



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE
HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

**“CARACTERIZACIÓN METALOGRÁFICA, ESTRUCTURAL, MECÁNICA Y
ELECTROQUÍMICA DE UN ACERO AVANZADO DE PLASTICIDAD
INDUCIDA POR MACLAJE (TWIP) CON ADICIÓN DE Ni, Cr, Mo y Cu”**

Tesis que para obtener el grado de:

Maestra en Metalurgia y Ciencia de los Materiales

Presenta:

Ing. Maleni García Gómez

Director de Tesis

Dr. Ignacio Mejía Granados

Profesor e Investigador Titular “C”

Departamento de Metalurgia Mecánica, IIMM-UMSNH

Morelia, Michoacán, México, agosto 2019.



100 años



Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales

Of. Núm. IIM-ST-093-2019.

Morelia, Mich., Agosto 22 del 2019.

C. ING. MALENI GARCIA GOMEZ
Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada ***"CARACTERIZACION METALOGRAFICA, ESTRUCTURAL, MECANICA Y ELECTROQUIMICA, DE UN ACERO AVANZADO DE PLASTICIDAD INDUCIDA POR MACLAJE (TWIP) CON ADICION DE Ni, Cr, Mo, Y Cu"***, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

9300267-0	DR. IGNACIO MEJIA GRANADOS	(Presidente)
0100048-9	DR. JORGE A. VERDUZCO MARTINEZ	(Vocal)
8200860-4	DR. RAFAEL GARCIA HERNANDEZ	(Vocal)
0500269-9	DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS	(Vocal)
0100306-2	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Vocal)
0100153-1	DR. JOSE LEMUS RUIZ	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

U. M. S. N. H.

Atentamente



Dr. Víctor Hugo López Morelos
Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

VHLM/yatc



AGRADECIMIENTOS.

Instituciones:

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico otorgado para realizar mis estudios de posgrado.

A la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH) por ser mi casa de estudios durante los dos años de mi programa de maestría.

Al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIMM) por brindarme la oportunidad de estudiar un posgrado de calidad para mi desarrollo personal y profesional.

Al Instituto Tecnológico de Morelia (ITM) por abrirme sus puertas una vez más y permitirme usar sus instalaciones.

Personas:

Mis más sinceros agradecimientos a mi asesor de tesis Dr. Ignacio Mejía Granados por el tiempo, dedicación, aprendizaje, paciencia y confianza para culminar este trabajo de investigación.

A los integrantes de mi comité tutorial: Dr. Víctor Hugo López Morelos, Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez, Dr. Rafael García Hernández, Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde y Dr. José Lemus Ruíz por sus valiosas aportaciones en este trabajo.

Al Dr. Francisco Reyes Calderón, Dr. Pedro Garnica y Dr. Marco Antonio Espinoza Medina por el aprendizaje adquirido en sus asesorías.

A mis compañeros del departamento de metalurgia mecánica y a todo el personal técnico que estuvo para apoyarme a realizar mi desarrollo experimental, especialmente al departamento de fundición.



DEDICATORIA.

Con amor a mi familia y amigos, quienes son los pilares de mi vida y han estado a mi lado siempre apoyándome en cada decisión, celebrando cada triunfo y acompañando cada derrota, particularmente a mi madre María Esther Gómez, quien con sacrificios y esfuerzos me ha apoyado a alcanzar mis metas, brindándome siempre confianza, amor y cariño; a mi hermano Luis Enrique quien me motiva a mejorar cada día y ser un buen ejemplo a seguir; a mi abuelita Esther por su amor y compañía a lo largo de toda mi vida; a mi padre José Luis García (*Q.E.P.D*) de quien guardo dulces recuerdos y a pesar de no estar presente físicamente siempre ha sido mi inspiración; y por último a mi novio Luis Enrique González quien es una persona muy especial en mi vida y me ha brindado su apoyo incondicional durante estos dos años.



ÍNDICE DE CONTENIDO.

RESUMEN.	15
ABSTRACT	16
INTRODUCCIÓN.	17
JUSTIFICACIÓN.	18
HIPÓTESIS.	19
OBJETIVOS.	20
Objetivo general.	20
Objetivos específicos.	20
CAPITULO 1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.	21
1.1 Aceros avanzados de alta resistencia.	21
1.2 Generalidades de los aceros de plasticidad inducida por maclaje.	23
1.2.1 Definición de los aceros TWIP.	23
1.2.2 Propiedades de los aceros TWIP.	23
1.2.3 Aplicaciones de los aceros TWIP.	24
1.3 Metalurgia del sistema Fe-Mn-C-Al-Si.	24
1.4 Efecto de los elementos de aleación.	25
1.4.1 Efecto del Mn.	25
1.4.2 Efecto del C.	26
1.4.3 Efecto del Al.	27
1.4.4 Efecto del Si.	27
1.4.5 Efecto del Cr.	28
1.4.6 Efecto del Mo.	29
1.4.7 Efecto del Cu y Ni.	29
1.5 Energía de falla de apilamiento.	30



1.6 Mecanismos de deformación plástica en aceros TWIP.	32
1.6.1. Endurecimiento por maclado.	32
1.7 Estado del arte.	33
1.7.1 Solidificación en aceros TWIP.	33
1.7.2 Efecto del Cr/Mo sobre la deformación por tracción en aceros TWIP.	36
1.7.3 Efecto del Mn sobre la tenacidad en aceros TWIP.	37
1.7.4 Resistencia a la corrosión en aceros TWIP.	38
CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.	41
2.1 Materiales y composición química.	42
2.2 Predicciones JMatPro.	42
2.3 Predicciones Pro-Cast.	42
2.4 Fabricación del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.	43
2.5 Acondicionamiento microestructural.	44
2.5.1 Tratamiento térmico de homogenizado.	44
2.5.2 Tratamiento termo-mecánico (laminación en caliente).	45
2.5.3 Tratamiento térmico de solubilizado.	50
2.6 Caracterización metalográfica.	51
2.6.1 Preparación de muestras.	52
2.6.2 Microscopia óptica (LOM).	53
2.6.3 Microscopia electrónica de barrido.	53
2.7 Caracterización estructural.	54
2.7.1 Difracción de rayos-X.	54
2.8 Caracterización mecánica.	55
2.8.1 Microdureza Vickers.	55
2.8.2 Ensayo mecánico de tracción uniaxial.	55



2.8.3 Ensayo de impacto Charpy-V.	56
2.9 Caracterización electro-química.	58
2.9.1 Pruebas de circuito abierto.	59
2.9.2 Pruebas de polarización potencio-dinámica.	60
2.9.3 Pruebas de impedancia.	60
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	62
3.1 Composición química.	62
3.2 Simulación JMatPro.	62
3.3 Simulación ProCast.	70
3.4 Caracterización metalográfica.	73
3.4.1 Condición de colada.	73
3.4.2 Condición de tratamiento térmico de homogenización.	79
3.4.3 Condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.	81
3.4.4 Condición de tratamiento térmico de solubilización.	83
3.5 Microscopía electrónica de barrido (SEM).	85
3.5.1 Condición de colada.	85
3.5.2 Condición de tratamiento térmico de homogenización.	90
3.5.3 Condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.	95
3.5.4 Condición de tratamiento térmico de solubilización.	102
3.6 Caracterización estructural.	107
3.7 Caracterización mecánica.	109
3.7.1 Microdureza Vickers.	109
3.7.2 Ensayo de tracción uniaxial.	113
3.7.3 Ensayo de impacto.	129
3.8 Caracterización electro-química.	132



3.8.1 Pruebas de polarización.....	132
3.8.1.1 Condición de colada.	133
3.8.2 Pruebas de impedancia.	138
CONCLUSIONES.	145
REFERENCIAS.	147



ÍNDICE DE FIGURAS.

CAPITULO 1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	21
Figura 1.1 Clasificación de los aceros avanzados de alta resistencia.....	21
Figura 1.2 Tipos de materiales usados en las partes estructurales de un automóvil.....	24
Figura 1.3 Mecanismos de deformación en función de la energía de falla de apilamiento.....	30
Figura 1.4 Aplicación de un esfuerzo a un cristal perfecto que causa en a) un deslizamiento de los átomos y/o b) la formación de una macla.....	33
Figura 1.5 Resultados de simulación (izquierda) y experimental (derecha) en diferentes ubicaciones.....	34
Figura 1.6 Macroestructuras de los aceros TWIP: (a) 17Mn, (b) 8Mn, and (c) 0Mn....	35
Figura 1.7 Efecto del contenido de Mn en la proporción de la zona de grano equiaxial.....	36
Figura 1.8 Lado izquierdo: curvas de tensión y deformación de ingeniería de los aceros aleados y libres de Cr / Mo a velocidades de deformación de (a) 1.5×10^{-3} s ⁻¹ y (b) 3×10^{-5} s ⁻¹ . Lado derecho: curvas de velocidad de endurecimiento por tracción de los aceros aleados y libres de Cr / Mo a velocidades de deformación de (a) $1,5 \times 10^{-3}$ s ⁻¹ y (b) 3×10^{-5} s ⁻¹	37
CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	41
Figura 2.1. Diagrama de flujo para el desarrollo experimental de un acero TWIP con adiciones de Ni, Mo, Cr, Cu.....	41
Figura 2.2. Diseño de la pieza de colada con diferentes velocidades de solidificación.....	44
Figura 2.3 Ciclo térmico de homogenizado con 4 tiempos de permanencia.....	45
Figura 2.4 Proceso termo-mecánico de laminación en caliente.....	46
Figura 2.5 Diagrama de flujo del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	46
Figura 2.6 Ciclo termo-mecánico de laminación en caliente.....	47
Figura 2.7 Dimensiones de partida para la primera laminación.....	48



Figura 2.8 Dimensiones después de la primera laminación.....	49
Figura 2.9 Dimensiones después de la primera laminación y del corte.....	49
Figura 2.10 Dimensiones después de la segunda laminación.....	50
Figura 2.11 Tratamiento térmico de solubilizado.....	51
Figura 2.12 Secuencia de la preparación metalográfica.....	52
Figura 2.13 Secuencia de obtención de la réplica: 1) superficie pulida y atacada, 2) aplicación de la película plástica ablandada y 3) réplica que constituye el negativo de la superficie.....	54
Figura 2.14 Corte de la pieza para probeta de ensayo de tensión.....	55
Figura 2.15 Probeta de tensión según la norma ASTM E 8M-95 ^a	56
Figura 2.16 Corte de la pieza para probeta de impacto Charpy-V.....	57
Figura 2.17 Diseño de la probeta de impacto según la norma ASTM E- 23.....	57
Figura 2.18 Probeta de impacto según la norma ASTM E-23 del acero TWIP Cr-Ni- Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de laminación en caliente.....	58
Figura 2.19 Diagrama de flujo del procedimiento experimental para realizar las pruebas de corrosión en un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.....	59
 CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	62
Figura 3.1 Diagrama de fases por JMatPro de un acero TWIP con adición de Cr-Ni- Mo-Cu.....	63
Figura 3.2 Fases que constituyen menos del 1% del diagrama de fases por JMatPro de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.....	64
Figura 3.3 Diagrama de fases metaestable por JMatPro de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.....	66
Figura 3.4 Diagrama de transformación isotérmica de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu obtenidas por JMatPro.....	67
Figura 3.5 Diagrama de enfriamiento continuo de un acero TWIP con adición de Cr- Ni-Mo-Cu obtenidas por JMatPro.....	67
Figura 3.6 Energía de falla de apilamiento en función de la temperatura para un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.....	68
Figura 3.7 Resistencia a picadura de un acero TWIP de referencia.....	69



Figura 3.8 Resistencia a la picadura de un acero TWIP aleado con Cr-Ni-Mo-Cu.....	70
Figura 3.9 Perfiles de temperatura, disminución de la temperatura en función del tiempo.....	72
Figura 3.10 Microestructuras del primer escalón de 5 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	74
Figura 3.11 Microestructuras del segundo escalón de 15 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	75
Figura 3.12 Microestructuras del tercero escalón de 25 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	76
Figura 3.13 Microestructuras del cuarto escalón de 35 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	76
Figura 3.14 Microestructuras del quinto de 45 mm de espesor escalón en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	77
Figura 3.15 Microestructuras del sexto de 55 mm de espesor escalón en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	78
Figura 3.16 Tamaño del eje dendrítico en función de las diferentes velocidades de enfriamiento.....	79
Figura 3.17 Microestructuras del tratamiento térmico de homogenizado a diferentes tiempos de permanencia a) 1 h/plg, b) 2h/plg, c) 3 h/plg y 4 h/plg en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.....	80
Figura 3.18 Tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogenizado.....	81
Figura 3.19 Recristalización dinámica discontinua durante la primera laminación en caliente del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.....	82
Figura 3.20 Recristalización dinámica durante la segunda laminación en caliente del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.....	82
Figura 3.21 Tamaño de grano después del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	83
Figura 3.22 Microestructura de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu posterior al tratamiento térmico de solubilización.....	84



