con titanio la laminación se realizó hasta alcanzar un porcentaje máximo de reducción del 75 %, obteniéndose un espesor final en la lámina de 0.7 mm.

La laminación e frío para el acero con cromo se realizó tanto en APM como en el IIM-UNAM. En las muestras procesadas industrialmente se alcanzó un porcentaje de reducción total del 53.3%, mientras que en las realizadas en el laboratorio se redujo en un porcentaje de más del 85% como se muestra en la tabla 2.4.

La velocidad de deformación se determinó mediante la siguiente ecuación:

$$\varepsilon = \frac{V_c}{\sqrt{R\Delta h}} \ln\left(\frac{h_o}{h_f}\right) \quad \text{Ec. (2.1)}$$

Donde  $\varepsilon$  es la velocidad de deformación,  $V_c$  y  $R$  son la velocidad tangencial y el radio de los rodillos respectivamente,  $h_o$  es el espesor antes de la laminación y  $h_f$  es el espesor final de laminación,  $\Delta h$  es la diferencia de ambos espesores.

Lugar de laminado	No. de pasos de laminación	Vel. de deformación promedio (s <sup>-1</sup> )	Reducción total (%)	Espesor final (mm)
APM	4	n. d.	53.3	1.598
IIM-UNAM	7	3.13	88.2	0.560

### 2.2.3 Recocido

El acero IF-Ti fue recocido estáticamente a una temperatura constante de 800 °C y de 690 °C, a diferentes tiempos sin llegar a ser mayores de 5 minutos. Para el caso del acero con cromo las láminas también fueron recocidas isotérmicamente. El recocido industrial se realizó de manera estática a una temperatura de 700 °C por un tiempo de 20 horas, mientras que en el laboratorio se realizó a cuatro temperaturas diferentes (700, 750, 800 y 850 °C) por tiempos diferentes hasta los 5 minutos, tiempo en el cual se obtuvo una recristalización completa.

### 2.3 Técnicas de caracterización microestructural y de propiedades mecánicas

Todas las láminas en sus diferentes condiciones de procesamiento (laminación en caliente, laminación en frío y recocido) fueron analizadas metalográficamente mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión, también se realizaron análisis por difracción de rayos X y fueron ensayadas por tracción.



### 2.3.1 Microscopía óptica

Para microscopía óptica, los especímenes fueron pulidos sobre la superficie de interés mediante un desbaste gradual con lijas de polvo abrasivo de SiC, seguido por un pulido fino con polvo de alúmina con un tamaño de partícula de 1 y 0.5  $\mu\text{m}$  sobre paño; finalmente fueron atacados con nital al 2% para revelar su estructura<sup>43</sup>.

Se empleó un microscopio Olympus-Zeiss con una máxima resolución de 2500 aumentos y con equipo acoplado de fotografía para película de 35 mm. Este equipo se empleó principalmente para determinar la morfología y tamaño de grano, distribución de inclusiones y precipitados tanto en piezas laminadas en caliente y en frío como en las recocidas. Con la ayuda de un digitalizador para análisis de imágenes Leica, se determinó la fracción de recristalización en las láminas recocidas.

### 2.3.2 Microscopía electrónica de barrido

Para la observación más detallada de las características microestructurales de las láminas, se empleó un microscopio electrónico de barrido Stereoscan 440-Leica equipado con un sistema de análisis de energía dispersiva de rayos X (EDX) mediante el cual se realizaron análisis en la matriz, límites de grano, en inclusiones y precipitados.

### 2.3.3 Microscopía electrónica de transmisión

Mediante un microscopio electrónico de transmisión (MET) Jeol T120 se obtuvieron imágenes de mayor resolución así como patrones de difracción, principalmente para determinar la distribución, cantidad e identificación de los diferentes tipos de precipitados hallados en láminas tratadas termomecánicamente y recocidas.

Los especímenes analizados por MET consistieron en piezas circulares con un diámetro aproximado de 3 mm y de menos de 50  $\mu\text{m}$  de espesor, las cuales fueron perforadas posteriormente mediante un equipo Struers de electropulido por "twin jet", empleando una solución de alcohol etílico con 10 % de ácido perclórico a una temperatura de  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  y con una diferencia de potencial de 25 V.

A partir de los patrones de difracción obtenidos por MET se determinaron las distancias interplanares correspondientes a las reflexiones de cada fase, las cuales finalmente se compararon con las reportadas en la literatura y se comprobó calculando los parámetros de red, utilizando los ángulos y los índices de Miller determinados<sup>44,45</sup>.

### 2.3.4 Difracción de rayos X

Los análisis de rayos X se realizaron en un equipo Siemens D-5000 con una radiación de  $\text{Cu K}\alpha$  y un filtro de Fe empleando un ángulo y una velocidad de barrido de 2 a  $120^{\circ}$  y de 1 cm/min respectivamente. Las muestras analizadas consistieron en piezas con un área pulida de  $1\text{ cm}^2$ .

### 2.3.5 Ensayo de tensión

Los especímenes para el ensayo de tensión se prepararon según la norma para probetas planas (ASTM E-8)<sup>46</sup> y se realizaron en una máquina Instron 1125 de 15 toneladas conectado a un equipo de adquisición de datos. A partir de las pruebas de tensión se obtuvieron los valores de esfuerzo de fluencia nominal ( $YS_{0.2\%}$ ), resistencia mecánica o última a la tensión (UTS) y porcentaje de elongación, así como también los valores de Lankford ( $r$ ) y el exponente de endurecimiento por deformación ( $n$ ).

#### 2.3.5.1 Constante de Lankford

Para determinar el valor de Lankford se utilizó la norma ASTM E 517-81<sup>46</sup> para láminas metálicas, en donde el valor de  $r$  se determina mediante la siguiente ecuación:

$$r = \frac{\ln (w / w_o)}{\ln (t / t_o)} \quad \text{Ec. (2.2)}$$

En donde los valores  $w$  y  $t$  son el ancho y el espesor iniciales respectivamente, mientras que  $t_o$  y  $w_o$  son los valores del espesor y ancho finales respectivamente después de un 20 % de elongación. Si se asume que el volumen se mantiene constante la ecuación 2.2 se modifica como:

$$r = \frac{\ln (w_o / w)}{\ln (lw / l_o w_o)} \quad \text{Ec. (2.3)}$$

Donde  $l$  y  $l_o$  son los valores de la longitud inicial y final respectivamente. Esta última ecuación es recomendable para obtener el valor de Lankford en

el caso de láminas muy delgadas y cuya medición del espesor resulte muy difícil de medir.

A partir de la ecuación 2.3 se obtienen los valores de  $r$  para probetas obtenidas en dirección paralela ( $0^\circ$ ), transversal ( $90^\circ$ ) y con una orientación de  $45^\circ$  con respecto a la dirección de laminación. Posteriormente y después de determinar los valores anteriores, se puede calcular el valor de  $r$  promedio ( $r_m$ ) dada por la siguiente expresión:

$$r_m = (r_{0^\circ} + 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ})/4 \quad \text{Ec. (2.4)}$$

#### 2.3.5.2 Exponente de endurecimiento por deformación

El exponente de endurecimiento por deformación  $n$  representa un parámetro empírico para evaluar el incremento de la dureza y resistencia de un metal que es deformado plásticamente. Esto es, que el parámetro  $n$  es un indicador del comportamiento al conformado por alargamiento.

El exponente  $n$  se obtiene a partir de la ecuación que relaciona al esfuerzo real  $\sigma$  y la deformación real  $\varepsilon$  en la zona plástica, la cual está dada por la ecuación:

$$\sigma = K\varepsilon^n \quad \text{Ec. (2.5)}$$

Por lo tanto, según la norma ASTM E 646-78<sup>46</sup>, el valor de  $n$  es calculado asumiendo que representa la pendiente de la relación entre el logaritmo del esfuerzo real y el logaritmo de la deformación real de una probeta sometida

a carga tensora y axial. Esto es, si se aplica el operador logaritmo en ambos términos de la ecuación 2.5 se obtiene la siguiente expresión:

$$\log \sigma = n \log \epsilon + \log K \quad \text{Ec. (2.6)}$$

En el caso de las láminas de acero adicionado con cromo, se les realizó una prueba de copa según la norma ASTM E 643-84<sup>46</sup>. Esta prueba es ampliamente utilizada para evaluar de manera cualitativa la conformabilidad de láminas metálicas, ya que la deformación predominante durante la prueba es debida a un alargamiento biaxial. Sin embargo, es necesario precisar que no existe una correlación directa entre la altura de la copa formada en la lámina durante la prueba y la conformabilidad del material, ya que la prueba puede variar en función de factores tales como la magnitud de la fuerza que sujeta la lámina, del lubricante empleado y del método para determinar el fin del ensayo, por lo que solo se pueden comparar láminas que fueron probadas en las mismas condiciones.

## 2.4 Textura

Los análisis de textura se realizaron en el Departamento de Materiales de la UAM-Azcapotzalco, en donde se cuenta con un goniómetro de texturas acoplado a un difractómetro Siemens modelo D-500.

En este equipo se empleó un tubo de rayos X con ánodo de molibdeno cuya longitud de onda es de 0.7106 Å y filtro de zirconio. El voltaje de operación fue de 30 kV y una corriente de 30 mA.

Las muestras de acero con cromo en sus diferentes condiciones consistieron en laminas de 25 x 15 mm con espesor variable, las cuales fueron desbastadas en una de sus superficies de forma gradual empleando polvo abrasivo de SiC en papel hasta la lija grado 1200.

Los datos obtenidos durante el análisis de los especímenes se almacenaron en la computadora acoplada al equipo; a estos datos se les cambió el formato mediante un programa en Basic llamado CAFOTE.BAS, para que posteriormente fueran interpretados por el programa PopLA (Preferred orientation package, Los Alamos), programa mediante el cual se obtuvieron las figuras de polos.

## CAPÍTULO 3

### Resultados y Discusión

#### 3.1 Colada

El análisis realizado en el acero adicionado con titanio en su condición de colada, se observa una microestructura de granos de Fe- $\alpha$  con precipitados de morfología rombohedral en la matriz y sobre el límite de grano. Figura 3.1. Cabe destacar que la microestructura en el acero no mostraba ningún tipo de inclusión, ni de escoria.



Figura 3.1. Fotomicrografía del acero IF adicionado con titanio en su condición de colada y detalle de uno de los precipitados.

Los precipitados encontrados en el planchón de colada, presentan tamaños de entre 0.1 y 3  $\mu\text{m}$ . La mayoría de ellos y cuyo tamaño en promedio era

menor a las 2  $\mu\text{m}$  fueron identificados como del tipo TiN y se localizaron principalmente en el interior del grano y en menor porcentaje sobre el límite de grano, lo cual hace suponer que la mayor parte de estos precipitados se formaron durante el proceso de aceración, lo cual ha sido anteriormente reportado en trabajos referentes a la precipitación durante la etapa de solidificación en los aceros ultralimpios y adicionados con titanio<sup>47,48</sup>.

De acuerdo con la ecuación para determinar la temperatura crítica (en K) a la cual ocurre la precipitación del TiN<sup>49</sup>:

$$\log (\% \text{ en peso de Ti})(\% \text{ en peso de N})= -15,200/T + 3.9 \quad \text{Ec. (3.1)}$$

Para los contenidos de Ti y N de 0.061 y 0.003 % respectivamente, la temperatura de precipitación / disolución, empleando la ecuación anterior, será de aproximadamente de 1700 °C, por lo que el TiN se forma a la temperatura líquida del acero, lo cual confirma lo mencionado y observado anteriormente.

Sin embargo, aquellos precipitados cuyo tamaño era mayor a 2  $\mu\text{m}$  fueron del tipo AlN/TiN, lo cual se reportó como otro mecanismo por el cual precipitaba también el TiN<sup>50</sup>. Es decir, que en los precipitados previamente formados de AlN, y debido al exceso de Ti en solución sólida, se presenta la nucleación y crecimiento epitaxial del TiN, como se muestra en la figura 3.2 en donde en dichas partículas al ser analizadas mediante microanálisis se detectó en su parte central Al y N, mientras que en su parte externa se observó la presencia de Ti y N.