Figura 3.23 Tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogenizado.....	84
Figura 3.24 a) Óxido de hierro, b) carburo de cromo, c) carburo de silicio.....	85
Figura 3.25 d) Carburo de cromo, e) carburo de hierro, f) carburo de molibdeno.....	85
Figura 3.26 g) Nitruro de aluminio y carburo de cromo, h) Nitruro de aluminio y carburo de cromo, i) Carburo de cromo.....	86
Figura 3.27 Line Scan en zona interdendrítica la cual mide el grado de segregación.....	87
Figura 3.28 Mapeo químico de los elementos presentes en el sistema TWIP adicionado con Cr-Ni-Mo-Cu en condición de colada	90
Figura 3.29 Line scan del acero TWIP con adición de Cro-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 1 hora de permanencia por pulgada y análisis químico del acero TWIP con adición de Cro-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 1 h/pulg.....	90
Figura 3.30 Line scan del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 2h/pulg y análisis químico del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 2 h/pulg.....	92
Figura 3.31 Line scan del acero TWIP con adición de Cro-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 3 h/pulg. y análisis químico del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 3 horas de permanencia por pulgada.....	93
Figura 3.32 Line scan del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 4 horas de permanencia por pulgada y análisis químico del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 4 h/pulg.....	94
Figura 3.33 Micrografías a diferentes escalas de la primera laminación en caliente.....	96
Figura 3.34 Micrografía de nitruro de aluminio dentro de la matriz metálica del acero TWIP modificado.....	96



Figura 3.35 Mapeo químico de una partícula compleja del acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de primera laminación.....	98
Figura 3.36 Micrografías a diferentes escalas de la segunda laminación en caliente.....	98
Figura 3.37 Partículas precipitadas en un grano recristalizado de la segunda laminación en caliente.....	99
Figura 3.38 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso, nitrógeno de aluminio y fase CU.....	100
Figura 3.39 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso y fase CU.....	100
Figura 3.40 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso y fase CU.....	100
Figura 3.41 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso, nitrógeno de aluminio y fase CU.....	100
Figura 3.42 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso, nitrógeno de aluminio.....	100
Figura 3.43 Mapeo químico de una partícula compleja del acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de segunda laminación.....	100
Figura 3.44 Micrografías del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado a 100x.....	103
Figura 3.45 Variación del tamaño de grano en función del tiempo de recocido en un acero TWIP Fe-22Mn-0.5C. a) tiempo de recocido, b) temperatura de recocido.....	104
Figura 3.46 Formación de maclas de recocido durante el tratamiento de solubilización.....	105
Figura 3.47 Punto triple y la formación de maclas de recocido.....	106
Figura 3.48 Mapeo químico de una partícula compleja del acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu.....	107
Figura 3.49 Difractogramas integrados de todas las etapas de acondicionamiento microestructural.....	108



Figura 3.50 Variación de la microdureza Vickers en función de las distintas velocidades de enfriamiento.....	109
Figura 3.51 Microdureza Vickers en función del tiempo de permanencia.....	110
Figura 3.52 Microdureza Vickers en función del tiempo de permanencia 6 meses después de la primera toma.....	111
Figura 3.53 Microdureza Vickers primera y segunda laminación.....	113
Figura 3.54 Microdureza Vickers de todas las condiciones de acondicionamiento microestructural.....	113
Figura 3.55 Diagrama esfuerzo-deformación ingenieril del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	114
Figura 3.56 Propiedades mecánicas en función de la temperatura de recocido: a) módulo de elasticidad, b) resistencia a la tracción, c) elongación total y d) producto de resistencia total y elongación.....	115
Figura 3.57 Diagramas esfuerzo-deformación ingenieril de un acero TWIP Fe-22Mn-0.5C a diferentes temperaturas de recocido: a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min y d) 20 min.....	116
Figura 3.58 Diagrama esfuerzo-deformación verdadera del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	118
Figura 3.59 Imágenes de la zona de fractura posterior a los ensayos de tracción realizados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado en el microscopio electrónico de barrido a) 20x aumentos, b) 500x aumentos, c) 1000x aumentos y d) 3500x aumentos.....	120
Figura 3.60 Ajuste matemático del modelo de Hollomon en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	122
Figura 3.61 Ajuste matemático del modelo de Ludwik en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	123
Figura 3.62 Ajuste matemático del modelo de C-J en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	125



Figura 3.63 Ajuste matemático del modelo de Swift en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	126
Figura 3.64 Maclas de deformación después del ensayo de tracción en el acero TWIP Cr-Mo-Ni-Cu. En a) y b) ilustran la coloración que tomaron las maclas con el ataque químico (Nital 10%) observadas en el microscopio óptico, mientras que en e) y d) se hicieron mediciones del espesor de las maclas de deformación con el microscopio electrónico de barrido.....	129
Figura 3.65 Fractografía tomadas mediante microscopía electrónica de barrido posterior al ensayo de impacto Charpy-V en el acero TWIP-Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado con una energía absorbida de 129 J.....	131
Figura 3.66 Fractografía tomadas mediante microscopía electrónica de barrido posterior al ensayo de impacto Charpy-V en el acero TWIP-Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado con una energía absorbida de 124 J.....	132
Figura 3.67 Curvas de polarización comparativas del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de colada, tratamiento térmico de homogenizado, tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente y tratamiento térmico de solubilizado.....	133
Figura 3.68 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de colada	134
Figura 3.69 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de homogenizado.....	135
Figura 3.70 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de tratamiento termo- mecánico de laminación en caliente.....	136
Figura 3.71 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de tratamiento térmico de solubilizado.....	137



Figura 3.72 Diagrama de Nyquist del circuito Rs para el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu y el acero TWIP de referencia en sus diferentes etapas de acondicionamiento microestructural.....	139
Figura 3.73 Productos de corrosión formados en el acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	140
Figura 3.74 Mapeo químico de los productos corrosión formados en el acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	142
Figura 3.75 Productos de corrosión formados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	142
Figura 3.76 Mapeo químico de los productos de corrosión formados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	144



ÍNDICE DE TABLAS.

CAPITULO 1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	21
Tabla 1.1 Composición química de los aceros TWIP estudiados.....	39
Tabla 1.2 Composición química de los aceros DP, TRIP y TWIP.....	40
CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	41
Tabla 2.1. Composición química del acero TWIP con adiciones de Ni, Mo, Cr y Cu (% en peso).....	42
Tabla 2.2 Parámetros del ciclo termo-mecánico de laminación en caliente.....	50
Tabla 2.3 Especificaciones del ensayo de microdureza Vickers.....	55
Tabla 2.4 Parámetros de operación para las pruebas de corrosión.....	61
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	62
Tabla 3.1 Composición química obtenida por espectrometría de chispa y por análisis químico por EDS.....	62
Tabla 3.2 Análisis químico por EDS de las partículas precipitadas.....	86
Tabla 3.3 Composición química de la zona dendrítica e interdendrítica (% en peso).....	88
Tabla 3.4 Composición química de la probeta a) 1 h/pulg.....	91
Tabla 3.5 Composición química de la probeta b) 2 h/pulg.....	92
Tabla 3.6 Composición química de la probeta c) 3 h/pulg.....	93
Tabla 3.7 Composición química de la probeta d) 4 h/pulg.....	95
Tabla 3.8 Valores derivados de las curva esfuerzo-deformación verdaderas: esfuerzo de cedencia máximo, esfuerzo máximo y porcentaje de alargamiento del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	118
Tabla 3.9 Ecuaciones de Hollomon, Ludwik, Crussard-Jaoul, y Swift.....	121
Tabla 3.10 Valores del coeficiente de endurecimiento “n”, su máxima resistencia obtenida y ajuste matemático de los modelos de Hollomon, Crussard-Jaoul, Swift y Ludwik.....	127
Tabla 3.11 Valores del ensayo de impacto Charpy-V del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.....	130



Tabla 3.12 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de de colada.....	134
Tabla 3.13 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de tratamiento térmico de homogenizado.....	135
Tabla 3.14 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	136
Tabla 3.15 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	137
Tabla 3.16 Presenta el análisis químico de los productos de corrosión del acero TWIP de referencia en condición de solubilizado. La partícula analizada se infiere que es un AlN por el porcentaje de nitrógeno y aluminio tan elevados que se manifiestan en los análisis químicos.....	141
Tabla 3.17 Análisis químico de los productos de corrosión.....	143



RESUMEN.

La buena relación entre alta resistencia (más de 1000 MPa) y excelente alargamiento (hasta un 90%), hacen de los aceros TWIP una excelente opción para el sector automotriz. Sin embargo, uno de los inconvenientes de estos aceros es su relativo bajo límite elástico cuando se procesan por vías tradicionales. Otra dificultad de los aceros TWIP es que su baja resistencia a la corrosión, lo cual dificulta su aplicabilidad. El objetivo principal del presente trabajo de investigación es fabricar y caracterizar metalográfica, estructural, mecánica y electroquímicamente un acero avanzado de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) modificado con adiciones de Cr, Ni, Cu y Mo, con la finalidad de aumentar su resistencia a la corrosión, así como mantener y/o incrementar las propiedades mecánicas. Para este fin se utilizó el software JMatPro para calcular los diagramas de equilibrio de fases presentes, resistencia a la corrosión y energía de falla de apilamiento; mientras que con el programa ProCast se llevó a cabo la simulación del proceso de fundición para calcular las diferentes velocidades de enfriamiento en una pieza escalonada. Una vez fabricado el acero en horno de inducción convencional, se llevó a cabo el acondicionamiento microestructural mediante diferentes tratamientos térmicos y termo-mecánicos (homogenización, laminación en caliente y solubilizado). En cada una de estas etapas se realizaron diferentes caracterizaciones: i) Metalográfica mediante microscopía óptica (LOM) y electrónica de barrido (SEM-ESD), ii) Estructural por difracción de rayos-X, iii) Mecánica mediante ensayos de microdureza Vickers, tracción uniaxial e impacto Charpy “V”. Finalmente se evaluó la resistencia a la corrosión mediante las técnicas de polarización potencio-dinámica e impedancia. Los resultados más sobresalientes indican que el acero TWIP modificado con Cr, Ni, Mo y Cu mantiene la estabilidad de la austenita a temperatura ambiente y el efecto maclaje a pesar de la alta energía de falla de apilamiento (EFA). Los valores de resistencia real, alargamiento y energía absorbida fueron de 1180 MPa, 45% y 129 J, respectivamente. Por otro lado, la resistencia a la corrosión mejoró considerablemente respecto a un acero TWIP convencional.

Palabras clave: Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS); Acero de plasticidad inducida por maclaje (TWIP); Elementos aleantes Cr, Ni, Cu, Mo; Propiedades mecánicas; Resistencia a la corrosión.



ABSTRACT.

The good relation between high strength (up to 1000 MPa) and excellent elongation (up to 90%), make the TWIP steels an excellent option for the automotive sector. However, one of the drawbacks of these problems is relatively low when they are processed in conventional ways. Another difficulty of these steels is that their low corrosion resistance, which hinders its applicability. The main objective of this research work is to manufacture and characterize metallographic, structural, mechanical and electrochemically an advanced twinning induced plasticity (TWIP) steel modified with additions of Cr, Ni, Cu and Mo, in order to increase corrosion resistance, as well as maintain and / or increase the mechanical properties. For this purpose, the JMatPro software was used in order to calculate the equilibrium phase diagrams, corrosion resistance and stacking fault energy; while with the ProCast software the simulation of the casting process was carried out in order to calculate the different cooling rates in a stepped piece. Once the steel was manufactured in the conventional induction furnace, a microstructural conditioning was carried out by different heat and thermo-mechanical treatments (homogenization, hot rolling and solubilized). In each of these stages different characterizations were performed: i) Metallographic by optical microscopy (LOM) and scanning electron microscopy (SEM-ESD), ii) Structural by X-ray diffraction, iii) Mechanical by Vickers, uniaxial tension and Charpy V-notch impact tests. Finally, the corrosion resistance was evaluated by potentio-dynamic polarization and impedance techniques. The most outstanding results indicate that the TWIP steel modified with Cr, Ni, Mo and Cu maintains the austenite stability. The values of true strength, elongation and absorbed energy were 1180 MPa, 45% and 129 J, respectively. On the other hand, the corrosion resistance improved in relation to conventional TWIP steel.

Palabras clave: Advanced high-strength steels (AHSS); Twinning induced plasticity (TWIP) steel; Alloying elements Cr, Ni, Cu, Mo; Mechanical properties; Corrosion resistance.



INTRODUCCIÓN.

El acero TWIP fue desarrollado hace aproximadamente 12 años por el profesor George Frommeyer [1, 2], director del grupo de investigación del Departamento de Ingeniería en Materiales en el Max Planck Institute Research (MPIR), en Düsseldorf, Alemania [3]. Este acero fue creado con la finalidad de aumentar la ductilidad del material y absorber la energía producida durante el impacto, mientras se conserva la estabilidad y resistencia para proteger a los pasajeros en la cabina. Se introducen cantidades de Mn en el rango de 17 a 30% en peso y pequeñas adiciones de C, Al y Si. Este acero permite un alargamiento de hasta un 90% antes de alcanzar la fractura.

El acrónimo actual utilizado para definir estos aceros, TWIP, se refiere a la plasticidad inducida por maclaje como un mecanismo de deformación plástica. Sin embargo, a pesar de varias décadas de investigación, el origen real de la alta tasa de endurecimiento al trabajo por deformación exhibida por estos aceros sigue siendo parcialmente incierto, sin embargo se sabe que los límites de las maclas resultantes actúan como límites de grano y refuerzan el acero, siendo una probable explicación a su resistencia extremadamente alta con una excelente formabilidad. El valor del coeficiente de endurecimiento aumenta a un valor 0.4 con una deformación de aproximadamente 30% y se mantiene constante hasta una elongación total de 50%. La resistencia a la tracción es superior a 1000 MPa. La formación de las maclas durante la deformación genera endurecimiento, lo que hace que mantenga una elevada resistencia mecánica [4].

Las composiciones químicas óptimas permiten obtener una estructura austenítica completa que se encuentra estable bajo una gran deformación mecánica a temperaturas que varían entre -100°C y 100°C, debido a la formación de maclas de deformación. Sin embargo, la alta densidad de maclas inducidas por la deformación y el gran límite de grano de energía superficial presente, producen un efecto perjudicial en su resistencia a la corrosión [5].



JUSTIFICACIÓN.

El aumento en el número de publicaciones científicas y patentes en esta clase de aleaciones indica claramente un creciente interés científico y tecnológico. En los últimos años, se han realizado muchos esfuerzos para la fabricación de componentes modernos de automóviles con peso reducido y seguridad mejorada, esto conlleva un impacto tecnológico el cual ha impulsado al desarrollo de aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) los cuales además tienen una excelente combinación de resistencia y ductilidad [6].

Por otro lado, el impacto ecológico se ve reflejado en un ahorro de combustible, ya que el hecho de que los aceros TWIP combinen estas excelentes propiedades mecánicas llevan a una reducción del peso total y de número de piezas, por lo que los estándares de ahorro de combustible más estrictos y las pruebas de impacto continúan impulsando la implementación y evolución de los aceros avanzados de alta resistencia.

La capacidad superior de absorción de energía de estos aceros también podría desempeñar un papel fundamental en la mejora de la resistencia y tenacidad para los futuros diseños de vehículos [7]. Especialmente, la alta capacidad de absorción de energía hace que los aceros TWIP sean adecuados para aplicaciones tales como componentes estructurales relevantes en automóviles, que se espera que disipen la energía cinética durante un accidente. Desde este punto de vista, estos aceros ofrecen una oportunidad para el desarrollo de piezas rentables y livianas con una seguridad mejorada y un rendimiento medioambiental optimizado para aplicaciones de automoción [8].

Por otro lado, las investigaciones actuales se han enfocado en el estudio de las relaciones propiedades mecánicas-microestructura del sistema Fe-Mn-Al-Si-C. Sin embargo, la adición de los elementos Ni, Cr, Mo y Cu hacen que el sistema se vuelva más complejo por lo que existe poca información en la literatura especializada impactando científicamente.



HIPÓTESIS.

Se ha reportado que la adición de elementos aleantes en aceros TWIP dentro de la matriz crea un endurecimiento por solución sólida ya que los átomos distorsionan la estructura cristalina donde se alojan debido a la diferencia de sus radios atómicos. Por otra parte los aceros TWIP tienen baja resistencia a la corrosión lo que implica un gran problema ya que sus aplicaciones son limitadas. Se sabe que el Cr es un estabilizador de la fase ferrítica mientras que el Ni, Cu y Mo estabilizadores de la fase austenítica. El Cr disuelto en la matriz de Fe posee una gran afinidad con el oxígeno y reacciona con él formando una capa pasiva lo que evita su corrosión, también tiende a formar carburos, mientras que el Al se presenta también en forma de AlN .

Con la adición de los elementos aleantes se espera un aumento considerable de la resistencia debido a la presencia del Ni, Cr, Cu y Mo en solución sólida y un incremento de la resistencia a la corrosión por la adición del Cr y Cu. Sin embargo, el contenido de Cr presente en el sistema puede favorecer la presencia de una segunda fase ferrítica. Se espera también que la presencia de elementos gammágenos como el Ni, Cu contrarreste este efecto. En general se espera que los precipitados de AlN y $Cr_{23}C_6$ se alojen en los límites de grano, limitando el crecimiento de algunos de estos y así provocar un tamaño de grano bimodal, así mismo, a través de los procesos térmicos y termo-mecánicos se unifiquen las propiedades mecánicas dentro del material y se aumente la resistencia mecánica. Por otro lado, se espera que la energía de falla de apilamiento no salga de los rangos del efecto maclaje.



OBJETIVOS.

Objetivo general.

Fabricar y caracterizar metalográfica, estructural, mecánicamente y electroquímicamente un acero avanzado de plasticidad inducida por maclaje (TWIP modificado) con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu.

Objetivos específicos.

1. Determinar diagramas de fases en equilibrio, TTT, CCT y PTT teóricos de un acero TWIP con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu.
2. Predecir condiciones de solidificación a diferentes velocidades de enfriamiento.
3. Diseñar y realizar tratamientos térmicos y termo-mecánicos de acondicionamiento microestructural de un acero TWIP con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu.
4. Desarrollar el procedimiento de preparación metalográfica y ataque químico para revelar en alto contraste la microestructura de un acero TWIP con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu.
5. Determinar la naturaleza de fases presentes mediante técnicas de microscopía óptica (LOM) y electrónica (SEM-EDS).
6. Determinar la naturaleza estructural de las fases presentes de un acero TWIP con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu mediante difracción de rayos-X.
7. Determinar la resistencia de un acero TWIP con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu mediante ensayos tracción uniaxial y dureza.
8. Determinar el coeficiente de endurecimiento por los modelos de Hollomon, Ludwik, C-J, Swift.
9. Determinar la resistencia a la corrosión de un acero TWIP con adiciones de Ni, Cr, Mo y Cu mediante pruebas potenciodinámicas y de impedancia.

CAPITULO 1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

1.1 Aceros avanzados de alta resistencia.

El interés por los aceros avanzados de alta resistencia empezó en la década de los años setenta, durante la crisis del petróleo, cuando los fabricantes de automóviles se dieron cuenta de la importancia de fabricar vehículos más ligeros y eficientes a nivel energético, manteniendo la elevada resistencia característica de los aceros. En la **Figura 1.1** se ilustra la clasificación de los aceros avanzados de alta resistencia, por sus siglas en inglés AHSS [9].

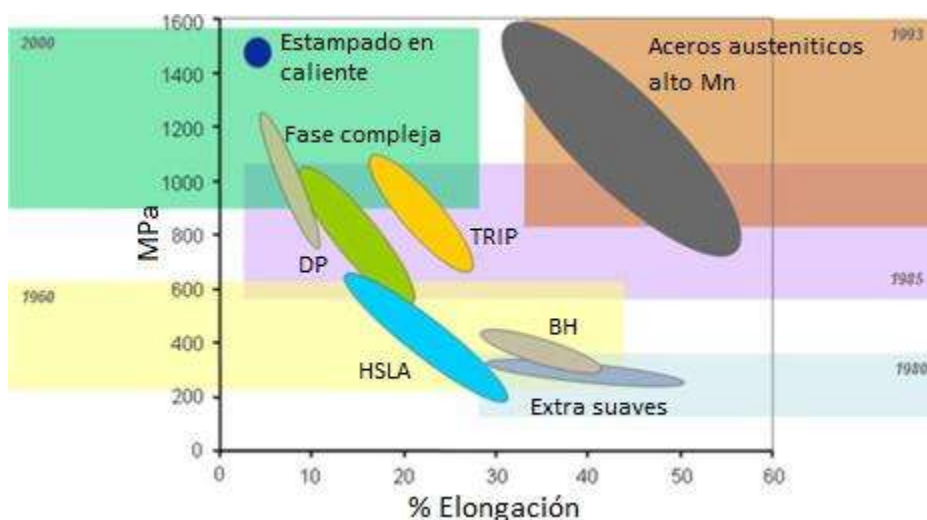


Figura 1.1 Clasificación de los aceros avanzados de alta resistencia [9].

Los diseñadores de vehículos deben equilibrar los objetivos de una mejor economía de combustible, las normas de seguridad contra choques impuestas por el gobierno y las estrictas demandas de los consumidores. Reducir el peso de un vehículo es una estrategia sencilla para mejorar la economía de combustible, pero puede crear problemas de seguridad. De hecho, aunque se estimó que una reducción de peso de ~ 10% en el peso total del vehículo resultaría en mejoras del 5.5% en la economía de combustible [10], el peso promedio del vehículo de pasajeros aumenta continuamente como consecuencia de la introducción de nuevos sistemas de seguridad, como bolsas de aire y sistemas anti-choque. Las partes y paneles estructurales de carrocería, y en particular los materiales utilizados en su construcción, ofrecen las mayores posibilidades en términos de reducción de peso y determinan el comportamiento del automóvil en caso de colisiones. Además del bajo peso y



el buen comportamiento mecánico, los altos niveles de conformabilidad, unión, y soldabilidad son puntos importantes para tener un material competitivo. En un intento por responder a las demandas del sector automotriz, la industria del acero ha desarrollado nuevos aceros de alta resistencia y aceros avanzados de alta resistencia con un mejor equilibrio de bajo costo, peso ligero y propiedades mecánicas [11].

En un evento de choque, un vehículo bien diseñado debería poder absorber la energía del impacto de manera efectiva. Este requisito entra en conflicto con la necesidad de vehículos más ligeros. De hecho, estudios publicados sobre el efecto de la reducción del peso promedio de los autos de pasajeros en la frecuencia y severidad de los incidentes de choques han demostrado que una reducción de 500 kg en el peso de los autos aumentó en 2000 el número de muertes y en 20,000 las lesiones graves (por año y sobre la base de los mismos materiales y tecnologías) [12]. La investigación mostró que, para un choque automovilístico dado, los vehículos más grandes brindan más protección para los ocupantes independientemente de la masa [13]. En general, en el caso de un choque entre un vehículo liviano y uno pesado, el más pesado dará un mejor desempeño de seguridad.

Los grados de acero de alta resistencia, los grados de acero de ultra alta resistencia y los grados de aceros avanzados de alta resistencia se han desarrollado específicamente para satisfacer la demanda de la industria automotriz. Estos nuevos grados de acero ya han demostrado su superioridad para cumplir con los requisitos de materiales automotrices: durabilidad, resistencia, rigidez, buena absorción de energía de choque, bajo costo de producción en grandes cantidades y posibilidad de reciclaje [10]. Considerando un diseño de carrocería basado en la seguridad, se utilizan intensivamente dos tipos principales de aceros de alta resistencia:

- Calidades de acero de alta resistencia con un alto potencial de absorción de energía, con resistencia a la tracción <1000 MPa, para la carga dinámica que se produce durante choques de automóviles o colisiones;
- Aceros de alta resistencia con una resistencia a la tracción >1200 MPa, típicamente calidades de acero martensítico, que proporcionan una barrera contra la intrusión de alta rigidez para la protección de los pasajeros.



1.2 Generalidades de los aceros de plasticidad inducida por maclaje.

1.2.1 Definición de los aceros TWIP.

Los aceros TWIP son aceros avanzados de alta resistencia que actualmente se encuentran en investigación y desarrollo [2]. Se trata de aceros completamente austeníticos a temperatura ambiente estabilizados con manganeso (hasta 30% en peso) y aluminio para asegurar una baja energía de defectos de apilamiento. El mecanismo de endurecimiento se basa en el maclado en lugar de deslizamiento por dislocaciones [14]. Estos aceros son completamente austeníticos y no-magnéticos sin transformación de fase, lo que hace que el principal modo de deformación sea el maclaje dentro de los granos. El maclaje causa un alto valor de velocidad de endurecimiento instantáneo con una microestructura muy fina.