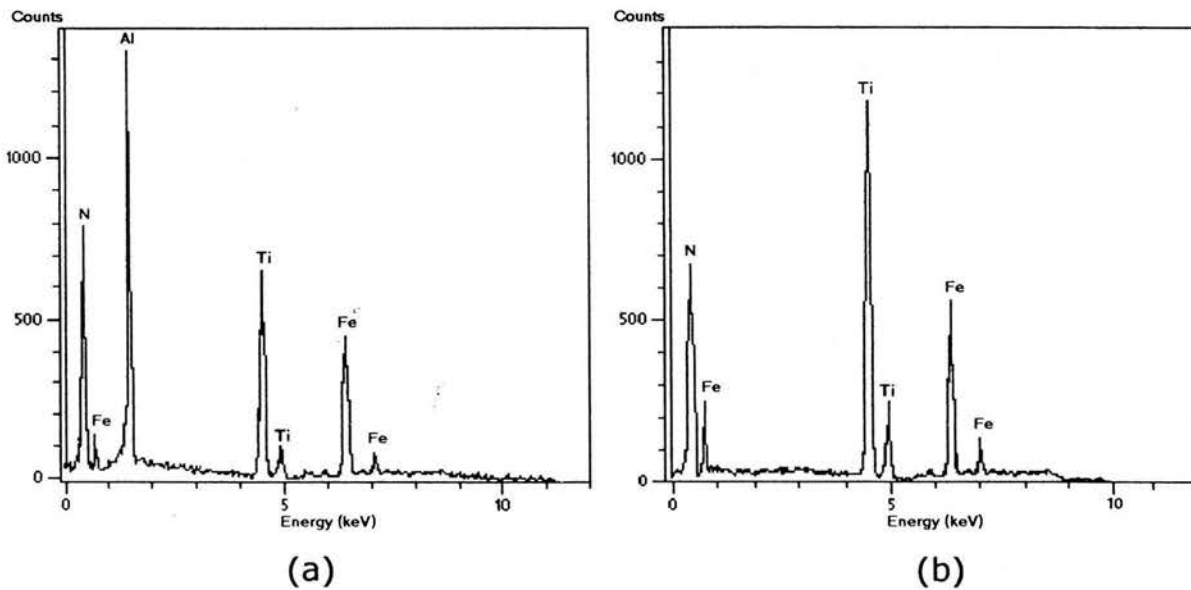
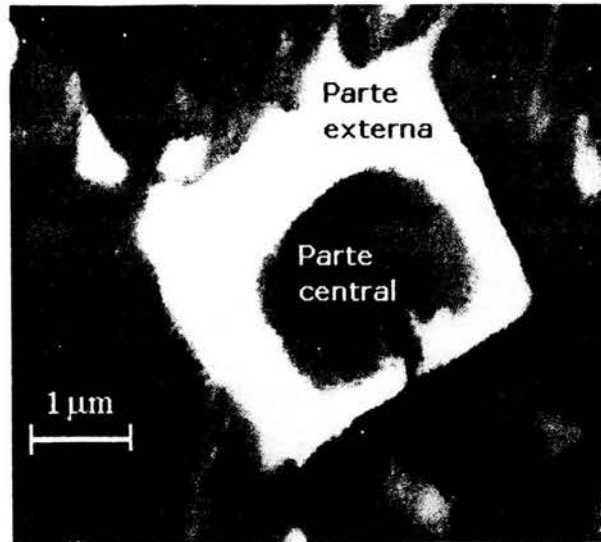
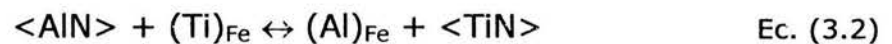


Figura 3.2.- Precipitado de AlN/TiN y microanálisis obtenidos en (a) la parte central y (b) en la parte externa de la partícula.

Analíticamente la nucleación del TiN sobre las partículas de AlN puede determinarse con la siguiente ecuación:



Donde  $\langle \text{AlN} \rangle$  es el nitruro presente en el acero líquido,  $(\text{Ti})_{\text{Fe}}$  es el Ti agregado como ferroaleación durante la aceración,  $(\text{Al})_{\text{Fe}}$  es el Al disuelto en el acero líquido y  $\langle \text{TiN} \rangle$  representa el TiN que nuclea sobre la partícula de AlN. Por otro lado la energía libre de la reacción  $\Delta G$  a la temperatura  $T$  del acero líquido en temperatura absoluta, está dada por la expresión<sup>51</sup>:

$$\Delta G = -132097 + 41.35/T \quad \text{Ec. (3.3)}$$

Dicha energía se tiene con un valor negativo lo que implica que la reacción anterior procede hacia la derecha, es decir, que al inicio el Ti reaccionará con el N de la partícula de AlN y posteriormente y una vez formado el precipitado de TiN, éste crecerá tomando el N disuelto en el acero líquido.

Por lo observado en la microestructura se puede decir que la precipitación del TiN se realiza por dos posibles mecanismos: Por combinación directa de átomos de Ti y N y su posterior crecimiento y por una nucleación inicial del Ti en precipitados de AlN y su posterior crecimiento.

### 3.2 Laminación en caliente

En el acero estabilizado con titanio laminado en caliente, se observó que durante la etapa de recalentamiento a diferentes temperaturas, la estructura de colada desaparece dando lugar a la formación de una estructura de granos de ferrita de tamaño casi homogéneo.

Sin embargo la cantidad de precipitados estuvo relacionada directamente con la temperatura a la cual se realizó el recalentamiento. En los aceros recalentados a una temperatura de entre 1200 y 1250 °C se obtuvo un

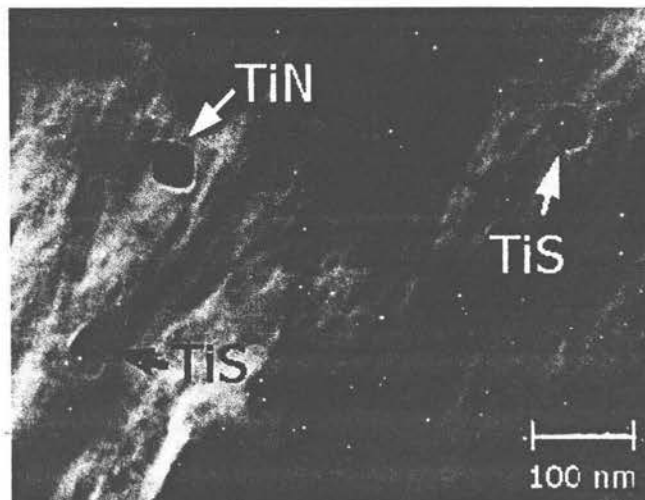
porcentaje de volumen de precipitados de aproximadamente el 1 %, mientras que a temperaturas de recalentado de entre 1050 y 1100 °C la cantidad de precipitados fue de alrededor del 1.8% en volumen, por lo que se produce una mayor disolución de los precipitados de TiN, lo que reduce el efecto de inhibición de crecimiento de grano durante la laminación en caliente. La disolución de estos precipitados representa el primer paso para tener un control sobre su morfología y sobre el tamaño de grano al final de la laminación, así como sobre el efecto en su recristalización y sus propiedades mecánicas finales<sup>33</sup>.

Se puede observar por lo tanto que la temperatura de recalentamiento del planchón como etapa inicial de la laminación en caliente, controla la disolución de los precipitados. Por esta razón esta temperatura representa el primer paso en el control de la morfología de los precipitados y del tamaño de grano en las bandas de deformación<sup>52</sup>.

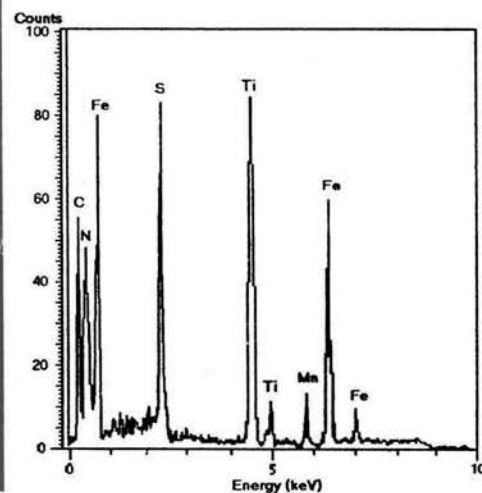
Estos precipitados inhiben la recristalización de austenita durante la laminación en caliente, evitando la formación de un grano austenítico pequeño que genere finalmente, granos finos de ferrita. Por otro lado, se ha reportado<sup>14</sup> la influencia de la temperatura de recalentamiento en un rango de temperaturas entre 1120 y 1250°C sobre las propiedades mecánicas finales de láminas para su uso en estampado, observando que a mayores temperaturas se obtiene un ligero incremento en el esfuerzo de fluencia y en la constante de Lankford.

Por lo obtenido anteriormente, la selección de la temperatura de recalentamiento de 1200°C como parte inicial del proceso de laminado, estuvo en función de la disminución de precipitados de TiN, ya que estos precipitados inhiben la recristalización de la fase austenítica durante la

deformación del acero en la laminación en caliente, lo que evita la recristalización de un grano austenítico pequeño que de lugar a un grano ferrítico pequeño.



(a)



(b)

Figura 3.3. (a) Fotomicrografía TEM de precipitados de TiS y (b) fotomicrografía SEM de partículas identificadas del tipo  $Ti_4C_2S_2$  con su difractograma, obtenidas en el acero estabilizado con titanio en su condición de laminación en caliente.

Además, en estos mismos aceros estabilizados con titanio, en los cuales su temperatura de recalentamiento fue mayor a los 1100 °C, se observó la precipitación de partículas identificadas como sulfuro de titanio (TiS), mostrada en la figura 3.3a. Posteriormente, durante la laminación en caliente y a temperaturas menores a los 1000 °C, se identificó la precipitación de  $Ti_4C_2S_2$ , figura 3.3b. Con lo cual se confirma la coexistencia y posible transición de TiS a  $Ti_4C_2S_2$ , que ocurre y que han sido reportadas para los aceros de ultra bajo carbono y estabilizados con Ti<sup>53,54</sup>. es importante notar además que el difractograma de la figura 3.3b, obtenido de la partícula, se observa la presencia de nitrógeno lo que evidencia que las partículas de TiN actúan como sitios de nucleación para provocar la precipitación epitaxial de partículas de  $Ti_4C_2S_2$ , como se ha observado en trabajos anteriores<sup>54,55</sup>.

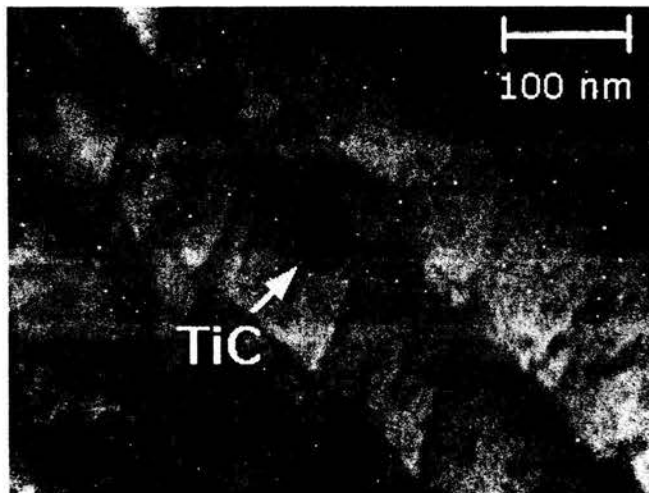


Figura 3.4. Imagen de campo claro sobre el acero con titanio laminado en caliente practicado sobre una partícula de TiC.

La presencia de los carbosulfuros de titanio se considera indispensable para fijar al carbono que se encuentra en solución así como ser el antecedente

para la formación de los carburos de titanio (TiC) en las etapas de enrollado y recocido<sup>55</sup>.

Finalmente, durante la etapa de enrollado del acero IF-Ti, se observó la precipitación de partículas esféricas, las cuáles fueron identificadas como TiC, figura 3.4, con lo cual se logra que se estabilice casi completamente el carbono que se encuentra aún en solución, sobre todo si se considera que el titanio requerido para estabilizar completamente el carbono en los aceros de ultra bajo carbono se ha expresado como<sup>18</sup>:

$$Ti_{\text{estab}} = 4 C + 3.42 N + 1.5 S \quad \text{Ec. (3.4)}$$

Donde C, N y S corresponden a los porcentajes en peso de carbono, nitrógeno y azufre respectivamente. Esta ecuación asume que el C formará TiC, el N estará formando TiN y el azufre se encontrará como TiS. Para el caso del acero en estudio, la ecuación predice que se requiere un porcentaje de alrededor de 0.49% en peso de titanio para lograr una estabilización completa, siendo una cantidad inferior a la que presenta el acero.

La caracterización microestructural llevada a cabo en los especímenes de acero con cromo que fueron recalentados, laminados en caliente y enrollados, muestran que su principal microestructura está formada de granos de ferrita con algunos precipitados los cuales fueron identificados por medio de microanálisis SEM como Fe<sub>3</sub>C, como se muestra en la figura 3.5.

El tamaño de grano obtenido al final de la laminación en caliente fue en promedio de 15 μm. Este refinamiento en el tamaño de grano después de la deformación se debe a que los pasos finales de laminación se realizaron dentro de la región donde ocurre la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$  (entre 840 y 860

°C), que según lo reportado<sup>38,56</sup>, cuando se realiza la deformación en la región bifásica se obtiene como resultado una microestructura con grano fino.

Esto debido a que los granos de austenita deformados presentan una mayor área superficial por unidad de volumen dando lugar a un mayor número de sitios potenciales para la nucleación de la ferrita de esta forma se logran obtener granos de ferrita muy finos en el interior de los granos de austenita durante la laminación.

Sin embargo, la temperatura final de laminación en caliente afecta muy poco a los valores de Lankford en los aceros IF adicionados con Ti<sup>14,57</sup>. El valor de  $r$  presenta un ligero descenso continuo con una disminución en la temperatura final de laminación, sobre todo en el intervalo de 880 a 750 °C. Pero también se ha demostrado<sup>32</sup> que este efecto de la temperatura final de laminación es influenciado por la temperatura de recalentamiento, para temperaturas de recalentamiento de 1200 °C o mayores se obtienen mayores valores de  $r$  que cuando se emplean temperaturas de recalentamiento menores a los 1000 °C. Por lo tanto, no se recomiendan utilizar bajas temperaturas de laminación en caliente al final del proceso, ya que se pueden encontrar zonas muy estriadas en la lámina<sup>58</sup>.