1.2.2 Propiedades de los aceros TWIP.

Las principales explicaciones para el excelente equilibrio entre la resistencia mecánica y la ductilidad de estas aleaciones reportadas en la literatura son un mecanismo atípico de envejecimiento por deformación dinámica y la aparición de mecanismos de deformación secundarios al deslizamiento de las dislocaciones. Dependiendo de la composición y la temperatura de deformación, estos mecanismos son transformación martensítica o deformación inducida por maclaje [9]. Los elementos aleantes que se introducen en la red, tienen la finalidad de formar finos carburos, nitruros o carbonitruros en suficiente cantidad para aumentar el límite elástico por endurecimiento por precipitación. Los mecanismos alternativos de endurecimiento implican el refinamiento del grano y el endurecimiento por precipitación mediante microaleación. [15]. Uno de los inconvenientes de estos aceros es que presentan un relativo bajo límite elástico cuando se procesan por vías tradicionales. Otra dificultad de esos aceros es que su resistencia a la cedencia y su dureza son relativamente bajas, esto dificulta su aplicabilidad práctica, ya que implica que se deben introducir mecanismos de endurecimiento adicionales para lograr un perfil equilibrado de resistencia, ductilidad, además se debe considerar la adición de elementos aleantes que mejoren la resistencia a la corrosión [16].

1.2.3 Aplicaciones de los aceros TWIP.

La capacidad de deformación del acero TWIP lo hace adecuado para conformado de piezas complejas; donde impera más la deformación biaxial que la flexión. Asimismo, son aceros altamente tenaces y permiten una gran absorción de energía. Este hecho lo hace de gran utilidad en elementos de amortiguación frente a impacto, tales como las cajas de impacto en automóviles como se muestra en la **Figura 1.2** [17].



Figura 1.2 Tipos de materiales usados en las partes estructurales de un automóvil [3].

En un intento por responder a las demandas del sector automotriz, la industria del acero ha desarrollado nuevos aceros de alta resistencia (HSS) y aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) con un mejor equilibrio de bajo costo, peso ligero y altas propiedades mecánicas [2].

1.3 Metalurgia del sistema Fe-Mn-C-Al-Si.

En relación al efecto de la composición química en aceros TWIP, es conocido que para obtener una microestructura totalmente austenítica se debe de agregar una cantidad suficiente de Mn (18-30% en peso). Algunos otros elementos como C, Si y Al también son necesarios para obtener alta resistencia y alargamiento uniforme asociado con maclaje inducido por deformación. El Mn estabiliza la austenita, sin embargo, si su contenido es menor de 15% en peso favorece la formación de martensita- α' , la cual genera problemas durante el conformado. Si excede de 32% en peso se formará la fase frágil Mn- β en la



microestructura. La temperatura de transformación γ - ϵ disminuye con el aumento de Mn. El C mejora la estabilidad de la austenita y endurece el acero, también inhibe la formación de martensita por el incremento de la energía de falla de apilamiento, conocida por sus siglas en inglés SFE. El Si y Al son agregados para lograr una microestructura austenítica completa y estable con baja SFE en el rango de 15-30 $\frac{mJ}{m^2}$. La adición de Si mejora la resistencia por endurecimiento por solución sólida, y es efectiva para refinar las placas de martensita- ϵ , lo cual incrementa la resistencia a la fractura, aunque no mejora la ductilidad en el acero. Sin embargo, el Al puede segregar en límites de grano durante la solidificación, y generar compuestos intermetálicos de bajo punto de fusión, tal como Fe_2Al_5 en límites de grano, que tiene un punto de fusión de 1170°C, lo cual produce pobres propiedades mecánicas en condición de colada. Por lo tanto, el Al deber ser mantenido en un nivel bajo [18].

1.4 Efecto de los elementos de aleación.

En el trabajo de Schumann [19] sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Mn-C, la composición química se consideró principalmente como un medio para lograr la estabilidad de fase a temperatura ambiente para la estructura cristalina fcc. La observación de la microestructura formada también permitió al autor dibujar una línea límite característica entre dos regiones en el plano de composición de Mn-C: una de composiciones estables que se deforman por maclaje y deslizamiento de dislocaciones y otra de composiciones inestables, es decir, las que conducen a la formación inducida por deformación de la fase ϵ -martensita. En el rango de 15-25% de Mn y 0.4-0.8% de C, esta relación corresponde aproximadamente a las composiciones de aleación con un valor de energía de falla de apilamiento de aproximadamente 20 $\frac{mJ}{m^2}$. Está claro que la composición de la aleación juega un papel clave en la determinación de la magnitud de energía de falla de apilamiento, pero las razones fundamentales a menudo son más complejas que la dependencia de la composición de estabilidad de las fases de austenita y martensita.

1.4.1 Efecto del Mn.

Liu y col. [20], estudiaron el efecto de los contenidos de Mn (14.94, 18.21 y 23.6% en peso) y Al (0.002, 0.75 y 1.47% en peso) sobre la ductilidad en caliente de cinco aceros



TWIP de alta aleación (Fe-Mn-C y Al). Los resultados indicaron que la ductilidad en caliente de diferentes aceros TWIP que contienen Mn no es apreciable con valores de reducción de área menor al 30%, aún más a medida que aumenta el contenido de Mn. La matriz del acero TWIP no es homogénea, presenta una microsegregación de Mn severa en la zona interdendrítica. Además, la relación de microsegregación de C aumenta de 0.85 a 1.16 y de 0.76-1.22 a 0.74-1.32 cuando la concentración de Mn aumenta de 14.94% en peso, 18.21% en peso, a 23.6% en peso, respectivamente. Además, la microestructura y curvas esfuerzo-deformación verdaderas, sugirieron que la recrystalización dinámica tuvo lugar en el acero TWIP con 14.94% en peso de Mn mientras que la fracción de granos recrystalizados disminuyó drásticamente con el aumento del contenido de Mn. Por lo tanto, se infiere que la alta adición de Mn, junto con el efecto de aceleración de la segregación de C por adición de Mn, debería ser el factor más predominante de la pérdida de ductilidad en caliente con incrementos de contenido de Mn en aceros TWIP.

1.4.2 Efecto del C.

El carbono juega un papel central en las propiedades de los aceros TWIP como: (a) aumenta el parámetro reticular, (b) mejora la estabilidad de la austenita con relación a martensita- ϵ , (c) aumenta sustancialmente la energía de falla de apilamiento, la cual incrementa cuando el contenido de Mn es menor en aceros TWIP Fe-Mn-C, y (d) conduce a un endurecimiento por solución sólida. En hierro gama y aleaciones, el carbón ocupa sitios intersticiales octaédricos. También se ha demostrado que hay una repulsión pronunciada entre átomos de C intersticiales en aceros TWIP. Se ha demostrado que el Al afecta la difusividad del C en aleaciones austeníticas Fe-C-Al, pero Shun y col. [6], quienes estudiaron la dependencia de la temperatura en las propiedades de un acero austenítico alto manganeso Fe-30Mn-1C, informan que la energía de activación aparente para el inicio de grietas relacionadas con envejecimiento por deformación dinámica (DSA) en las curvas de deformación, fue significativamente menor que la energía de activación para difusión masiva de carbono. Estos autores sugieren que las grietas están relacionadas con la difusión de corto alcance de C en el núcleo de dislocación, en lugar de la difusión masiva. La adición de 2.7% de Al aumentó la energía de activación para el inicio de las grietas lo que indica que el Al reduce la movilidad del C en las dislocaciones. El carbono también afecta fuertemente las interacciones magnéticas locales en aleaciones austeníticas de composición



química con Fe-Mn-C. Una adición de carbono menor a 1% en peso reduce la energía de falla de apilamiento a $22 \frac{mJ}{m^2}$ siendo un parámetro importante para fomentar el maclado.

1.4.3 Efecto del Al.

Liu y col. [20], estudiaron la adición de Al a los aceros TWIP, ellos encontraron un aumento del contenido de partículas de AlN. Las partículas de AlN representaron aproximadamente el 64% de los precipitados totales cuando el contenido de Al es de 1.59% en peso de la aleación. Comparado con el acero TWIP libre de Al, el número excesivo de partículas finas de AlN promovió el deslizamiento del límite del grano, y así provocó el deterioro de la ductilidad.

Los efectos del Al sobre la microestructura, la energía de fallas de apilamiento, las propiedades de tracción y el modo de fractura en los aceros plasticidad inducida por maclaje (TWIP) con Al se investigaron por Jin y col. [21]. La adición de Al suprimió la precipitación de cementita durante el enfriamiento después del laminado en caliente. La energía de falla de apilamiento se elevó linealmente con una pendiente constante de $7.8 \frac{mJ}{m^2}$ por 1% en peso de Al. La adición de Al aumentó el límite de fluencia, la reducción de área, elongación uniforme (eu) y post-uniforme (epu), mientras que disminuyó la velocidad de endurecimiento por deformación y envejecimiento por deformación dinámica. En particular, aunque la epu del acero TWIP sin Al era casi cero, se mejoró hasta 7% mediante la adición de 2% en peso de Al, que era comparable con los de los aceros de fase dual y TRIP con una resistencia a la tracción similar de 780 MPa. Ambos aceros TWIP tenían sensibilidad a la alta velocidad de deformación. Sin embargo, la adición de Al aumentó la sensibilidad a la velocidad de deformación, dando como resultado una epu mejorada debido a la reducción, tanto en la actividad como en la difusividad de C en la austenita.

1.4.4 Efecto del Si.

Hamada y col. [22] diseñaron dos aceros inoxidables tipo TWIP 10Mn-18Cr con microaleación de V con un contenido de Si bajo y alto para lograr una energía de falla de apilamiento de $25 \frac{mJ}{m^2}$. El comportamiento de la deformación en caliente se investigó mediante pruebas de compresión en el rango de temperatura de 950–1100 °C y en el rango de velocidad de deformación de $0.01^{-1}s^{-1}$. El acero bajo en Si poseía una mayor



resistencia a la deformación en caliente y una mayor energía de activación de la deformación ($507 \frac{Mk}{mol}$) en comparación con el acero alto Si ($477 \frac{Mk}{mol}$). Esta tendencia inusual se atribuye a una fracción creciente de ferrita blanda en el último acero expuesto a mayor temperatura. A temperaturas de prueba más bajas, donde se produjo una recrystalización dinámica parcial en el acero con alto contenido de Si, la ferrita poseía límites de grano de alto ángulo, mientras que la austenita contenía subestructuras de dislocación. El comportamiento de deformación en caliente de los aceros se modeló utilizando el modelo de Bergström basado en la densidad de dislocación y el modelo de Avrami basado en la recrystalización dinámica. La tasa de aumento del parámetro de endurecimiento de Bergstrom en función del parámetro Zener-Hollomon se ve que es más alta para el acero con alto contenido de Si.

1.4.5 Efecto del Cr.

En el esfuerzo por mejorar la resistencia a la corrosión, en la aleación Fe-Mn-C-Al se incrementa el contenido de Cr a la vez que se disminuye el contenido de C, lo cual se basa en el hecho de que Cr y C son estabilizadores de la ferrita y austenita, respectivamente. En tal caso, si el Cr es suficientemente alto y el C bajo, la microestructura resultante será dúplex de austenita y ferrita. Sin embargo, la aleación Fe-Mn-Al-Cr-C dúplex tiene bajas propiedades mecánicas en comparación con la aleación austenítica [23]. En presencia, tanto de C y Mn, como es el caso de los aceros TWIP, los enlaces C-Cr se ven favorecidos [24].

Yuan y col. [25], estudiaron los comportamientos de corrosión de los aceros con plasticidad inducida por maclaje de alto manganeso Fe-Mn-C-Al-Cr-N (TWIP). Los resultados muestran que el contenido de Cr tiene una influencia en las propiedades mecánicas y el modo de fractura de los aceros TWIP con alto contenido de manganeso. Reportan que la resistencia máxima de las láminas de acero se mejoró con el aumento del contenido de Cr mientras se reducía el alargamiento. Además, con el aumento del contenido de Cr, el modo de fractura cambió del patrón de fractura dúctil (contenido de Cr $\leq 2.35\%$) a la fractura intergranular (cuando el contenido de Cr es 3.95%). También, el contenido de Cr tiene un efecto sobre la resistencia a la corrosión de los aceros TWIP de



alto Mn. El aumento del contenido de Cr mejoró la resistencia a la corrosión de las chapas de acero recocidas al mejorar la proporción de límite de ángulo bajo respecto al ángulo alto.

1.4.6 Efecto del Mo.

La adición de Mo en los aceros TWIP reveló un incremento en la ductilidad en caliente, particularmente en el rango de temperatura intermedia de 800-900°C, donde el valor de reducción de área (RA) puede ser tan alto como 73%. El comportamiento de ductilidad en caliente de aceros TWIP se discute en términos de fortalecimiento de solución sólida, fenómeno de arrastre de soluto, recristalización dinámica y precipitación de límite de grano. En la mayoría de los casos estudiados se detectó la presencia de micro-hoyuelos en la superficie de la falla, por lo que el modo de fractura que reportan es de carácter dúctil [19].

1.4.7 Efecto del Cu y Ni.

Por otro lado, tanto el Cu como el Ni estabilizan la fase FCC en relación a la martensita-ε HCP. Los átomos de Cu también tienden a formar embriones en la austenita FCC, de la misma forma que los átomos de N. El Cu tiende a incrementar la energía de falla de apilamiento (EFA) y retarda la cinética de formación de maclas. La adición de Cu también tiene un efecto sobre el envejecimiento por deformación dinámico de aceros TWIP Fe-Mn-C-Al, lo cual es similar al efecto del N respecto al tipo de curvas esfuerzo-deformación serradas, y al número de bandas tipo Portevin-Le Châtelier. La adición de Cu aumenta el alargamiento total sin pérdida de resistencia. Se ha encontrado que los átomos de Cu y Ni localizados en el plano de falla de apilamiento incrementan la energía de falla de apilamiento intrínseca y disminuyen la energía inestable.

El efecto de Cu en la energía de falla de apilamiento de los aceros TWIP se estudió considerando la variación de la energía de falla de apilamiento del acero TWIP de $22.8 \frac{mJ}{m^2}$ a $26.0 \frac{mJ}{m^2}$ debido a una adición de 2% de Cu. Las adiciones de Cu también retrasan la cinética de la formación de maclas. Un papel benéfico de las adiciones de Cu en el aumento de la elongación total sin pérdida de resistencia fue reportado por Lee y col. [26]. A escala atómica, se encontró que los átomos de Cu y Ni ubicados en el plano de falla de

apilamiento aumentan el SFE. Específicamente, se encontraron los siguientes valores para la tasa de aumento de SFE: $9.9 \frac{mJ}{m^2}$ por átomo-% Cu y $10.0 \frac{mJ}{m^2}$ por átomo-% Ni.

1.5 Energía de falla de apilamiento.

La energía de falla de apilamiento constituye un papel de gran importancia en los aceros TWIP, ya que de su valor dependerán las propiedades en estos aceros. La falla de apilamiento es considerada un defecto planar, ya que son discontinuidades en el orden del apilamiento de los planos compactos. La secuencia de apilamiento normal ABC ABC ABC... de la red cubica centrada en las caras (FCC) sufre una discontinuidad y se vuelve ABCA-CABCA. Si una falla de apilamiento termina dentro de un cristal, sus límites formarían una dislocación parcial la cual puede ser del tipo Shockley o del tipo Frank. La energía de falla de apilamiento (EFA) es la energía de superficie creada por el desacomodo de los átomos ya que son desplazados fuera de su posición de equilibrio [27].

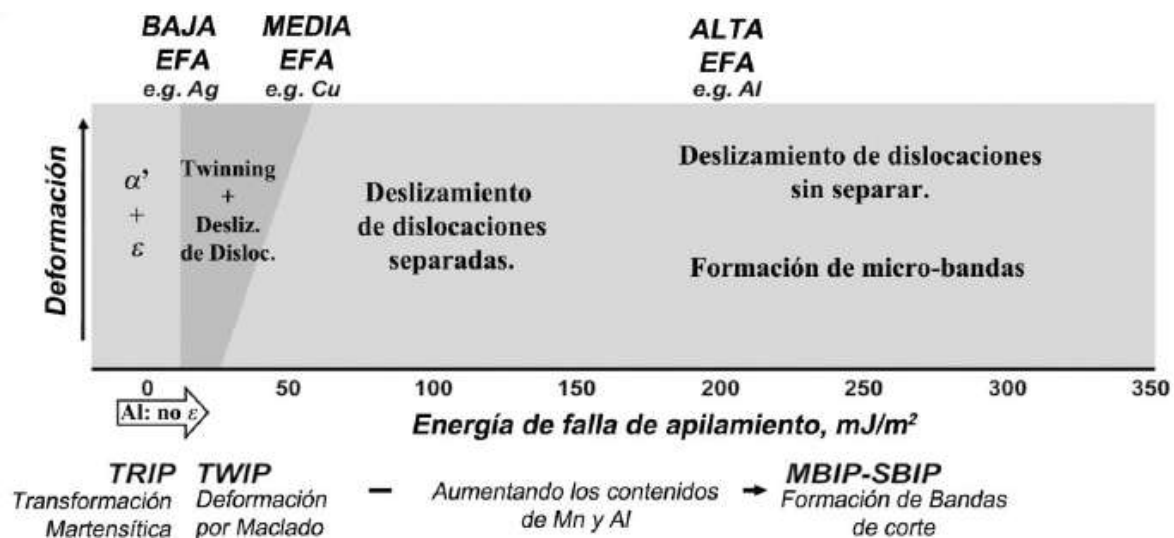


Figura 1.3 Mecanismos de deformación en función de la energía de falla de apilamiento [28].

Durante la última década, se han logrado avances significativos en la comprensión del origen de las maclas y sus mecanismos de crecimiento en materiales de FCC. Se acepta que para materiales FCC de grano burdo ($> 1 \mu m$) la formación de maclas ocurre por dislocaciones parciales de Shockley con vectores de Burgers que se deslizan planos de deslizamiento sucesivos. Christian y Mahajan [29] realizaron una descripción muy detallada de los mecanismos de formación de maclas en metales FCC. Los posibles



mecanismos de maclaje podrían dividirse en dos grupos principales en función del tipo de fuente: (i) prismático o, (ii) deslizamiento. Una característica de las fuentes prismáticas es que la dislocación parcial que genera la macla se forma a partir de dislocaciones con vectores de Burgers que no se encuentran en el plano de la macla. Aunque Cottrell y Bilby [30] fueron los primeros en señalar la posibilidad de formación de maclas de capa única a través de fuentes prismáticas, Venables y Hirth [31] sugirieron la modificación del mecanismo de polos que explicaba el crecimiento continuo de maclas de una falla de apilamiento simple. Los modelos que utilizan fuentes prismáticas y las barreras de dislocación también fueron propuestos por Cohen y col. [32]. Mahajan y col. [33], propusieron la disociación de dos dislocaciones perfectas coplanares en tres dislocaciones parciales de Shockley en dos planos consecutivos y adyacentes que dan como resultado una falla de apilamiento que actúa como un núcleo de dos capas para el maclaje [34].

Se sabe que la energía de falla de apilamiento juega un papel clave en la determinación de los mecanismos de deformación y el comportamiento mecánico en aceros austeníticos de alto Mn. Otros factores como el estado de esfuerzos, la orientación cristalográfica y el tamaño de grano también afectan los mecanismos de deformación activados en el acero TWIP. En general se acepta que en aceros TWIP con una baja energía de falla de apilamiento es decir, con un SFE en el rango de $15\text{--}45 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$, el maclaje por deformación da como resultado un aumento de la tasa de endurecimiento por deformación mediante la creación de límites de maclas que actúan como obstáculos muy efectivos para la dislocación por el efecto Hall-Petch dinámico. Cuando la SFE es menor, es decir, menor que $15 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$, el acero también exhibe una transformación inducida por deformación a la martensita BCC o HCP. Ha habido intentos anteriores de correlacionar el rango de SFE y los mecanismos de deformación específicos en los aceros TWIP. Sin embargo, los resultados no muestran una relación clara porque las variaciones de SFE a menudo se obtuvieron usando diferencias en el procesamiento, la composición de la aleación, la temperatura de prueba y el modelo termodinámico [35]. Un rango intermedio ($15 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2} < \text{SFE} < 45 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$) está asociado con el maclaje mecánico, y un alto nivel ($\text{SFE} > 45 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$) conduce a un deslizamiento de dislocación perfecto y al corte de cizallamiento.



La temperatura juega un papel muy importante para la SFE, ya que a altas temperaturas, se espera un deslizamiento de dislocación perfecto con deslizamiento cruzado frecuente cuando la SFE llega a ser mayor que $45 \frac{mJ}{m^2}$. A temperaturas más bajas se produce nucleación y crecimiento de maclas. A medida que la temperatura se reduce aún más, la formación de martensita reemplaza gradualmente al maclaje por deformación.

1.6 Mecanismos de deformación plástica en aceros TWIP.

En los aceros austeníticos con alto contenido de Mn (TWIP), la martensita se puede formar debido a una transformación inducida por deformación (TRIP), en reacciones de austenita a martensita- ϵ . Además pueden ocurrir dos mecanismos importantes para conseguir la deformación de manera prácticamente homogénea: deslizamiento por dislocaciones en sistemas específicos de deslizamiento y la deformación mecánica por maclado. Ambos mecanismos están muy ligados con la energía en las fallas de apilamiento (EFA) de la austenita [36]. En el caso de los aceros TWIP los porcentajes de Mn y C, contribuyen para que el maclado sea el mecanismo de deformación predominante, en lugar del deslizamiento de dislocaciones y deformación por transformación martensítica.

1.6.1. Endurecimiento por maclado.

Las maclas son el resultado del desplazamiento atómico que se produce cuando se aplica una fuerza mecánica (maclas mecánicas o de deformación plástica), y también durante procesos de recocido (maclas de recocido). Las maclas ocurren en un plano cristalográfico definido y en una dirección específica, ambas dependen de la estructura cristalina. El límite de macla corresponde a un defecto planar asociado a un plano que actúa como plano de simetría. En este caso, se conserva la ordenación de la red a los lados definidos por este plano de simetría, denominado plano de macla, y solamente cambia la orientación cristalina a ambos lados del límite de macla (**Figura 1.4**). Los límites de maclas interfieren con el proceso de deslizamiento incrementando la resistencia del material. Un material maclado, puede ser en general, deformado con mayor facilidad que uno libre de maclas. Las maclas son de gran importancia en fenómenos de recrystalización, ya que las interacciones de las maclas son posiciones preferidas para la nucleación de nuevos granos durante el recocido.

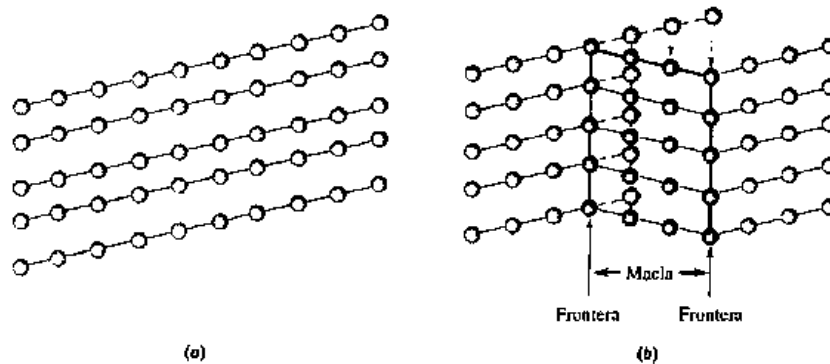


Figura 1.4 Aplicación de un esfuerzo a un cristal perfecto que causa en a) un deslizamiento de los átomos y/o b) la formación de una macla [36].

1.7 Estado del arte.

1.7.1 Solidificación en aceros TWIP.

Aunque se han encontrado muchas dificultades en los procesos de fundición, laminación y revestimiento, se desarrolló la tecnología de fundición para los aceros TWIP Fe-Mn-Si-Al en algunos laboratorios y plantas. Es bien sabido que el proceso de moldeo tiene una importancia significativa en las propiedades mecánicas del producto de acero debido a la herencia de la microestructura de solidificación, la porosidad de contracción y la segregación [37].

El problema básico de comprender y controlar microestructuras durante la solidificación continúa presentando numerosos desafíos científicos y tecnológicos. Durante los últimos 40 años, esta ciencia avanzó considerablemente a través de estudios de segregación, estabilidad morfológica y microestructural, y, más recientemente, a través de rápidos desarrollos en computación experimental y simulación, herramientas que han producido una gran cantidad de información nueva y conocimientos cuantitativos en microestructuras dendríticas y de dos fases en una gran variedad de aleaciones [38].

Lan y col. [37] desarrollaron un modelo de elemento finito autómatas celular en 3D con acoplamiento completo de calor, flujo y transferencia de solutos que incorpora la nucleación y el crecimiento del grano de solidificación para un sistema multicomponente. Las estructuras de solidificación que reportan se pueden ilustrar en la **Figura 1.5** son las típicas estructuras de solidificación en lingotes.

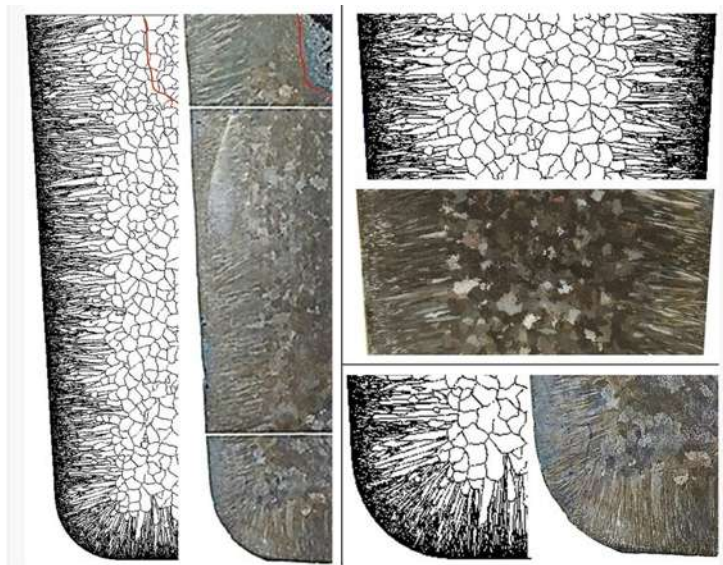


Figura 1.5 Resultados de simulación (izquierda) y experimental (derecha) en diferentes ubicaciones [37].