La obtención de granos finos después de la laminación en caliente y del enrollado es parte fundamental para la creación de un grano fino después de los procesos de recocido posteriores a la laminación en frío del acero.

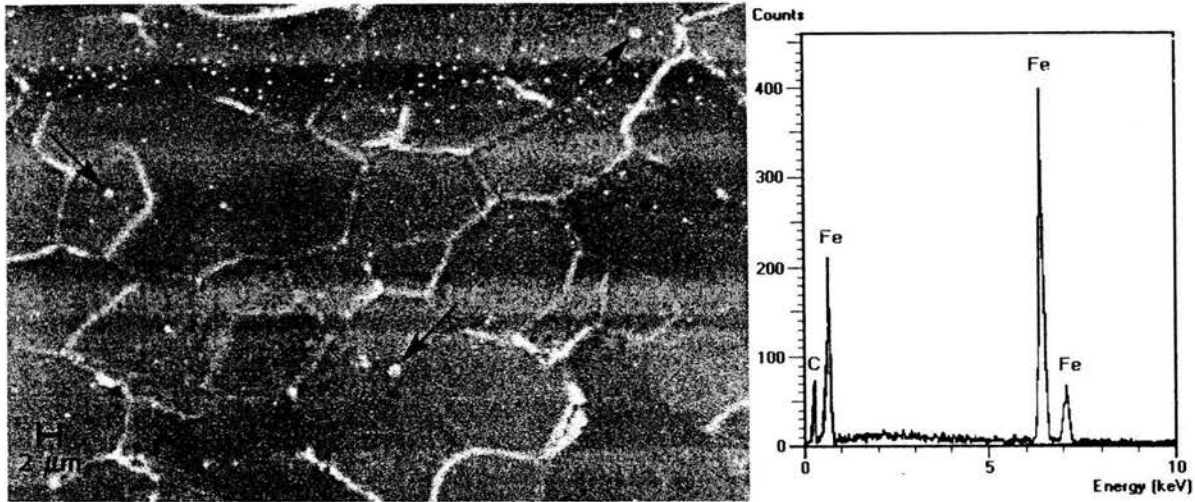


Figura 3.5. Microestructura representativa del acero con cromo en condición de laminado en caliente (1000x) y microanálisis practicado sobre los precipitados que se observan en el interior de los granos identificados como carburos de hierro.

Además de los precipitados de carburo de hierro en el acero, se detectaron mediante microscopía de transmisión pequeños precipitados de forma globular los cuales fueron identificados como carburos de cromo del tipo  $\text{Cr}_3\text{C}$  y del tipo  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , como lo muestra la figura 3.6, estos carburos al estar presentes durante la laminación en frío, producirán regiones muy localizadas de alta deformación, los cuales pueden dar lugar a una nucleación preferencial durante la recristalización.

Se ha investigado que al existir un gran número de puntos potencialmente activos para la nucleación como lo es el caso de los precipitados, se logra un tamaño de grano fino al final del proceso de recocido además de presentar un efecto de anclaje durante el crecimiento de los granos recristalizados en los granos deformados en frío, lo que retarda el tiempo de recristalización del acero<sup>38,59,60</sup>.



Estos precipitados se localizaron principalmente en la matriz y su tamaño está dentro del intervalo de entre 40 y 70 nm.

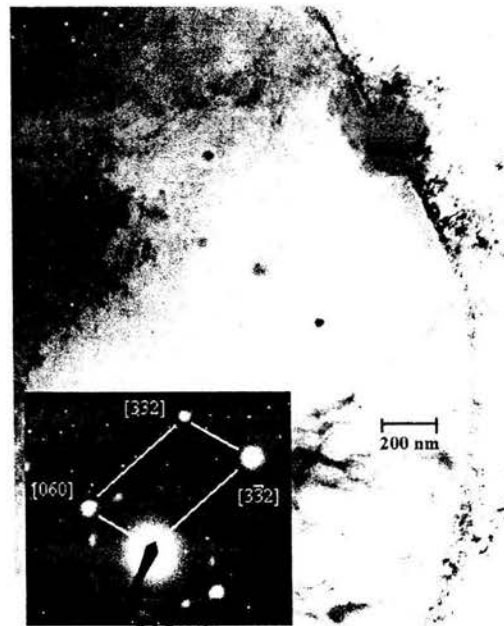


Figura 3.6. Fotomicrografía TEM del acero con cromo laminado en caliente, en donde se observa la presencia de partículas de carburo de cromo.

Las muestras de acero con cromo laminadas en caliente presentaron las propiedades mecánicas que se muestran en la tabla 3.1, en donde puede observarse que presenta valores relativamente altos del esfuerzo de fluencia nominal 0.2 % ( $YS_{0.2\%}$ ) y de la resistencia última a la tensión (UTS), así como un valor de ductilidad menor al 45 %.

Tabla 3.1. Propiedades mecánicas del acero adicionado con cromo al final de la laminación en caliente.

Dureza ( $HR_B$ )	$YS_{0.2\%}$ (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
55.4	268.7	337.5	43.9

### 3.3 Laminación en frío

En condición de laminado en frío, en ambos aceros, no se observó una variación en la precipitación, como puede observarse en la figura 3.7, en donde se observa la microestructura del acero con cromo en donde los precipitados fueron también identificados como  $Fe_3C$ , igual que en su condición final de laminación en caliente.

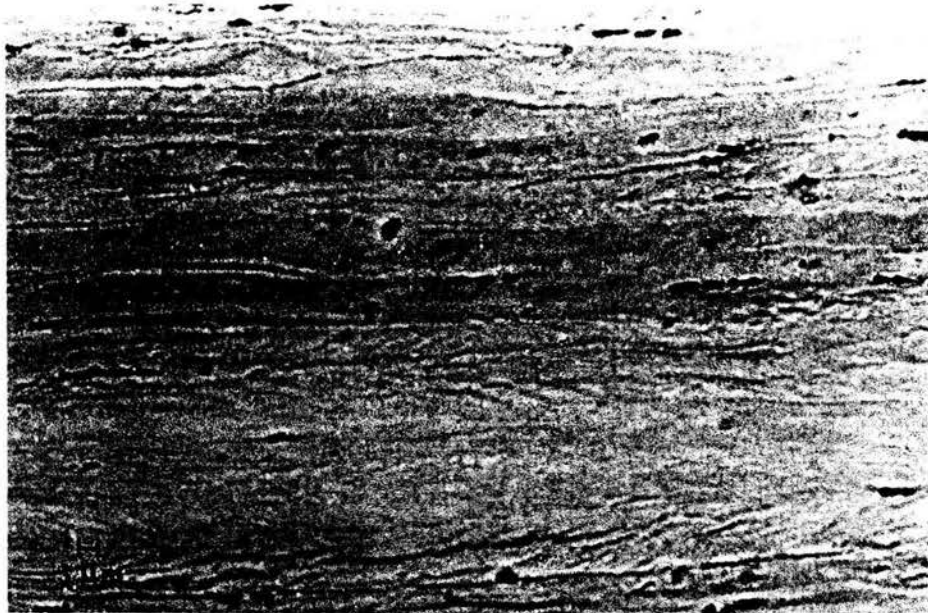


Figura 3.7. Microestructura representativa del acero adicionado con cromo en condición de laminación en frío a lo largo de la dirección de laminado (800x).

En la misma fotomicrografía 3.7, se puede apreciar que los precipitados se alinean a lo largo de los límites de los granos de ferrita deformada. Por su parte, la figura 3.8 muestra micrografías obtenidas por TEM, donde se observa la presencia de finos precipitados de carburo de cromo asociados completamente con las dislocaciones, lo cual se ha asociado a una fuerte

interacción de apilamiento que posteriormente durante el recocido provocará un aumento en el tiempo de recristalización<sup>61</sup>.

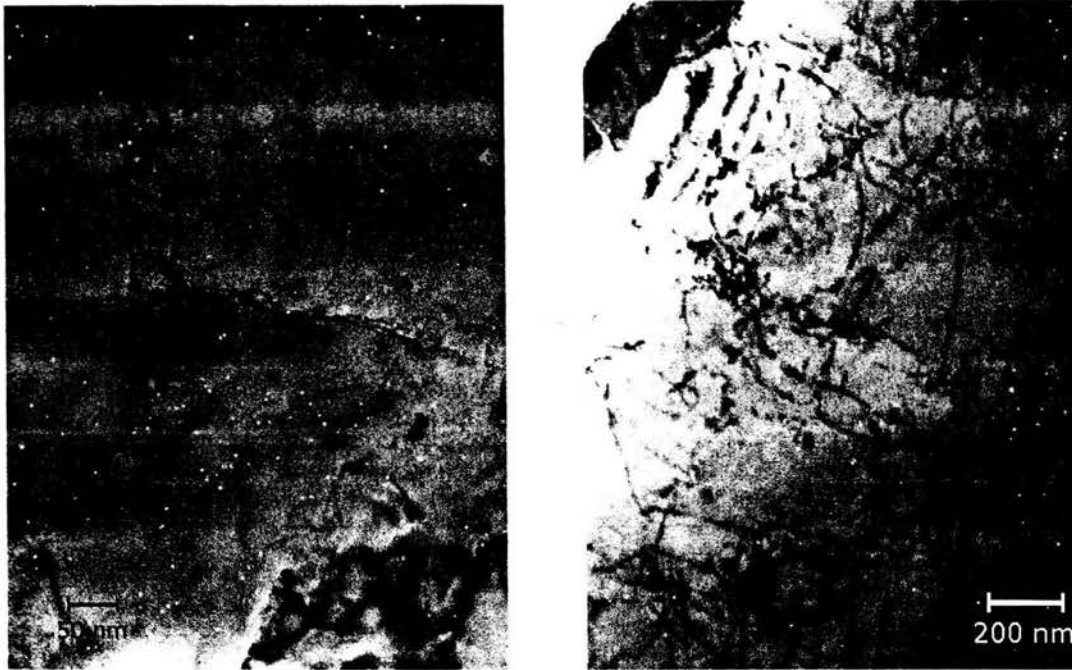


Figura 3.8. Fotomicrografías TEM, del acero coñ cromo en su condición de laminación en frío.

### 3.4 Recocido

En el caso del acero con titanio, se observó que a medida que se incrementa la temperatura de recocido de las láminas, el porcentaje de elongación se incrementa. En la tabla 3.2 se aprecia este incremento el cual se dio hasta una temperatura de 800 °C, sin embargo a temperaturas mayores ocurre una ligera disminución en el porcentaje de elongación.

Para el caso de las muestras de acero con cromo recocidas estáticamente, se observó mediante análisis de TEM, que además de la presencia de precipitados de carburo de hierro, nuevamente se encontraron los

precipitados de carburo de cromo del tipo  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ . Si embargo, el tamaño de estos carburos de cromo es mayor con respecto a los recocidos a tiempos menores. El tamaño de estas partículas está alrededor de 1 y 1.5  $\mu\text{m}$ .

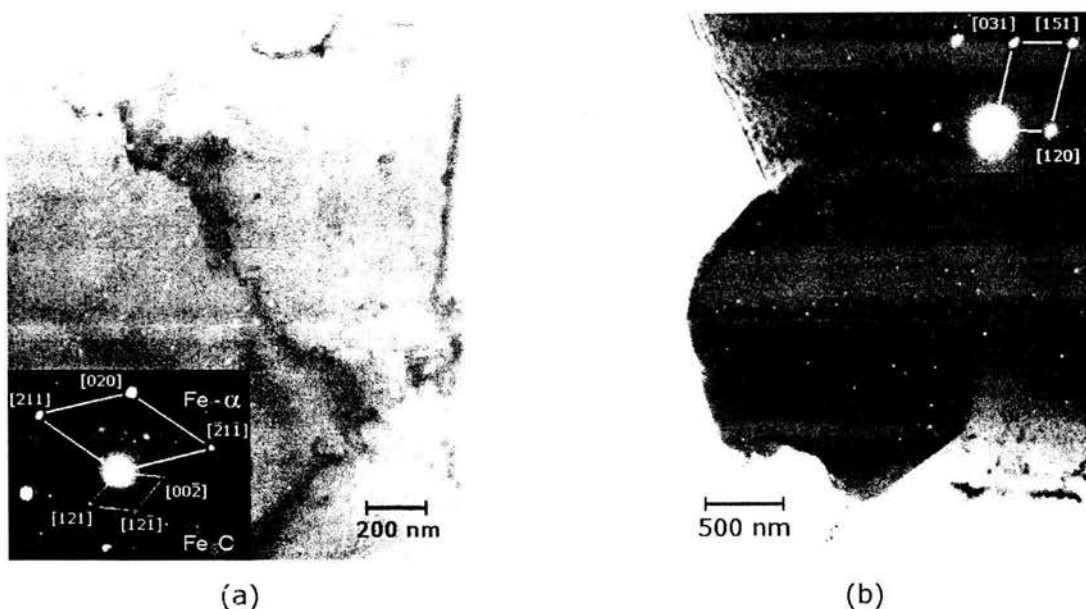


Figura 3.9. Acero en condición de recocido estático a 700°C (a) Imagen de campo claro que muestra pequeños precipitados de  $\text{Fe}_3\text{C}$ , así como su patrón de difracción y (b) precipitado de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  con su correspondiente patrón de difracción.