Los resultados de esta investigación indican que las diferencias microestructurales están relacionadas con la transferencia de calor, por lo que el gradiente de temperatura en el líquido disminuye obviamente. Está claro que el flujo del metal líquido inducido por la convección térmica da como resultado una distribución de temperatura uniforme en la parte central del lingote. Sin embargo, cuando se agrega la transferencia de masa, el gradiente de temperatura predicho aumenta nuevamente. Se cree que el sobre-enfriamiento constitucional es más propenso a producirse con un gradiente de baja temperatura. Esa es la razón principal de la diferencia de microestructura por diferentes algoritmos.

Además, la velocidad de crecimiento de la dendrita es otro factor que afecta la evolución de la morfología del grano durante la solidificación. La dendrita columnar más larga generalmente resulta de una mayor velocidad de crecimiento. La variación de la velocidad de crecimiento de la dendrita está función del grado de subenfriamiento, por lo tanto la dendrita crece más lentamente en el acero con una mayor concentración de aleación, lo que lleva a una longitud de la dendrita columnar más corta.

Yang y col. [39], para ayudar al desarrollo de la tecnología de colada continua de los aceros Fe-Mn-Al-C, investigaron las estructuras de solidificación y las propiedades térmicas de los lingotes de acero Fe-Mn-Al-C con diferentes contenidos de manganeso. Los resultados obtenidos indican que al aumentar el contenido de manganeso en el acero, el

área de la zona de grano equiaxial disminuye con la expansión del área de la zona columnar. La proporción de área de la zona de grano equiaxial es 0.23 en el acero de 17Mn, mientras que se incrementa a 0.58 en el acero de 8Mn y 0.68 en el acero de 0Mn. Por lo tanto, se confirma que el aumento del contenido de manganeso promueve una estructura de solidificación columnar en el acero. La **Figura 1.6** muestra que los granos en los aceros se vuelven gruesos con el aumento del contenido de manganeso.

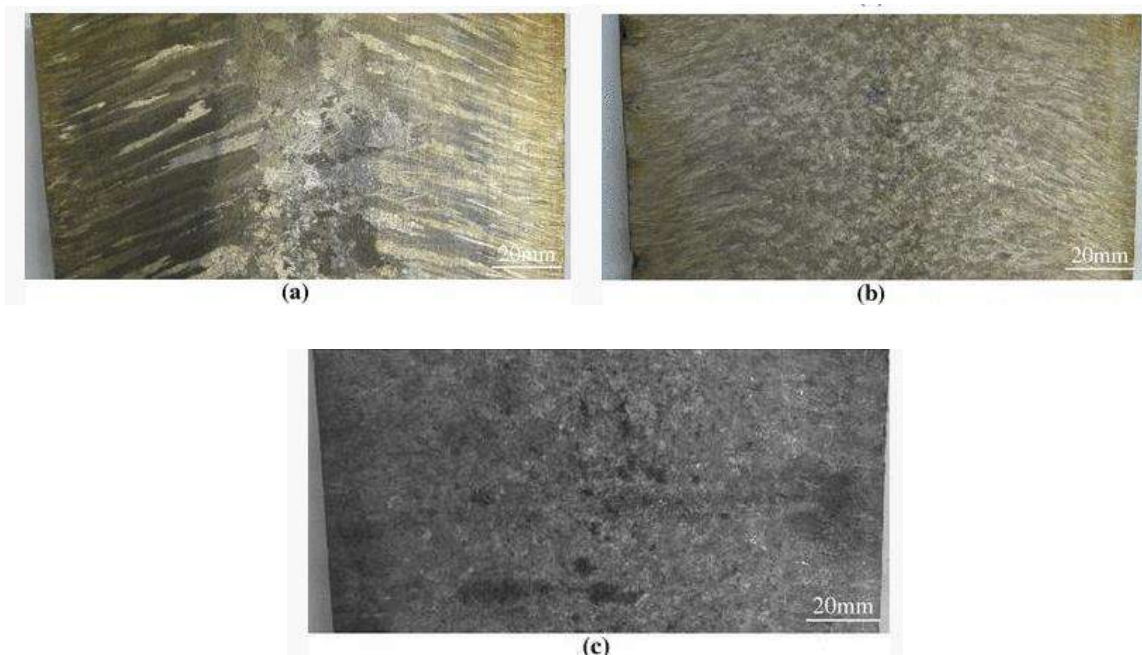


Figura 1.6 Macroestructuras de los aceros TWIP: (a) 17Mn, (b) 8Mn, and (c) 0Mn [39].

La variación de las proporciones de las zonas de grano equiaxial de los aceros se ve afectada principalmente por la conductividad térmica, que disminuye con el aumento del contenido de manganeso, como se muestra en la **Figura 1.7**. La conductividad térmica del acero 17Mn es ligeramente menor que la de 8Mn, en ambos aceros esta propiedad es mucho menor en el de 0Mn. La baja conductividad térmica del acero causa tres problemas sobresalientes. El gradiente de temperatura de la capa solidificada primaria es grande, lo que promueve el crecimiento de granos columnares.

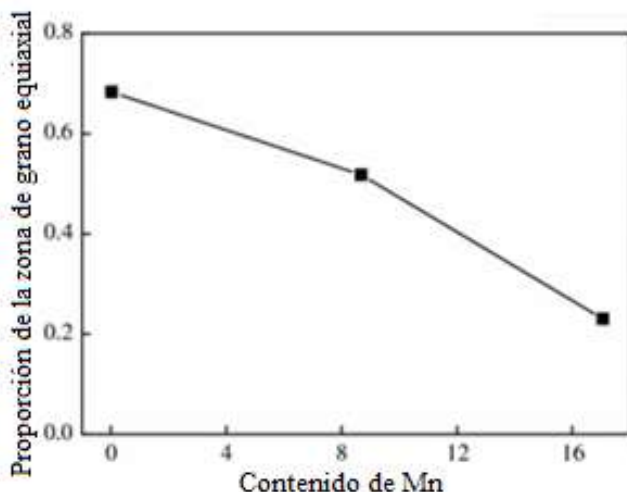


Figura 1.7 Efecto del contenido de Mn en la proporción de la zona de grano equiaxial [39].

Un alto gradiente de temperatura causa altos esfuerzos térmicos, lo que conduce fácilmente a la aparición de grietas en la superficie. Además, la velocidad de solidificación del acero fundido es lenta; Por lo tanto, la proporción de área de la zona de grano equiaxial disminuye con el aumento del contenido de manganeso en el acero.

1.7.2 Efecto del Cr/Mo sobre la deformación por tracción en aceros TWIP.

Liu y col. [6] investigaron los efectos de la adición de Cr / Mo sobre el comportamiento de deformación por tracción del acero de plasticidad inducido por el maclaje Fe-Mn-C. Los resultados mostraron que la adición Cr / Mo aumenta tanto la resistencia como la ductilidad de manera significativa y concurrente tal como se ilustra en la **Figura 1.8**. En comparación con la saturación prematura de las maclas de deformación en el acero libre de Cr / Mo, se produce un comportamiento de uniformidad único en el acero aleado con Cr / Mo, es decir, formación retardada pero más persistente de maclas más finas. Este comportamiento de maclaje único da lugar a una alta tasa de endurecimiento por deformación, lo que retrasa la inestabilidad plástica y aumenta simultáneamente la resistencia y la ductilidad.

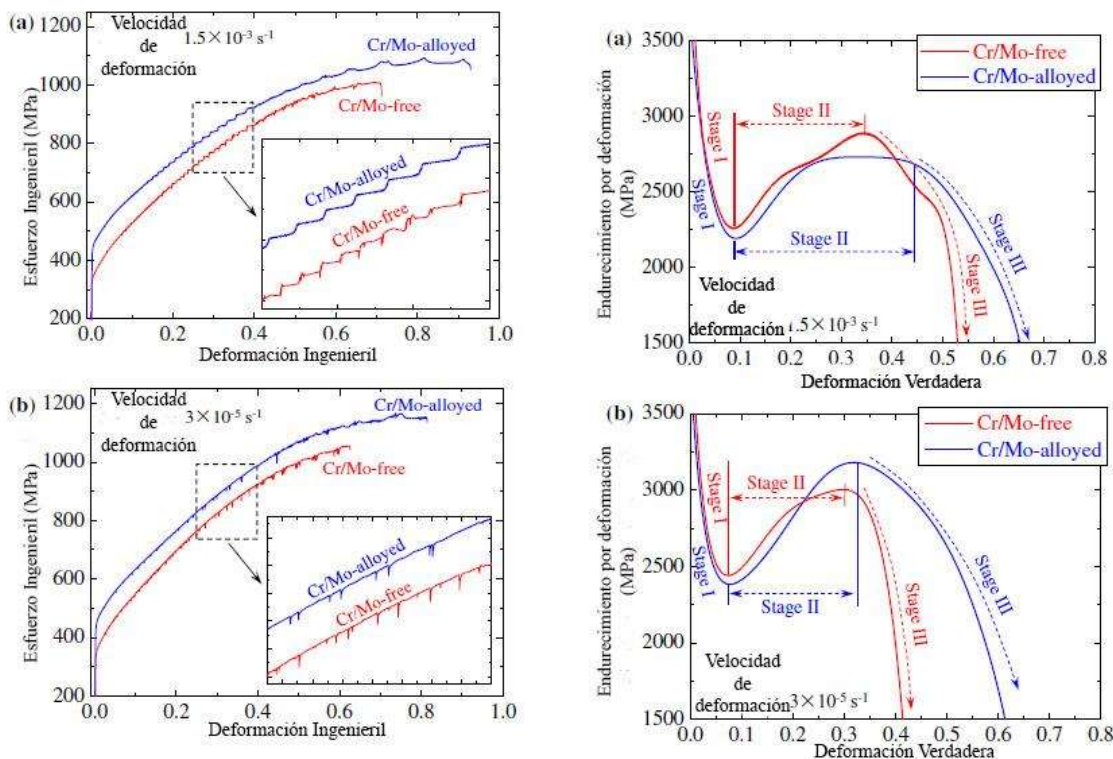


Figura 1.8 Lado izquierdo: curvas de tensión y deformación de ingeniería de los aceros aleados y libres de Cr / Mo a velocidades de deformación de (a) $1.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y (b) $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Lado derecho: curvas de velocidad de endurecimiento por tracción de los aceros aleados y libres de Cr / Mo a velocidades de deformación de (a) $1.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y (b) $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ [6].

1.7.3 Efecto del Mn sobre la tenacidad en aceros TWIP.

El estudio de Sohn y col. [40] sobre los efectos de Mn y sobre los contenidos de la tenacidad al impacto Charpy en cuatro aceros austeníticos con alto contenido de manganeso, muestra que la formación de martensitas ϵ y α en aceros 19Mn y 22Mn deterioró la resistencia al impacto.

Lee y col. [41] informaron los efectos del contenido de Mn en la tenacidad del ensayo Charpy en aceros Fe-Mn-Al-C. El acero 22Mn poseía la tenacidad más alta debido a su energía de falla de apilamiento (SFE) situada en el régimen TWIP. Estos resultados indican que la tenacidad se puede mejorar aumentando el SFE [40].

Curtze y col. [42] investigaron los efectos de la velocidad de deformación en los mecanismos de deformación de los aceros TWIP y reportaron que los aceros TWIP que



tienen el SFE más baja mostraron el mayor aumento en la velocidad de endurecimiento a altas velocidades de deformación.

En general, se acepta que el refinamiento de maclas puede mejorar efectivamente la resistencia al impacto de la tenacidad para la mayoría de los aceros estructurales con estructuras FCC [43].

1.7.4 Resistencia a la corrosión en aceros TWIP.

Hasta ahora, hay muchos estudios realizados sobre las microestructuras y las propiedades mecánicas de los aceros con alto contenido de manganeso. Sin embargo, casi no se ha informado de ninguna investigación sobre el efecto de la distribución de las características del límite del grano sobre la resistencia a la corrosión. Yuan y col. [25], estudiaron el efecto del cromo en un acero de plasticidad inducida por maclaje donde, variaron el contenido de cromo (1.35% en peso – 3.95% en peso) en un acero TWIP para determinar los comportamientos de corrosión.

Las curvas de polarización típicas de muestras con diferentes contenidos de cromo (1.13-3.95% en peso) en solución de cloruro de sodio al 3.5% a 25°C. Se observó que con el aumento del contenido de cromo del 1.13% al 3.95%, el potencial de corrosión se desplazó al lado positivo y la corriente de corrosión se redujo de 6.76×10^{-5} a $8.51 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$. Esto significa que el mayor contenido de cromo en la matriz aporta un beneficio sobre la resistencia a la corrosión del acero TWIP.

La distribución de desorientación de los granos en aceros TWIP de alto manganeso obtenidos del análisis EBSD ilustra que, el porcentaje de límite de ángulo bajo en los aceros aumentó con el contenido de Cr en la matriz. La mejora del límite de ángulo bajo conduce a un incremento de la resistencia a la corrosión debido a que asocia menos energía de desajuste. Por lo tanto, la resistencia a la corrosión puede mejorarse al aumentar el contenido de Cr en los aceros TWIP de alto manganeso Fe-Mn-C-Al-Cr-N [25].

Dieudonné y col. [44], usaron pruebas de polarización para evaluar el efecto de los elementos de aleación sobre la cinética de la corrosión. La composición química de las aleaciones utilizadas se muestra en la **Tabla 1.1**.



Tabla 1.1 Composición química de los aceros TWIP estudiados [44].

Grado	Fe	C	Mn	Si	V	Cu	P	Al
REF	Base	0.6	18.1	0.2	0.2	-	0.032	-
Cu	-	0.6	17.9	0.2	0.2	1.7	0.031	-
Al-low P	-	0.6	17.1	0.2	0.2	-	0.005	1.5
Al	-	0.6	16.9	0.2	0.2	-	0.037	1.5

El estudio de la cinética de la corrosión concluye que el Cu no tiene influencia en la velocidad de corrosión de estos aceros austeníticos Fe-Mn-C. Sin embargo, el enriquecimiento de la capa de óxido en cobre metálico promueve la recombinación del hidrógeno y consecuentemente disminuye la absorción del mismo.

Por otro lado, el Al también tiene un efecto sobre la absorción de H en por estos aceros, pero de una manera diferente. La formación de una capa de óxido enriquecida en Al durante la corrosión aumenta la capacidad de pasivación de la aleación y permite ralentizar la velocidad de corrosión promedio. Este efecto benéfico del Al sobre la cinética de la corrosión explica la caída de la absorción de H durante el proceso de corrosión.

Sin embargo, la presencia de P limita el efecto benéfico del Al, en particular a un pH de 1. La presencia de P aumenta la velocidad de corrosión de las aleaciones enriquecidas con Al. Este aumento en la cinética de corrosión también promueve la absorción de H en estos aceros.

Este estudio permitió la caracterización de los mecanismos asociados con la influencia del Cu, Al y P en el comportamiento a la corrosión y la absorción de H relacionada de los aceros austeníticos Fe-Mn-C. Estos resultados sugieren que la adición de elementos menores como Al y Cu puede usarse para mejorar la resistencia de estos aceros avanzados de alta resistencia [44].

Park y col. [45], estudiaron el tipo y el tamaño de las inclusiones y su comportamiento a la corrosión por picadura en diferentes aceros avanzados de alta resistencia: doble fase (DP), plasticidad inducida por transformación (TRIP) y aceros de



plasticidad inducida por maclaje (TWIP). La composición química se muestra en la **Tabla 1.2**.

Tabla 1.2 Composición química de los aceros DP, TRIP y TWIP [45].

Acero	Mn	C	Al	Si	N	O	P	S	Fe
DP	2.07	0.06	-	0.04	0.004	0.002	0.011	0.010	Bal.
TRIP	1.52	0.20	1.08	0.28	0.009	0.002	0.008	0.006	Bal.
TWIP	17.65	0.62	-	0.04	0.012	0.004	0.012	0.006	Bal.

De los tres aceros, el acero DP mostró el valor de potencial de corrosión más bajo de -706 mV. El acero DP exhibió el valor más alto de I_{corr} de $41 \mu A / cm^2$ y el acero TRIP el valor más bajo de I_{corr} de $22 \mu A / cm^2$, lo que muestra un buen acuerdo con las velocidades de corrosión medidas por pruebas de inmersión. Según los estudios previos, los valores de I_{corr} de los aceros DP, TRIP y TWIP son $42 \mu A / cm^2$, $20 \mu A / cm^2$ y $23 \mu A / cm^2$, respectivamente, que muestra concordancia con el resultado presente. La razón por la cual el acero DP exhibe el mayor valor de I_{corr} es muy probablemente debido a la mayor densidad de inclusiones con diámetros superiores a $1 \mu m$. Estos resultados indican que tanto la velocidad de corrosión como el valor de I_{corr} de los aceros dependen de la densidad de las inclusiones con diámetros superiores a $1 \mu m$, Jeon et al. [45], también informaron que la resistencia a la corrosión por picadura en un acero inoxidable dúplex se redujo al aumentar la densidad de las inclusiones con diámetros superiores a $1 \mu m$.

CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En la **Figura 2.1** se presenta el diagrama de flujo del desarrollo experimental que se llevó a cabo en el presente trabajo de investigación:

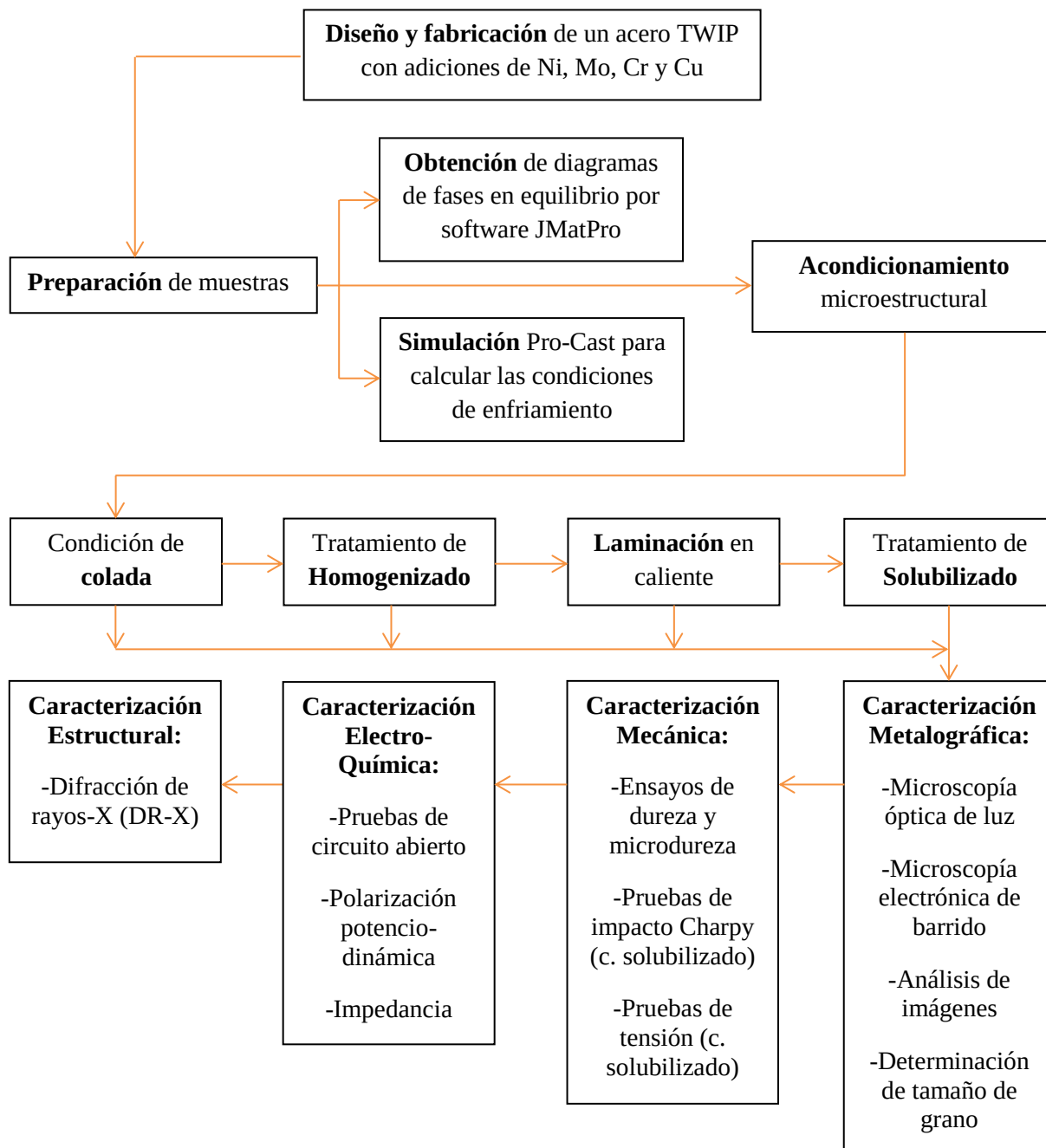


Figura 2.1. Diagrama de flujo para el desarrollo experimental de un acero TWIP con adiciones de Ni, Mo, Cr, Cu.



2.1 Materiales y composición química.

El diseño de la aleación fue establecido para un acero Fe-Mn-Si-Al-C TWIP con adiciones de Ni, Cr, Cu y Mo y se fabricó en un horno de inducción convencional de 25 kg. El cálculo de carga fue ajustado para 15712 g. Su composición química se muestra en la **Tabla 2.1**.

Tabla 2.1. Composición química del acero TWIP con adiciones de Ni, Mo, Cr y Cu (% en peso).

Mn	Si	Al	Cr	Ni	Mo	Cu	C	Fe
20%	1.5%	1.0%	2.0%	2.0%	1.0%	1.0%	0.6%	70.9%

2.2 Predicciones JMatPro.

JMatPro es un software de simulación que calcula una amplia gama de propiedades de materiales para aleaciones y está especialmente dirigido a aleaciones multicomponentes utilizadas en la práctica industrial y de investigación científica. JMatPro se utilizó para obtener:

1. Equilibrio de fases estables y meta-estables
2. Propiedades físicas y termo-físicas
3. Transformaciones de fase
4. Energía de falla de apilamiento
5. Corrosión por picaduras

2.3 Predicciones Pro-Cast.

ProCAST es una herramienta avanzada, cuya creación es el resultado de más de 20 años de colaboración con los principales socios industriales y las instituciones académicas más importantes de todo el mundo. QuikCAST se centra en las bases de cualquier proceso de fundición: el llenado, la solidificación y la predicción de la porosidad. ProCAST se basa en la tecnología de elementos finitos y es capaz de predecir la deformación y los esfuerzos residuales tras la solidificación, se puede utilizar para procesos más específicos como



modelados semisólidos, soplado de machos “core blowing”, fundición centrífuga, fundición a la espuma perdida y colada continua.

Este software contiene distintos módulos los cuales son: MeshCAST (generador de malla), PreCAST (pre-procesador en conjunto con la base de datos), DataCAST/ProCAST (código de solución o solucionador) y VisualCAST (visor de resultados). También cuenta con un módulo para la predicción de la microestructura de colada o incluso posterior a algún tratamiento térmico.

Primeramente se realizó la geometría de la pieza de colada, se hizo en un programa de dibujo asistido por computadora, en este caso SolidWorks versión 2017, el cual se incluye en el módulo MeshCAST y de esta manera poder generar una malla MEF. Posteriormente se introdujeron las propiedades del acero TWIP con adiciones de Ni, Mo, Cr y Cu, así como sus datos termodinámicos, esta información se obtuvo con el apoyo de otro programa, en este proyecto se usó JMatPro versión 9.1.2, así se procedió a realizar el cálculo en el módulo PreCAST. A continuación se utilizó un condicionador de datos (DataCAST) para poder finalmente correr la simulación en VisualCAST.

2.4 Fabricación del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

Se llevó a cabo la fabricación de un acero TWIP con adiciones de Ni, Mo, Cr y Cu en el Instituto de Investigaciones en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo en un horno de inducción convencional donde se realizó la fusión y colada del material en una pieza de forma escalonada en molde de arena como se ilustra en la **Figura 2.2** y dimensiones de base: 310 mm, altura: 55 mm disminuyendo 10 mm por escalón y un ancho de 154 mm.