Este tipo de carburos de cromo corresponden a los que generalmente se reportan en aceros con bajos contenidos de cromo<sup>62</sup>. Los valores calculados se muestran en la tabla 3.3<sup>45,63</sup>. En las figuras 3.9 (a) y 3.9 (b) se muestran las imágenes de los precipitados de  $\text{Fe}_3\text{C}$  y de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  respectivamente, así como sus correspondientes patrones de difracción.

En el caso de las láminas recocidas en el laboratorio, también se observó la presencia de precipitados de cromo del tipo  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , lo cual se determinó mediante su patrón de difracción y por análisis de energía dispersiva (EDX) pero presentan un tamaño mucho menor en comparación a los observados

en el acero con recocido estático a nivel industrial (Figura 3.10). El tamaño varía entre los 15 y 50 nm, por lo tanto se puede mencionar que existe un crecimiento de los carburos de cromo durante el recocido estático. Por otro lado, no se detectó la presencia de carburos del tipo  $Cr_7C_3$  en el acero laminado en caliente ni en su condición de recocido, muy posiblemente porque se ha determinado que este tipo de precipitado es estable a altas temperaturas, entre 1050 y 1150 °C, y posteriormente se descompone a  $Cr_{23}C_6$  a bajas temperaturas durante el proceso termomecánico del acero<sup>64</sup>.

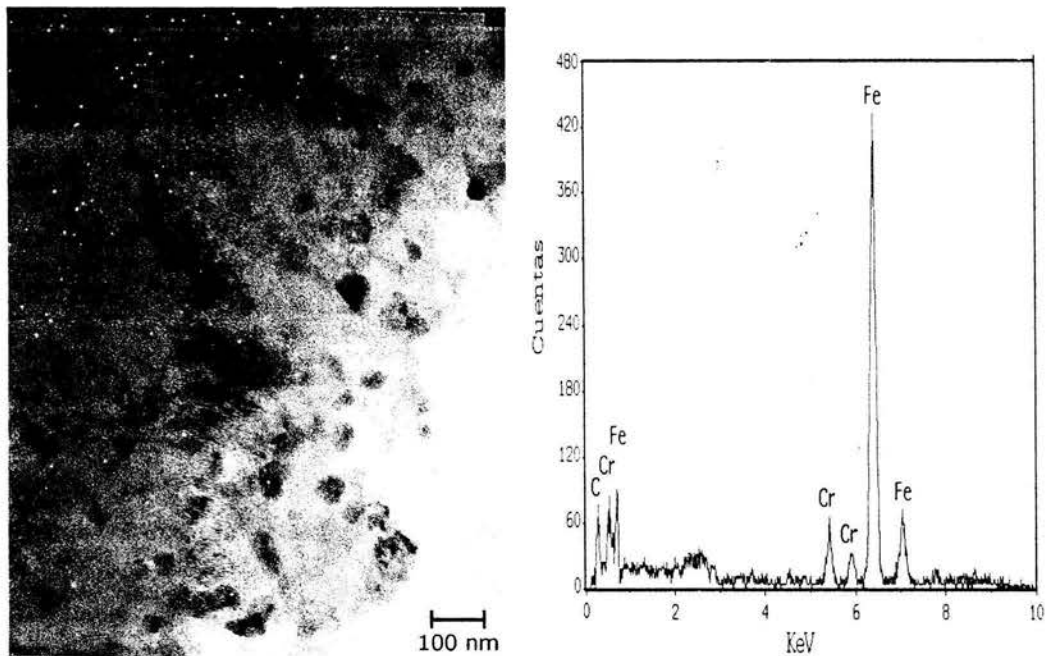


Figura 3.10. (a) Fotomicrografía TEM del acero adicionado con cromo y recocido de manera continua a 800°C y (b) microanálisis realizados sobre los precipitados.

Además se observa una mayor densidad de precipitados en las muestras recocidas con respecto a su condición de laminación en caliente y enrolladas, lo que hace suponer que existe una disminución del carbono en solución al formar carburos de cromo.

La presencia de una alta densidad de finos precipitados tiene un efecto principal en la inhibición en el proceso de recristalización<sup>38,65</sup>, por lo que para el acero con cromo se espera un comportamiento de recristalización similar a los aceros IF, en donde los precipitados tienen la función de retardar el proceso.

En la figura 3.11, se muestra una imagen en campo oscuro de la microestructura del acero adicionado con cromo en condición de recocido, en donde se puede observar que los granos nuclean y crecen a lo largo de los límites de grano de la ferrita laminada en frío en donde existe una alta concentración de precipitados.

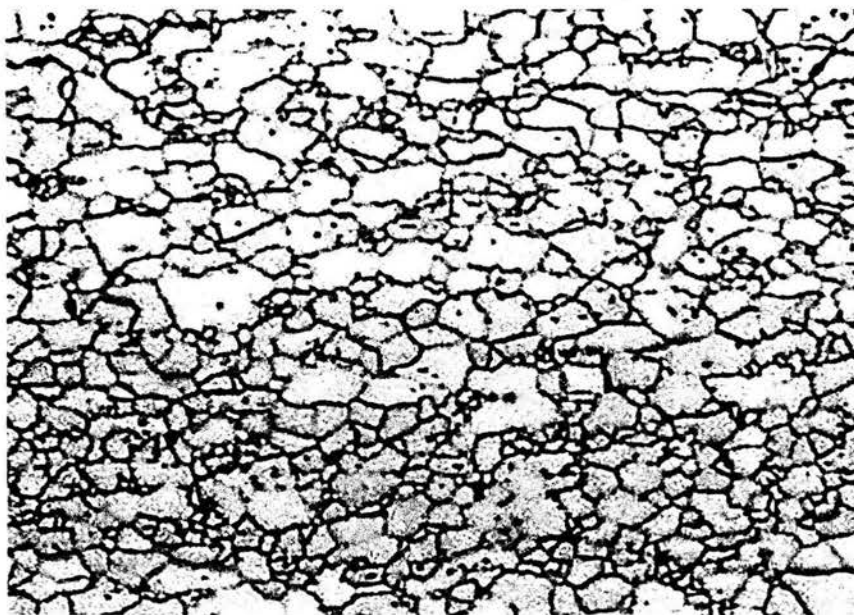


Figura 3.11. Fotomicrografía del acero adicionado con cromo recocido a 800°C

La recristalización de las láminas altamente deformadas de acero con titanio, se muestra en la figura 3.12, en donde se puede observar, que se tiene una completa recristalización alrededor de los 200 segundos cuando las placas se

recocen a 800 °C, pero se requiere de un poco más de 300 segundos para la recristalización total del acero a 700 °C.

En cuanto a las láminas recocidas, la cinética de recristalización para el acero fue analizada de acuerdo a la ecuación 3.5 conocida como ecuación de Kolomogorov-Johnson-Mehl-Avrami<sup>66</sup>. A partir de dicha expresión se obtiene la ecuación 3.6, de donde se obtiene el valor del exponente JMAK (n).

$$X = 1 - \exp(-bt^n) \quad \text{Ec. (3.5)}$$

$$\log\{\ln[1/(1-X)]\} = \log(b) - n\log(t) \quad \text{Ec. (3.6)}$$

Donde X es el volumen de la fracción recristalizada, t es el tiempo y, b y n son constantes relacionadas a la geometría y cinética de nucleación y crecimiento.

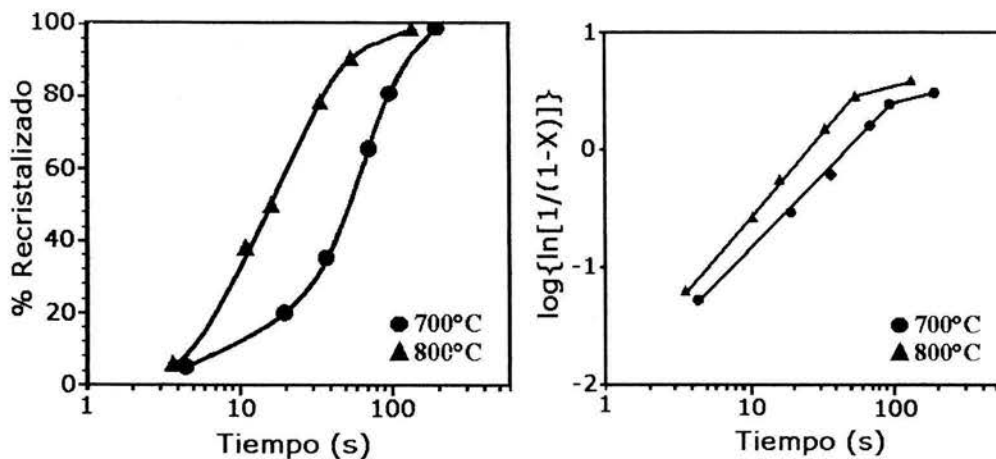


Figura 3.12. Curva de recristalización para el acero adicionado con titanio laminado en frío con un porcentaje de deformación de 75% y recocido a 700°C y 800°C así como sus gráficas  $\log\{\ln[1/(1-X)]\}$  vs. tiempo para cada temperatura de recocido.

La figura 3.13 muestra la cinética de recrystalización para el acero con cromo laminado y recocido a una temperatura de 800 °C, en donde se puede observar que a esta temperatura se alcanza un 100 % de recrystalización a los 150 segundos aproximadamente. En esta misma figura se muestra la gráfica de  $\log\{\ln[1/(1-X)]\}$  vs.  $\log$  (tiempo), a partir de la cual se calcularon los valores de la pendiente que corresponde al valor del exponente  $n$  o exponente JMAK de acuerdo a la ecuación 3.5.

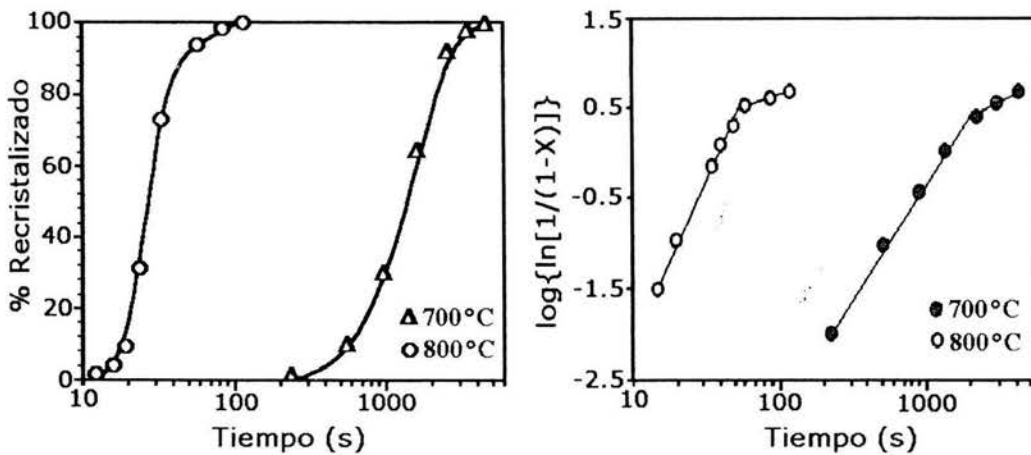


Figura 3.13. Curva de recrystalización para el acero adicionado con Cr laminado en frío con un porcentaje de deformación de 88.2% y recocido a 700 y 800°C, así como sus gráficas  $\log\{\ln[1/(1-X)]\}$  vs. tiempo para cada temperatura de recocido.

En las figuras 3.12 y de la figura 3.13, se observan las curvas de recrystalización para el acero con titanio y el adicionado con cromo respectivamente. En la correspondiente a las muestras de acero con titanio en la misma figura 3.12 se observa su gráfica JMAK en donde se aprecian 2 pendientes bien definidas en las cuales se obtienen valores aproximados de 2.4 para las primeras etapas de la recrystalización y de 0.47 para las últimas etapas del tratamiento de recrystalización.



A lo que se refiere a las muestras de acero con cromo, en sus gráficas de  $\log\{\ln[1/(1-X)]\}$  vs. tiempo de la figura 3.13, la primera pendiente correspondiente a la etapa inicial del recocido a 800°C, tiene un valor de 3.4 lo que cualitativamente significa un crecimiento tridimensional casi homogéneo del grano recristalizado, ya que según la ecuación de JMAK, un crecimiento homogéneo de grano, idealmente tiende a tener un valor de 4, como lo muestra la expresión siguiente<sup>67</sup>:

$$X = 1 - \exp\left(\frac{-f N G^3 t^4}{4}\right) \quad \text{Ec. (3.7)}$$

Donde X es la fracción de material recristalizado,  $f$  es el factor de forma el cual considera que los granos son esféricos,  $N$  es la velocidad de formación del núcleo la cual se considera constante,  $G$  es la velocidad de crecimiento del grano en forma lineal y  $t$  es el tiempo en el cual recristaliza un grano de volumen V.

Se puede observar en la ecuación 3.7 que la fracción de material recristalizado aumenta rápidamente con el tiempo, mientras el volumen de los granos varía como el cubo de su diámetro. Sin embargo, conforme la fracción recristalizada tiende a ser 1, la velocidad de recristalización decrece. Por esta razón, en la última etapa de la recristalización de los aceros la pendiente o valor de n presenta un valor más bajo, lo cual significa que en la etapa final de la recristalización, ésta ya no es homogénea debido a que los granos que recristalizan y crecen comienzan a chocar unos con otros por lo que su morfología no será totalmente equiaxiada<sup>68</sup>.

Cabe hacer notar que en el acero con cromo existe un tiempo de recristalización similar a la de los aceros adicionados con titanio y es

relativamente más lenta que en los aceros calmados al aluminio convencionales.

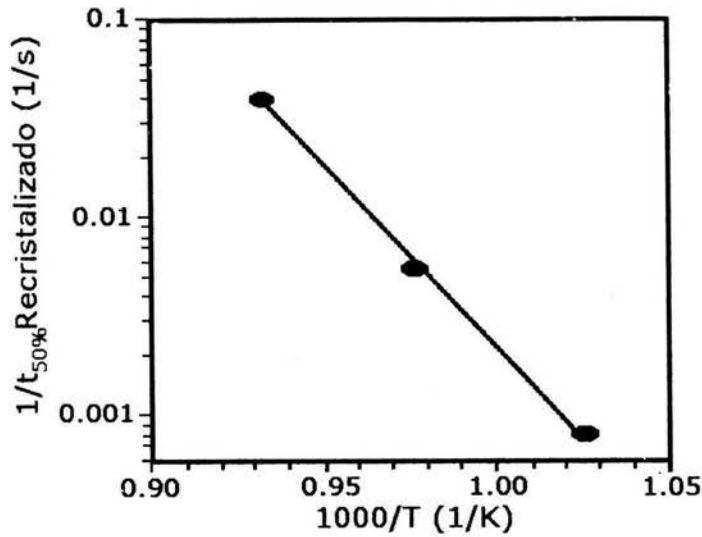
Para el caso del acero con cromo pero recocido a 700 °C, la pendiente en la primera etapa de la recristalización es de 2.4 finalizando con un valor de pendiente igual a 0.99, lo cual por lo explicado anteriormente es de esperarse un crecimiento de grano más heterogéneo con respecto al acero recocido a 800 °C.

La microestructura de ambos aceros mostrada en las fotomicrografías 3.14 (b) y 3.14 (c) permite apreciar como para el acero recocido continuamente a 800°C presenta una estructura más homogénea con respecto a su similar recocido a una temperatura menor.

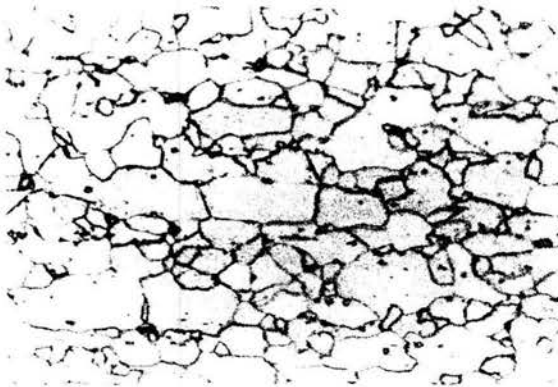
En la figura 3.14 (a) se muestra la gráfica obtenida en el acero con cromo para determinar su energía de activación aparente de recristalización, la cual se obtiene a partir de la siguiente ecuación del tipo Arrhenius expresada como:

$$\frac{1}{t_r} = A_0 e^{(-Q/RT)} \quad \text{Ec. (3.8)}$$

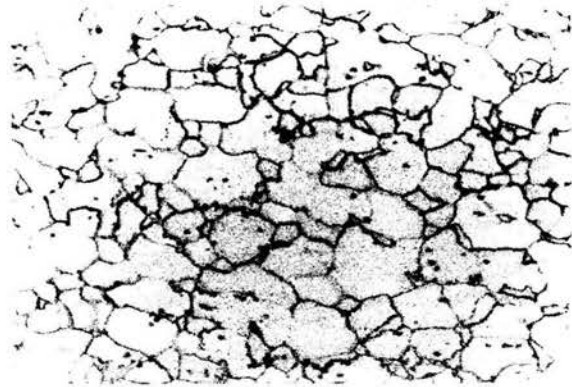
Donde  $t_r$  es el tiempo necesario para que el acero alcance un 50% de recristalización durante el recocido,  $Q$  es la energía de activación aparente para la recristalización,  $R$  es la constante universal de los gases y  $A_0$  es una constante.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.14. (a) Gráfica tipo Arrhenius para determinar el valor de la energía de activación aparente del acero adicionado con cromo y fotomicrografías de la microestructura del acero recocido a (b) 700°C y (c) 800°C.

La energía  $Q$  obtenida para el acero con cromo en estudio fue de aproximadamente de 79 424 cal/mol, la cual resulta ser más cercana a la energía de activación para los aceros IF adicionados con titanio cuyo valor es de aproximadamente 88 000 cal/mol, y mucho mayor a la de los aceros calmados con aluminio la cual es de alrededor de los 43 000 cal/mol<sup>69</sup>. Esto implica que el acero adicionado con cromo requiere de una mayor energía

para lograr una completa recrystalización de la ferrita deformada en frío en comparación a los aceros calmados con aluminio.

Durante la recrystalización de los aceros de bajo carbono en estudio, los granos de ferrita nuclean y crecen principalmente a partir de las fronteras de los granos laminados en frío, generando una microestructura en bloque. Conforme la recrystalización se lleva a cabo, la migración de la frontera de grano es retardada debido a la presencia de partículas con un radio de 14.5 nm en promedio (figura 3.15).

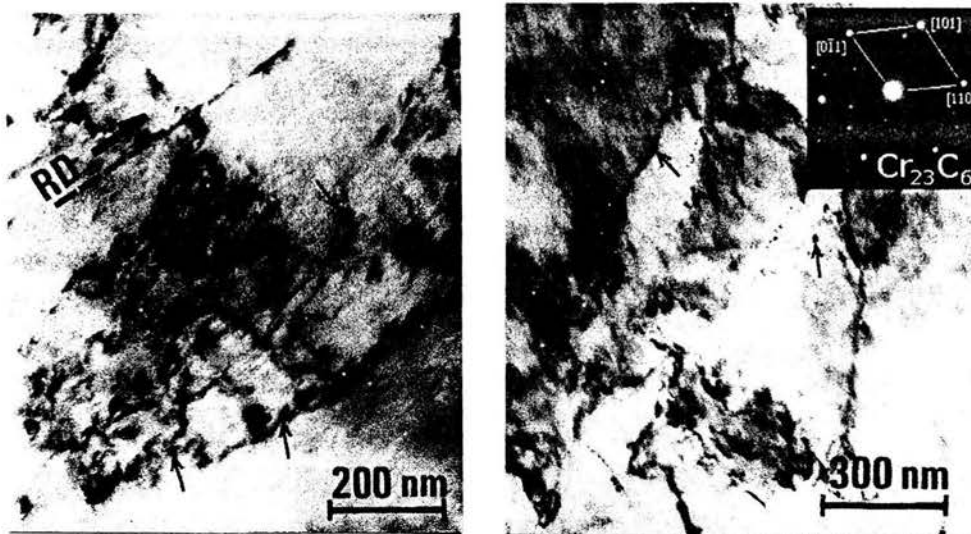


Figura 3.15. Microestructura del acero de bajo carbono adicionado con cromo, enrollado a 600°C y recocido a 800°C, donde se observa que en las fronteras de los granos parcialmente recrystalizados se localizan una gran cantidad de finos precipitados.

Estas partículas juegan un papel muy importante en el incremento de la temperatura de recrystalización. Para explicar este comportamiento se tienen teorías que incluyen las fuerzas de dragado y de apilamiento de precipitados<sup>70,71</sup>.

Para retardar la recristalización, la fuerza de apilamiento es calculada con la siguiente fórmula:

$$F_p = 2 \gamma N_v r l \quad \text{Ec. (3.9)}$$

Donde  $\gamma$  es la energía en el límite de grano,  $N_v$  es la densidad de partículas,  $r$  es el radio promedio de las partículas y  $l$  es el diámetro promedio del subgrano. Esta fuerza de apilamiento debe de exceder a la fuerza de recristalización dada por:

$$F_r = (\mu b^2 \Delta\rho) / 2 \quad \text{Ec. (3.10)}$$

Donde  $\mu$  es el módulo de corte,  $b$  es el vector de Burgers y  $\Delta\rho$  es el cambio en la densidad de dislocaciones. A partir del promedio en el radio de las partículas observadas en el acero de bajo carbono adicionado con cromo y empleando los datos reportados<sup>71</sup> para aceros de bajo carbono, tales como  $F_r = 2.1 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ ,  $l = 720 \pm 250 \text{ nm}$  y  $\gamma = 0.8 \text{ J/m}^2$ , se obtuvo un valor de  $N_v$  de  $3 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ , el cual resulta ser un valor similar a los valores reportados en aceros microaleados<sup>72</sup>, y que resulta ser suficiente para anclar la estructura del subgrano. Por lo tanto, se asume que el aumento en el tiempo de recristalización del acero en estudio en comparación con los aceros calmados con aluminio convencionales, es el resultado de la presencia de los carburos de cromo.

La presencia de estos precipitados de cromo no sólo tienen el efecto de retardar la recristalización sino el inicio mismo de esta recristalización como se observa en la figura 3.13, ya que se ha observado que partículas muy pequeñas, tales como las que precipitan durante el recocido como lo es este

caso, pueden retardar la velocidad de recuperación de la microestructura durante el recocido, dando por añadidura un retraso para que se inicie la recrystalización<sup>73,74</sup>.

Por otra parte, el retardo en el inicio de la recrystalización induce a una mayor nucleación, dando como resultado la generación de un tamaño de grano pequeño con una nucleación más homogénea como se observa en este acero. Estas características en la microestructura, como se ha reportado<sup>75</sup>, propiciarán en el acero recocido una textura con componentes menos variables e isotrópica que favorezca la estampabilidad de la lámina.

### 3.5 Propiedades mecánicas finales

Las propiedades mecánicas determinadas sobre las láminas de ambos aceros en su condición de recocido a diferentes temperaturas después del laminado en frío, fueron el esfuerzo de fluencia nominal, la resistencia última a la tensión y su porcentaje de elongación total. Adicionalmente se ha determinado para algunas el valor de  $r$  y del exponente de endurecimiento por deformación  $n$ . En la tabla 3.2 se resumen las propiedades mecánicas obtenidas en las láminas de acero IF adicionado con titanio.

Temperatura de recocido (°C)	YS <sub>0.2%</sub> (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)	$r_m$	$n$
750	109	370	46.5	1.93	-
800	145	311	55.6	2.02	-
850	118	278	52.4	1.95	-

Las gráficas obtenidas en los ensayos de tensión para el acero con cromo se muestran en la figura 3.16 (a), así como las gráficas de deformación real vs. esfuerzo real las cuales se emplearon para calcular la pendiente que corresponde al valor de  $n$  cuya gráfica se muestra en la figura 3.16 (b).

Los valores de las propiedades mecánicas obtenidas después del recocido en el acero con cromo, se resumen en la tabla 3.3. En dicha tabla se observa que en este acero, cuando los recocidos se realizan a temperaturas por debajo de los 800 °C, se alcanzan buenos valores de elongación total, sin embargo los valores de Lankford resultan estar muy por debajo de 2, pero con recocidos a 800 °C se logran obtener propiedades superiores a las deseadas tanto en ductilidad como en los valores de  $r_m$  y  $n$ .

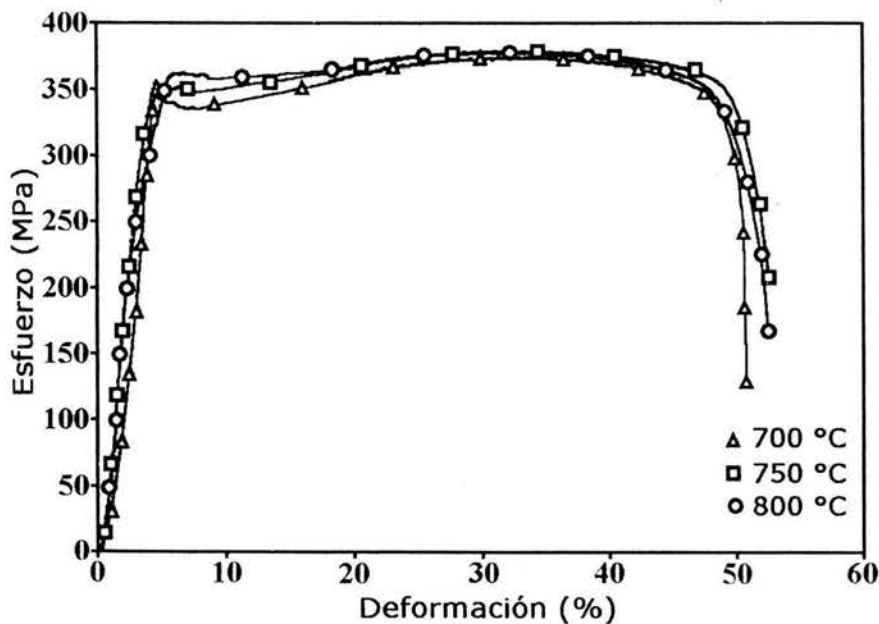


Figura 3.16. Gráficas obtenidas en ensayo de tracción realizadas a temperatura ambiente, sobre probetas de acero con cromo en condición de recocido a diferentes temperaturas.

En cuanto al valor de  $n$  promedio en los aceros con cromo se observa un valor ligeramente mayor a los valores encontrados para los aceros para estampado convencionales ( $0.22 < n < 0.25$ )<sup>76</sup>. Este alto valor de  $n$ , se relaciona con una buena conformabilidad por alargamiento pero también con su capacidad de incrementar su resistencia mecánica al ser deformado plásticamente en frío. Se observó además que el valor obtenido de  $n$  es aproximadamente igual a la elongación plástica uniforme hasta antes de que se alcance la estricción.

Tabla 3.3. Propiedades mecánicas en el acero adicionado con cromo al final de los tratamientos de recocido.

Temperatura de recocido (°C)	YS <sub>0.2%</sub> (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)	$r_m$	$n$
700	327	383	47.0	1.35	0.32
750	344	373	50.3	1.62	0.31
800	261	361	51.2	2.21	0.30

Para los valores correspondientes a  $r_m$ , en las tablas 3.2 y 3.3 se observa que tanto para el acero con titanio, como para el adicionado con cromo, ambos recocidos a 800 °C respectivamente, alcanzan valores en promedio mayores a 2, lo que implica experimentalmente un valor adecuado para estampabilidad ya que indica la capacidad de estos aceros para resistir el adelgazamiento cuando es sometida a fuerzas de tensión. Estos valores también pueden relacionarse con las orientaciones cristalográficas preferenciales en un metal policristalino. Se ha demostrado que altos valores de  $r_m$  son producidos por texturas que contienen una alta proporción de granos con planos de la familia  $\{111\}$  paralelos al plano de laminación<sup>77,78</sup>.



Como se observó anteriormente la temperatura de recristalización tiene un efecto marcado en el comportamiento mecánico del acero. Para el caso del acero adicionado con cromo, cuando éste es recocido continuamente a una temperatura de 700 °C, se obtiene una estructura heterogénea la cual a su vez produce un comportamiento anisotrópico en el material como se observa en las gráficas de la figura 3.17, mientras que para el acero recocido a 800 °C, en donde resulta una microestructura más homogénea, se observa que casi no existe variación en las propiedades mecánicas cuando son medidas en diferentes direcciones con respecto al sentido de la laminación en frío.

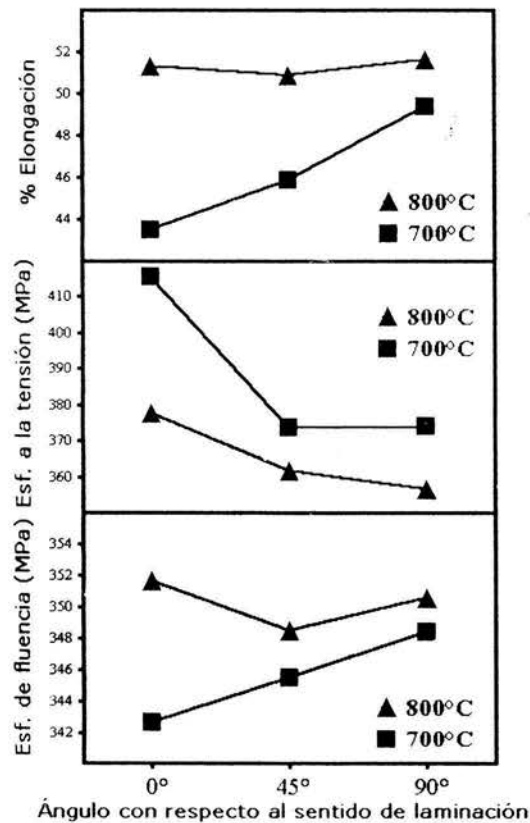


Figura 3.17. Propiedades mecánicas de la lámina recocida de acero con cromo obtenidas en diferentes direcciones.

En cuanto a los resultados obtenidos en la textura del acero adicionado con cromo se observa que en las muestras laminadas en caliente presentan una textura cuyo componente es  $\{110\}$ , la cual se ha reportado<sup>38</sup> como ser el componente principal en los aceros laminados en caliente cuya temperatura final de laminación está por debajo de su temperatura de transformación  $A_{r3}$  como lo es este caso (874 °C), debido a que es el resultado de la recristalización en fase ferrítica en granos de austenita deformados durante la laminación en caliente del acero.

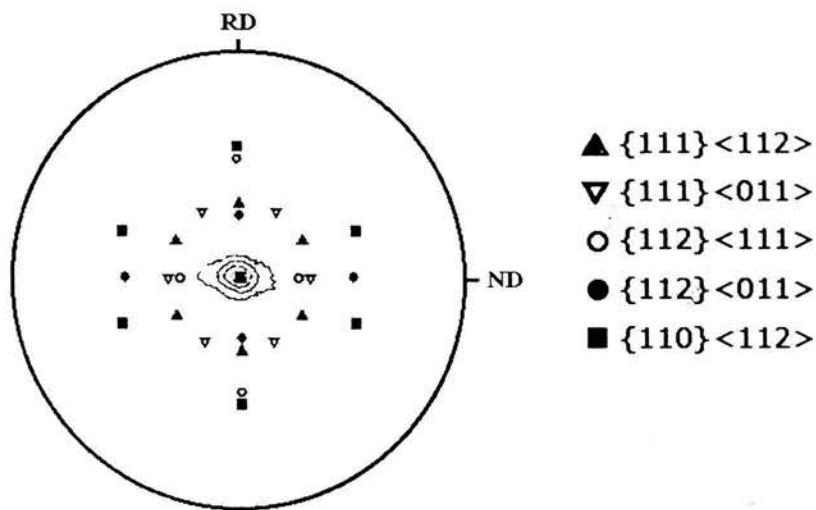


Figura 3.18. Diagrama de polos para el acero con cromo laminado en caliente.

Para el caso del acero laminado en frío se observa que la orientación principal de la estructura es la textura de fibra  $\gamma$ . Por lo que ocurre un cambio significativo en la orientación de los granos durante la deformación en frío. La textura de fibra  $\gamma$  se ha reportado como una estructura que favorecerá la nucleación de los granos recristalizados orientados en la misma textura  $\{111\}$  durante el recocido<sup>76</sup>.

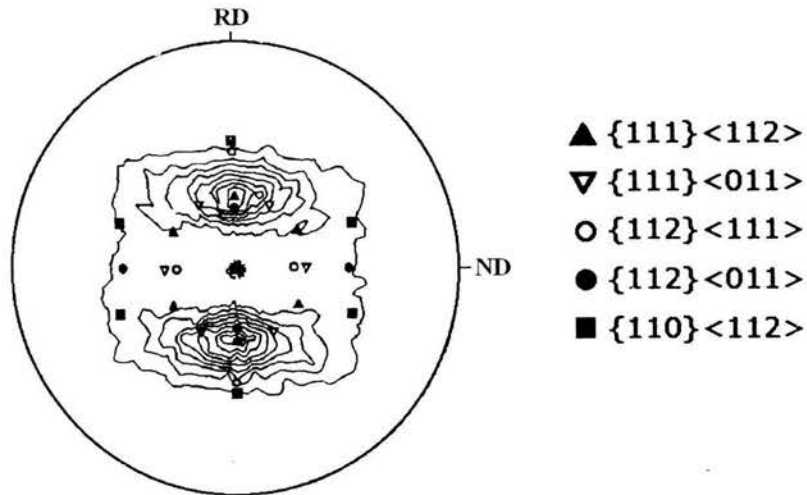


Figura 3.19. Diagrama de polos para el acero con cromo laminado en frío.

Sin embargo, es importante tomar en cuenta que la etapa de laminación en frío es una etapa trascendental que influirá sobre la textura final de la lamina después de llevarse a cabo su recocido. Se ha estudiado que los valores de  $r$  en láminas recocidas dependerán enormemente del porcentaje de reducción que halla sufrido el material durante la laminación en frío<sup>79</sup>. Para bajas reducciones de laminación se logra una textura muy pobre y los valores de  $r$  serán de alrededor de 1, mientras que si el porcentaje de reducción en la laminación es mayor al 70%, se pueden lograr los máximos valores de  $r$ . Sin embargo, si se excede por arriba del 90 % de reducción los valores de  $r$  vuelven a disminuir.

Si se observan y comparan las figuras de polos para el acero laminado en caliente y laminado en frío, es obvia la transformación de la textura debida a la deformación, donde grandes deformaciones están involucradas y los deslizamientos cristalográficos influyen grandemente en el desarrollo de una nueva textura por la masiva re-orientación que está implicada. Para el caso particular de la laminación, ciertos planos cristalográficos se alinean

paralelamente al plano de laminación y direcciones que pertenecen a dichos planos también se alinean paralelamente a la dirección de laminación<sup>79</sup>.

Por otro lado, se observa que el crecimiento de granos de ferrita en la orientación  $\{111\} \langle 112 \rangle$  denominada como textura de fibra  $\gamma$ , es mayor a mayores temperaturas de recocido. Esta orientación es debida a que la textura inicial como ya se observó, también pertenece principalmente a la fibra  $\gamma$ . Se ha determinado que la recrystalización inicia sobre los granos con una fuerte textura de fibra  $\gamma$ , estos núcleos comienzan a crecer consumiendo rápidamente los granos deformados generando una estructura recrystalizada con la misma orientación. Incluso se puede observar, como lo es el caso de la figura 3.20 que cierta parte de la microestructura recrystalizada se genera dentro de los granos anteriormente deformados en frío. Por esta razón en el acero parcialmente recrystalizado se observa una estructura no equiaxiada<sup>80</sup>.

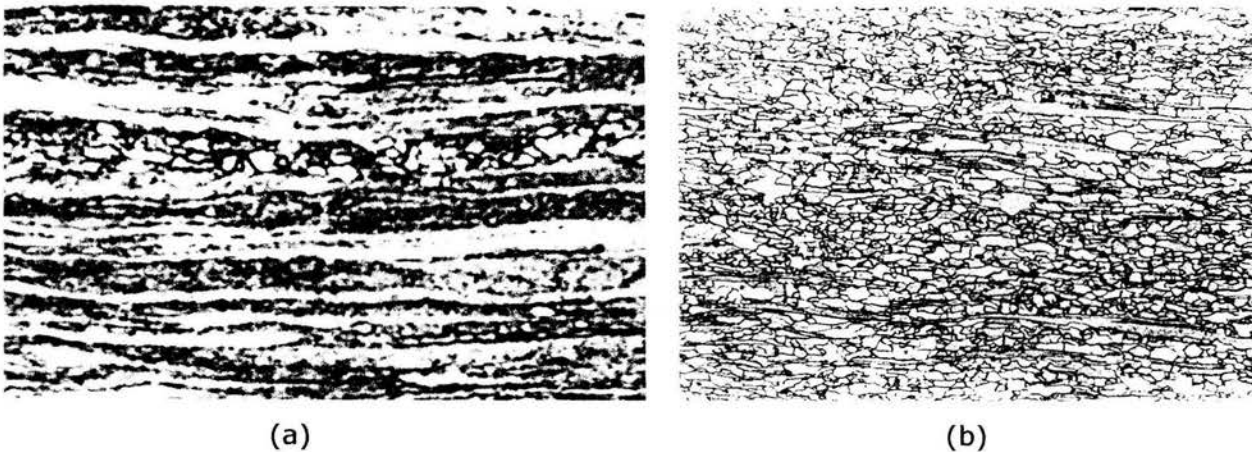


Figura 3.20. Acero con cromo parcialmente recrystalizado a una temperatura de recocido de 800 °C, con (a) aproximadamente 5 % de fracción recrystalizada y (b) alrededor del 95 % de recrystalización.

Sin embargo, estos granos no crecen inicialmente fuera de las fronteras de grano originales, lo que permite mantener una frontera de grano libre de recristalización debido a que se abstiene de producir núcleos, sin embargo en el análisis de la textura de los aceros recocidos aparece finalmente aunque en poca cantidad nuevamente la componente  $\{110\}$  o fibra  $\alpha$ , la cual se ha explicado como el resultado de las etapas finales del recocido en donde aparecen los núcleos sobre la frontera de grano comenzando a crecer en este tipo de orientación<sup>80</sup>.

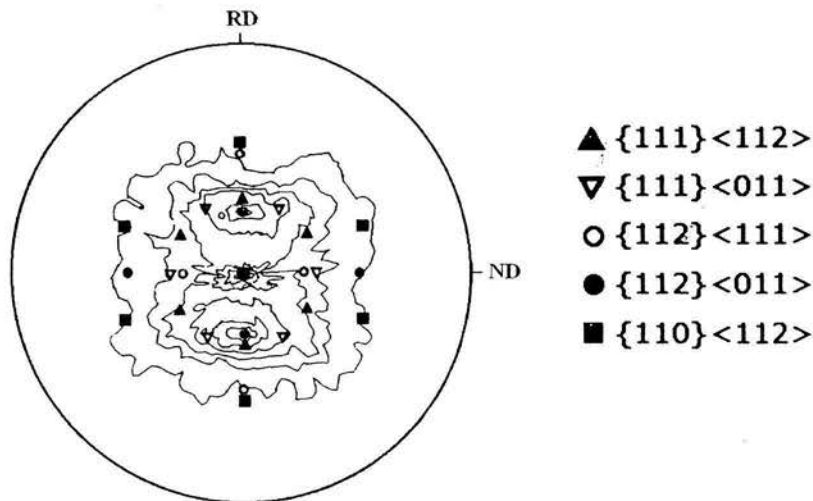


Figura 3.21. Diagrama de polos para el acero con cromo recocido a una temperatura de 700°C.

En el acero recocido a una temperatura cercana a los 700 °C se observa que los mayores componentes son la  $\{112\}\langle 110\rangle$  y la  $\{554\}\langle 225\rangle$  en donde la familia de planos  $\{554\}$  está muy cercana a la de la familia  $\{111\}$ ; mientras que para el acero recocido a una temperatura de 800 °C, la textura de recocido presenta como componentes principales a los sistemas  $\{111\}\langle 110\rangle$  los cuales contribuyen marcadamente a mejorar la

estampabilidad en el acero. Esto se puede comparar en función a la ductilidad alcanzada en los aceros. El que fue recocido a 700 °C alcanzó valores de ductilidad de 47 %, mientras que el recocido a 800 °C presentó valores de más de 51 % de elongación.

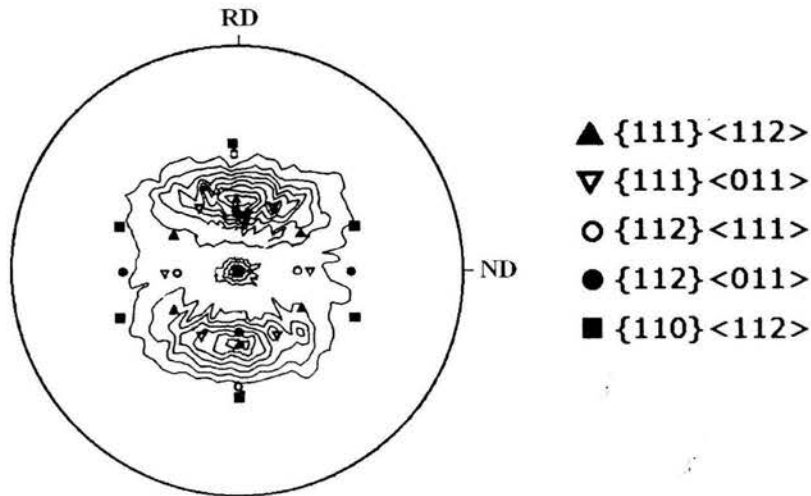


Figura 3.22. Diagrama de polos para el acero con cromo recocido a una temperatura de 800°C.

En la textura de las láminas recocidas se puede observar que las componentes  $\{110\}$  que corresponden a la denominada textura de fibra  $\alpha$  va disminuyendo de intensidad, lo cual favorece la estampabilidad de la lámina, sobre todo en las recocidas a una temperatura de 800 °C.

Realizando una comparación con lo observado en los aceros IF<sup>78</sup>, se tiene que una marcada textura  $\{111\}$  y los altos valores de  $r$  alcanzados en el acero con cromo pueden deberse principalmente al resultado de tener una pureza en la matriz con respecto al carbono en solución el cual es precipitado en forma de carburos, que en el caso de este estudio son de cromo principalmente.

Al realizar las pruebas de copa, se pudo obtener una relación afín entre la textura obtenida, las propiedades mecánicas y la altura de la copa obtenida en las láminas recocidas. Para las láminas recocidas a 800 °C se obtuvo una altura promedio de 12.3 mm, mientras que para las láminas recocidas a 700 °C se alcanzó una altura promedio de solo 9.2 mm.

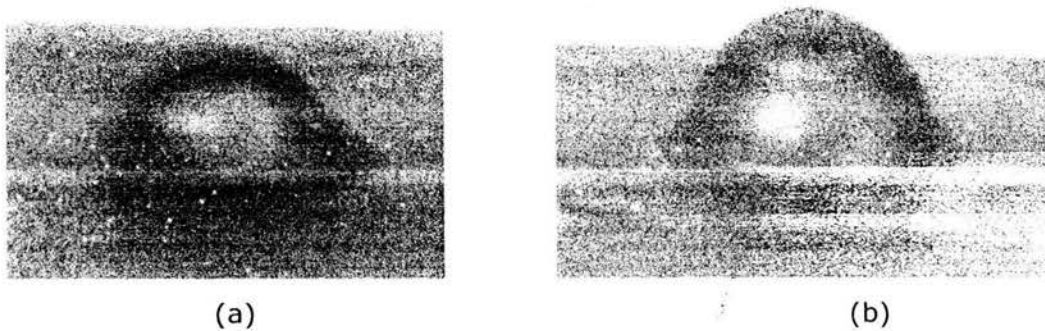


Figura 3.23. Pruebas de copa en laminas recocidas a (a) 700 °C y (b) 800°C.

Comparando a los aceros empleados en este estudio con otros aceros estudiados para su empleo como lámina automotriz<sup>3</sup>, esto en función de sus propiedades mecánicas, en la figura 3.24 (a) se observa que el acero estudiado presenta propiedades ideales para prevenir fracturas y defectos en la superficie de partes estampadas para carrocerías, mientras que en la figura 3.24 (b) se muestra una comparación con los diferentes aceros para lámina de alta resistencia. En la misma figura, se puede observar que las propiedades de los aceros en estudio son muy cercanas a las propiedades mecánicas deseables para estampado.

En la tabla 3.4, se resumen las propiedades mecánicas del acero adicionado con titanio y del acero con cromo, comparándolo con las propiedades mecánicas deseadas en un acero para aplicaciones de estampado profundo.

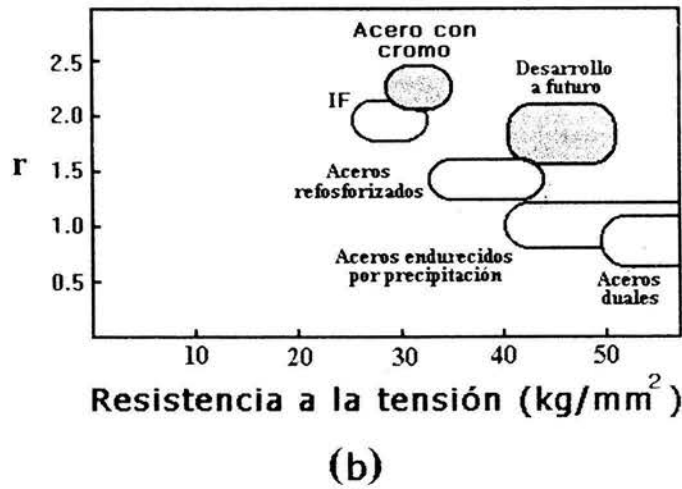
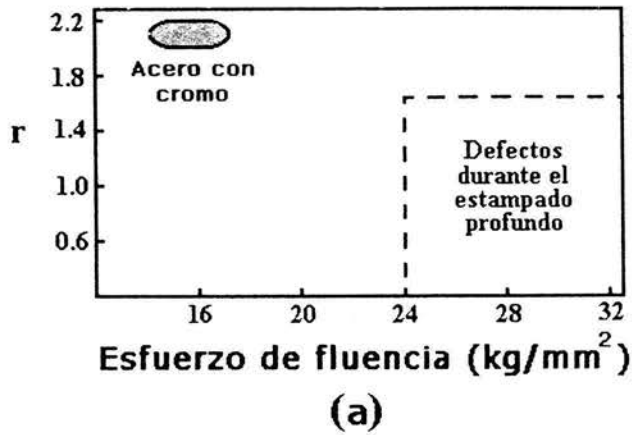


Figura 3.24. (a) Efecto del esfuerzo de fluencia y el valor de  $r$  sobre fallas de deflexión en la superficie en láminas estampadas para carrocerías y (b) balance entre el valor de  $r$  y el esfuerzo a la tensión.

Tabla 3.4. Propiedades mecánicas de los aceros en estudio recocidos a una temperatura de 800 °C.

Temperatura de recocido (°C)	YS <sub>0.2%</sub> (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)	$r_m$	$n$
Propiedades requeridas	170	345	46	$\geq 2$	$> 0.21$
800 (acero con Ti)	145	311	55.6	2.02	-
800 (acero con Cr)	242	378	51.3	2.21	0.30



Como se puede observar en la figura y tabla anteriores, el acero adicionado con cromo presenta un comportamiento similar a los aceros IF convencionales. Finalmente mediante la figura 3.25, donde se presenta la clasificación de los aceros para estampado en función de su valor de  $r$  y de su porcentaje de elongación, se puede ver que sobre la base en las propiedades mecánicas obtenidas en los aceros en estudio, estos pueden ubicarse como aceros de calidad para estampado extra profundo.

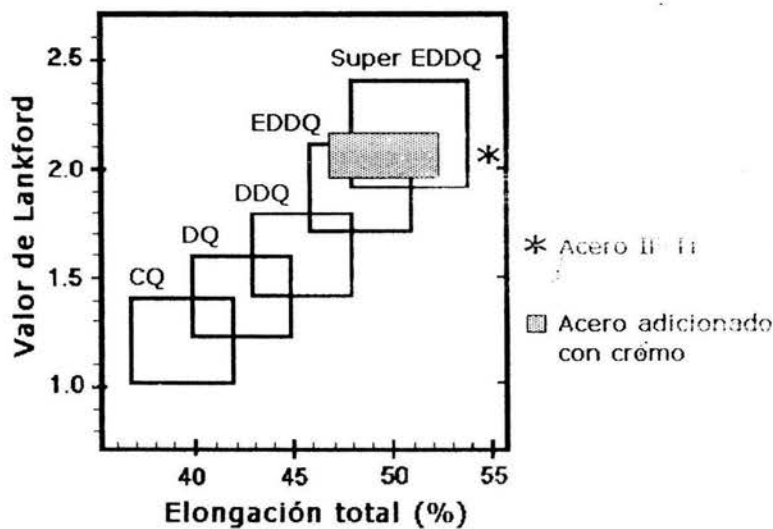


Figura 3.25. Clasificación de láminas de acero para estampado en función de su valor de  $r$  y de su porcentaje total de elongación<sup>5</sup> en la cual se muestra la ubicación de los aceros en estudio.

## CAPÍTULO 4

### Conclusiones

- Los aceros estudiados responden de manera positiva al proceso térmico de recristalización alcanzando las propiedades requeridas, tales como  $r > 2$  y porcentajes de elongación mayores al 50 %, ambos a temperaturas de 800 °C. Por lo que ambos aceros pueden ser empleados en un amplio intervalo de aplicaciones en donde se requiera de estampado extraprofundo. Sin embargo para el caso del acero IF adicionado con Ti, presenta una resistencia ligeramente menor a la requerida, debido a que en estos aceros, el efecto de endurecimiento por precipitación no es considerable.
- La estabilización del carbono en el acero con cromo se realiza mediante la formación de precipitados de  $Fe_3C$  y precipitados de carburo de cromo del tipo  $Cr_3C_2$  y  $Cr_{23}C_6$ . A su vez, la presencia de estos carburos contribuyen a retardar el tiempo de recristalización, mientras que para el acero IF se logra remover el carbono en solución a través de la secuencia de precipitación que da lugar a la formación de carburos y carbosulfuros de titanio ( $TiC$  y  $Ti_4C_2S_2$ ). Por otro lado, el análisis microestructural de los aceros bajo estudio sugiere que el retraso en la recristalización, es el resultado del anclaje promovido por la presencia de estos precipitados generados en cada uno de los aceros.

- Adiciones de 0.035 % de cromo ayudan a retardar la cinética de recristalización como resultado de la presencia de precipitados identificados como carburos de cromo del tipo  $Cr_3C_2$  y  $Cr_{23}C_6$ .
- La energía de activación aparente asociada con la recristalización del acero adicionado con cromo, mostró un valor de 79 424 cal/mol, similar al asociado con el acero estabilizado con Ti y mayor al correspondiente a los aceros tratados con aluminio, lo cual implica la necesidad de una mayor energía para alcanzar el 100 % de recristalización.

## REFERENCIAS

1. K. Tsunoyama, K. Sakata, T. Obara, S. Satoh, K. Hashiguchi and T. Irie. Effect of Lowering Sulfur Content in Ti Added, Deep Drawable Hot and Cold Rolled Sheet Steels. Hot and Cold Sheet Steels. Ed. Pradhan and Ludkovsky. TMS, 1988.
2. A. Mitsunobu. Formable steels. Materials Science and Technology. Vol. 7, Constitution and Properties of Steels. 1992, pp. 285-333.
3. H. Takechi. Developments in High Strength Hot and Cold Rolled Steels for Automotive Applications. Hot and Cold Sheet Steels. Ed. Pradhan and Ludkovsky. TMS, 1988.
4. W. T. Lankford, S. C. Snyder and J. A. Bauscher. Trans. ASM 42, pp. 1197, 1950.
5. H. Takechi. Metallurgical Aspects on Interstitial Free Sheet Steel from Industrial Viewpoint. ISIJ International, Vol.34, 1994, No.1, pp.1-8.
6. L. F. Porter and P. E. Repas. The Evolution of HSLA Steels. Journal of Metals. 1982.
7. F. B. Pickering. High Strength, Low Alloy Steels - A decade of Progress. Microalloying 75. Union Carbide Corp., New York. 1977.

8. R. G. Blossy, R. M. Feller, D. Giedeman and R. J. Hennessey. Start-up and Operation of the Ladle Metallurgy Facility at LTV Steel, Indiana Harbor Works, Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 2, 1989, pp. 239-251.
9. M. Nadif and D. Brachet. Production of Ultra Low Carbon Steel at Sollac. Durkirk. Steelmaking Conference Proceedings, Vol. 72, 1989, pp. 227-233.
10. O. Kwon and K. Z. MIn. International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels. The Iron and Steel Institute of Japan, May, 1994, pp 9-12.
11. R. Pradhan. Technology of Continuously Annealed Cold Rolled Sheet Steel. TMS, Warrandale, Pennsylvania, 1992.
12. T. Obara and D. Tsunoyama. Report of Committee on Low Carbon Sheet Steel. ISIJ, Tokio, 1987, 149.
13. H. Takechi, O. Akisue and T. Yakushiji. Tetsu-to-Hagane. Vol. 74, 1988.
14. I. Gupta and D. Bhattacharya. Metallurgy of Formable Vacuum Degassed Interstitial Free Steels. Metallurgy of Vacuum-degassed Steel Products. R. Pradhan (Ed.), TMS, 1990, pp. 43-72.
15. N Takahashi, M. Shibata, Y. Furuno, H. Hayakawa, T. Asai and Y. Yamashita. Tsesu-to-Hagané. 68, 1982, S588.
16. R. Yoda, I. Sukatani, T. Inuo and T. Saito. ISIJ International, Vol. 34, 1994, 70.
17. H. Takechi and O. Akisue. ISIJ International, Vol. 34, 1991, 1.

18. N. Yoshinaga, K. Ushioda, S. Akamatsu and O. Akisue. Precipitation Behavior of Sulfides in Ti-added Ultra Low Carbon Steels in Austenite. *ISIJ International*, Vol.34, 1994, No. 1, pp. 24-32.
19. T. Miyoshi and S. Hashimoto. *Tetsu-to-Hagane*, 76, 1992, 862.
20. A New Era of Pneumatic Steelmaking-Mixed Gas Blowing. *Iron and Steelmaker*, Vol. 10, No. 8, 1983.
21. A. W. Cramb and M. Byrne. Steelmaking and Practices for High Quality Interstitial Free Steels. *Metallurgy of Vacuum-Degassed Steel Products*. R. Pradhan (Ed.), TMS, 1990, pp 3-28.
22. T. Kuwabar, T. Hiroaka, T. Nuibe, H. Fuji and S. Tanaka. Production of Interstitial Free Steel Slabs. *Steelmaking Conference Proceedings*, Vol. 70, 1987, pp 381-387.
23. A. V. Bradshaw and F. D. Richardson. Vacuum Degassing of Steel. The Iron and Steel Institute. Special Report No. 92, 1965.
24. R. J. Fruehan. *Ironmaking and Steelmaking*. No. 1, 1976, pp 33-38.
25. I. Kozasu. Thermomechanical Controlled Processing. *Material Science and Technology*. Vol. 7, Constitution and Properties of Steels. 1992, pp. 183-217.
26. R. A. Grange. *Fundamentals of Deformation Processing*. W. Backofen, et al. (eds.). Syracuse: Univ. Press, 1964, pp. 299-317.

27. I. Kozasu, C. Ouchi, T. Sampei and T. Okita. *Microalloying 75*, New York: Union Carbide Corp., 1977, pp. 120-135.
28. K. Tsukada, K. Matsumoto, K. Hirabe and K. Takeshige. *IS&M9 No. 7*, 1982, pp. 21-28.
29. W. Roberts, A. Sandberg, T. Siwecki and T. Werlefors. *HSLA Steels Technology and Applications*. M. Korchynsky (Ed.), Metals Park: ASM, 1984, pp. 67-84.
30. F. B. Pickering. *Vanadium Microalloyed Steels*: M. Korchynsky et al. (eds.). Krakow: Association of Polish Metallurgical Engineers, 1990, pp. 79-104.
31. H. Katoh, H. Takechi, N. Takahashi and M. Abe. *Proc. Symp. on Technology of Continuously Annealed Cold Rolled Sheet Steel*. Ed. Pradhan. AIME, 1984, pp 37-58.
32. S. Satoh, T. Obara, M. Nishida and T. Irie. *Effect of Carbide Forming Elements on the Mechanical Properties of Continuously Annealed Extra Low Carbon Steel Sheet.*, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 1984, 24, pp. 838-846.
33. I. Kozasu. *HSLA Steels Technology and Applications*. M. Korchynsky (Ed.), Metals Park: ASM, 1984, pp. 593-607.
34. F. B. Pickering. *High Stength Low Alloy Steels*. *Material Science and Technology*, Vol. 7, *Constitution and Properties of Steels*, 1992, pp 335-400.

35. S. R. Goodman. Proc. Conf. HSLA Steels, Technology and Applications, Philadelphia 1983. M. Korchynsky, (Ed.). Metals Park, OH: ASM, 1984, pp. 239-251.
36. R. Pradhan. Proc. Symp. Technology of Continuously Annealed Cold Rolled Sheet Steel: R. Pradhan (Ed.). Detroit: AIME, 1984, pp. 185-202.
37. P. R. Mould and J. M. Gray. Metall. Trans. 3, 1972, 3121-3132.
38. R. C. Hudd. Processing - Cold Working and Annealing. Material Science and Technology, Vol. 7, Constitution and Properties of Steels, 1992, pp. 219-284.
39. W. B. Hutchinson. Int. Met. Rev. 29, 1984, 25.
40. T. Irie, S. Satoh, Y. Yasuda, and O. Hashimoto. Development of Deep Drawable and Bake Hardenable High Strength Steel Sheet by Continuous Annealing of Extra Low Carbon Steel with Nb or Ti. TMS-AIME, New York, 1982, pp 155-171.
41. I. Gupta, T. Parayil and L. Shiang. Effect of Processing Parameters on the Properties of Cold Rolled Interstitial Free Steels. In Hot and Cold Rolled Sheet Steels, R pradhan and G. Ludkovsky eds., TMS-AIME, Warrendale, PA, 1988, pp. 139-153.
42. K. Ushioda, W. B. Hutchinson, J. Agren and U. Schlippenbach. Mat. Sci. and Tech. 2, 1986, 807.



43. Kelh. Principles of Metallographic Laboratory Practice. Metallurgy and Metallurgical Engineering Series. McGraw-Hill, USA, 1949.
44. Selected Power Diffraction Data for Metals and Alloys. Data Book, Vol. 1 International Center for Diffraction Data, JCPDS, 1978.
45. P. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan. Electron Microscopy of Thin Crystals. R. E. Krieger Publishing Company, Huntington, N.Y. 1977.
46. Annual Book of ASTM Standards. Section 3, Metals Test Methods and Analytical Procedures. Vol. 3.01, Metals-Mechanical Testing; Elevated and Low Temperature, ASTM, 1986.
47. L. Ruiz Aparicio, C. I. García and A. J. DeArdo. Hot Deformation Behavior of Interstitial Free Steels. TMS International Symposium on Low Carbon Steels for the 90's, Pittsburgh, PA, 1993, pp 419-426.
48. H. Takechi, O. Akisue, and T. Yamada. The Report Presented at the Committee for Ultra Pure Steel, ISIJ, 1989, 20.
49. K. Narita. Trans. Iron Steel Institute of Japan. Vol. 15, 1975, p. 147.
50. A. Molina. Estudio del Proceso de Fabricación de Lámina para Estampado de acero de Bajo Carbono y Estabilizado con Titanio. Tesis de Maestría, 1998.
51. Z. Morita, T. Tanaka and T. Yanai. Metall. Trans. B, 18B, (1987), 195.

52. Y. Tokunaga, M. Yamada and K. Ito. Effect of Combined Addition of Nb and Ti on the Mechanical Properties of ELC Steel Sheet. *Tetsu-to-Hagane*, 73(2), 1987, pp. 109-116.
53. A. Okamoto and N. Mizui. Texture Formation in Ultra Low Carbon Ti-added Cold Rolled Sheet Steels Containing Mn and P. *Metallurgy of Vacuum Degassed Steel Products*. R. Pradhan (Ed.), TMS, 1990, pp 161-180.
54. M. Hua, C.I. García and J. A. DeArdo. Precipitation Studies in Ti and Ti+Nb Stabilized Interstitial-Free Steels. TMS International Symposium on Low Carbon Steels for the 90's, Pittsburgh, PA, October 22, 1993.
55. G. Tither, C. I. Garcia, M. Hua and De Ardo. Precipitation Behavior and Solute Effects in Interstitial-Free Steels. *The Iron and Steel Institute of Japan*. Vol. 34, No. 1, 1994, pp. 293-322.
56. R. Yoda, T. Nakamura, I. Tsukatani and T. Inoue. The effect of Hot-Deformation During  $\gamma \rightarrow \alpha$  Transformation on the Microstructure of Ferrite Phase in Ti-Added IF Steels. *The Iron and Steel Institute of Japan*. Vol. 34, 1994, No.1, pp 199-202.
57. Y. Furono, A. Kawano, S. Sayanagi, M Matsuda, H. Hayakawa and M. Shibata. Effect of Hot Rolling in Ferrite Phase on the Mechanical Properties of Very Low Carbon Titanium Cold Rolled Sheet Steels. *Tetsu-to-Hagane*, 71(13), 1985, p. 11362.
58. H. Mitsuji, T. Shimomura, K. Araki and K. Watanabe. Production and Quality of Hot Rolled Steel Sheets with Excellent Formability. SAE Paper No. 850119, 1985.

59. J. F. Held. Mechanical Working and Steel Processing IV: Proc. 8<sup>th</sup> Conf.: Edgecombe, D. A. (Ed.), Warrendale: AIME. 1965, pp 3-38.
60. S. V. Subramanian and J. Gao. Effect of Precipitate Size and Dispersion on Lankford Values of Titanium Stabilized Interstitial-Free Steels. The Iron and Steel Institute of Japan. 1994, pp 53-66.
61. R. W. Swindeman and P. J. Maziasz. The Effect of MC Forming Additions and 10 % Cold Work on the High Temperature Strength of 20 Cr – 30 Ni – Fe Alloy. Proceedings of the First International Conference, Wisconsin, USA/23-26, September 1991, pp. 251-259.
62. E. C. Bain and H. W. Paxton. Alloying elements in Steel. 2<sup>nd</sup> edition, ASM Metals Park, Ohio, 1966, pp 71-73.
63. K. W. Andrews, D. J. Dyson and S. R. Keown. Interpretation of Electron Diffraction Patterns. 2<sup>nd</sup>. Edition. Plenum Press, New York, 1971.
64. D. Klarstrom. Heat Treatment Property Relationship for Solid-Solution Strengthened Heat Resistant Alloys. Proceedings of the First International Conference, Wisconsin, USA/23-26, September 1991, pp. 243-249.
65. Y. S. Hwang and H. C. Chen. Texture Development in Nb-Added Interstitial-Free Steel. The Iron and Steel Institute of Japan. Vol. 34, 1994, No.1, pp 179-182.
66. C. W. Price, Acta Metall. Mater., 38 (5), 727,1990.

67. F. J. Humphreys and M. Hatherly. Recrystallization and related annealing phenomena. Pergamon, 1995.
68. W. C. Leslie. The Physical Metallurgy of Steels. Techbooks. Herndon, Virginia. 1991: 125.
69. D. O. Wilshynsky-Dresler, D. K. Matlock and G. Krauss. Recrystallization of IF Steels. The Iron and Steel Institute of Japan. Vol. 34, No. 1, 1994, pp 13-32.
70. I. Weiss and J. J. Jonas. Met. Trans. A. 1980; 11A, pp. 403.
71. W. M. Rainforth, M. P. Black, R. L. Higginson, E. J. Palmiere, C. M. Sellers, I. Prabst, P. Warbichler and F. Hofer. Acta Met et Mater. 2002, Vol 50, pp. 735.
72. M. G. Burke, L. J. Cuddy, J. Piller and M. K. Miller. Material Science Technology. 1988; 4:113.
73. Y. Meyzawd, B. Michaut and P. Parniere. Precipitation Recrystallization Interaction and Texture Development in Al-Killed Low Carbon Steels. IRSID Report, 1975, pp237.
74. C. Brun, P. Paton and P. Parniere. Influence of Precipitation on the Recrystallization Texture Development During Continuous Annealing in Ti-IF Sheets. Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel. The Metallurgical Society of AIME, February 15-16, 1982, pp. 173-195.

75. T. Irie, S. Satoh, Y. Yasuda, and O. Hashimoto. Development of Deep Drawable and Bake Hardenable High Strength Steel Sheet by Continuous Annealing of Extra Low Carbon Steels With Nb or Ti and P. Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel. The Metallurgical Society of AIME, February 15-16, 1982.
76. W. Bleck, R. Bode and F. J. Hahn. Interstitial-Free Steels Processing, Properties and Application. Metallurgy of Vacuum-Degassed Steel Products. R. Pradhan (Ed.), TMS, 1990, pp 73-90.
77. R. L. Whiteley and D. E. Wise. Flat Rolled Products III: Earhart (ED.). New York: Interscience. 1962. p 47.
78. B. Hutchinson and E. Lindh. Evolution of Texture and Anisotropy During recrystallization of IF Steels. The Iron and Steel Institute of Japan. Vol. 34, 1994, pp 127-140.
79. B. Hutchinson and Hatherley. An Introduction to Textures in Metals. The Institution of Metallurgist, Ed. By Chameleon Press Ltd. London. 1979.
80. D. Vanderschueren. The Mechanism of Recrystallization of IF-Steel. ISI International, Vol.34, 1994, No. 1, pp. 145-148.