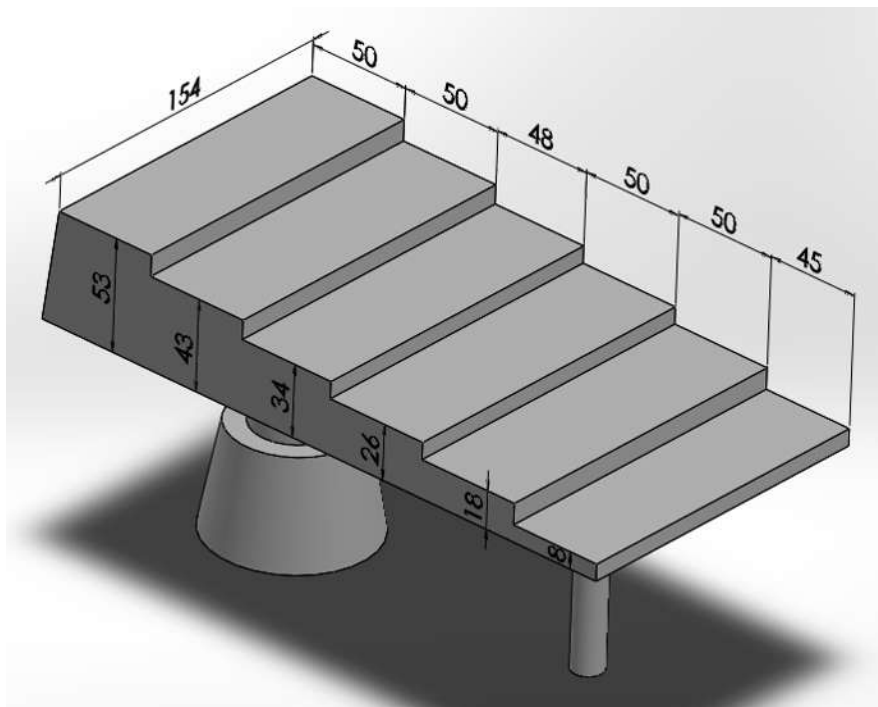


Figura 2.2. Diseño de la pieza de colada con diferentes velocidades de colada.

2.5 Acondicionamiento microestructural.

2.5.1 Tratamiento térmico de homogenizado.

El tratamiento térmico de homogenizado (**Figura 2.3**) consistió en elevar a alta temperatura (1200°C) las piezas cortadas del escalón de mayor espesor de dimensiones 10 x 10 x 10 mm en condición de colada ya que es donde se presentan las peores propiedades del acero TWIP adicionado con Ni, Mo, Cr y Cu. Se espera estructura dendrítica y un alto grado de segregación, por lo que es necesario dar un tiempo suficiente de permanencia para igualar las diferencias de composición química generadas por la solidificación heterogénea. Debido a las altas temperaturas y el prolongado tiempo de permanencia, se espera un crecimiento de grano, el cual disminuye la resistencia mecánica del material. El horno que se utilizó es tipo mufla RHF 1500 Carbolite, y previo al tratamiento térmico fue necesario diseñar el ciclo térmico apropiado en función de las propiedades específicas del material en cuestión. Para ello mediante una revisión bibliográfica extensa y una serie de experimentos se determinaron los siguientes parámetros: velocidad de calentamiento, tiempo de permanencia y el medio de enfriamiento.

Las etapas del proceso llevado a cabo se desglosan a continuación:

1. **Velocidad de calentamiento.** 350°C/h hasta llegar a una temperatura de permanencia de 1200°C.
2. **Tiempo de permanencia.** Se determinó experimentalmente con 4 diferentes tiempos de permanencia, a) 1 h/pulg., b) 2 h/pulg, c) 3 h/pulg y d) 4 h/pulg.
3. **Enfriamiento.** Se realizó enfriamiento utilizando agua con hielos.

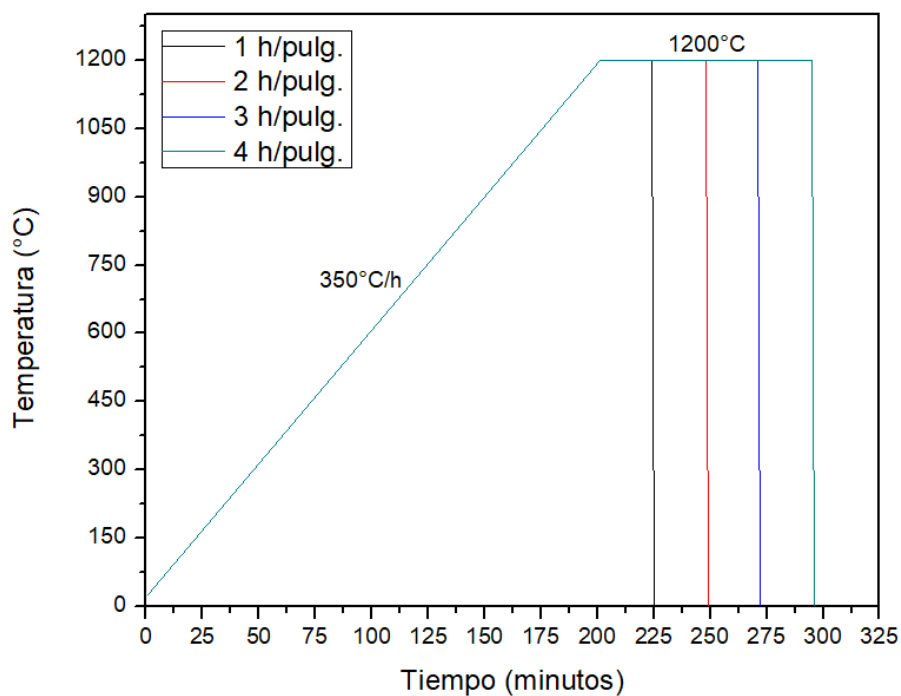


Figura 2.3 Ciclo térmico de homogenizado con 4 tiempos de permanencia.

2.5.2 Tratamiento termo-mecánico (laminación en caliente).

El tratamiento termo-mecánico (ver **Figura 2.4**), combina deformación plástica y tratamientos térmicos previamente establecidos para mejorar la microestructura del material y de esta manera las propiedades no obtenidas por tratamientos térmicos independientes. Este tratamiento se propone alcanzar resistencias elevadas y una mejora en la ductilidad y tenacidad [46].

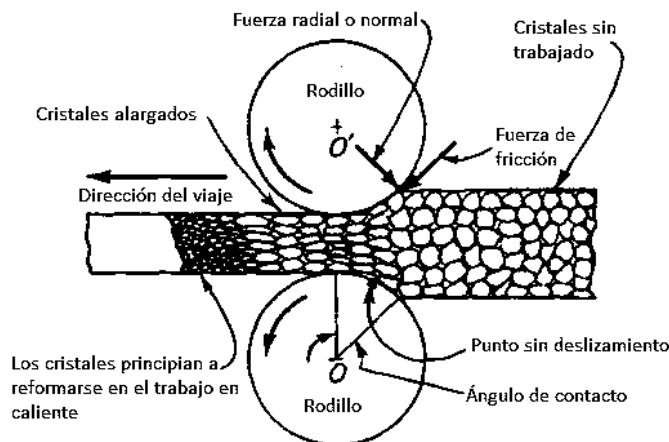


Figura 2.4 Proceso termo-mecánico de laminación en caliente [46].

En el diagrama de flujo de la **Figura 2.5** se muestran las diferentes etapas realizadas en la etapa de laminación en caliente.

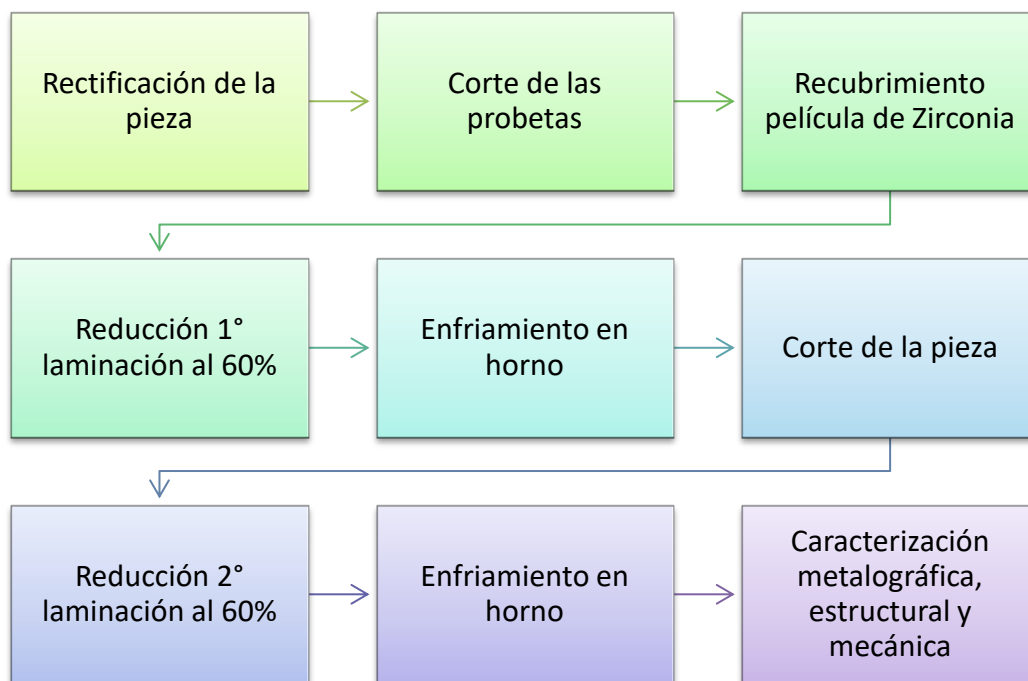


Figura 2.5 Diagrama de flujo del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

Se realizó un tratamiento de laminación en caliente (**Figura 2.6**) en un laminador reversible T.J. Pigott-Engineers modelo 6559102 como parte del acondicionamiento

estructural del acero y como medida correctiva del tamaño de grano burdo posterior al tratamiento térmico de homogenizado. Mediante la deformación plástica se producen defectos en la red cristalina, estos defectos asocian mucha energía lo que activa la recrystalización dinámica en los límites de grano, asegurando así una mejora en la resistencia mecánica con un tamaño de grano pequeño lo cual promueve la reducción de área y mejora las propiedades del acero.

Las etapas del proceso llevado a cabo se desglosan a continuación:

1. **Velocidad de calentamiento.** 450°C/h hasta llegar a una temperatura de permanencia de 1200°C .
2. **Tiempo de permanencia.** Se determinó experimentalmente mediante el tratamiento térmico de homogenizado el tiempo de permanencia de 2 h/pulg. para el acero TWIP con adición de Cr-Mo-Cu-Ni. Para el segundo ciclo se usó 1 h/pulg.
3. **Deformación plástica.** Se llevó a cabo una reducción de área del 120% en dos etapas, deformando 60% en cada una de ellas.
4. **Enfriamiento.** Se realizó enfriamiento dentro del horno.

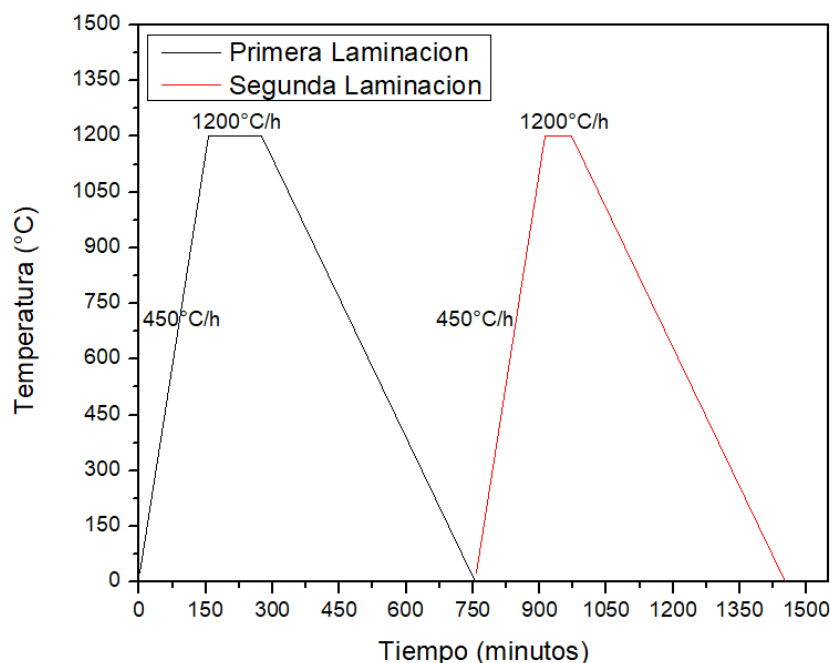


Figura 2.6 Ciclo termo-mecánico de laminación en caliente.

2.5.2.1 Cálculo de reducción de área.

Para obtener las dimensiones finales de:

- 1 cm de espesor
- 5 cm de ancho (el cual permanecerá constante)
- 10 cm de largo
- 50 cm^3 de volumen (constante)

Mediante la fórmula de reducción de área:

$$\%R.A = \frac{A_0 - A_f}{A_0} * 100 \quad (1)$$

Obtenemos:

Dimensiones de partida **Figura 2.7**.

Área de un trapecio

$$A = \frac{(B)+(b)}{2} * a \quad (2)$$

$$A = \frac{(4.5)+(5.5)}{2} * 5.5 = 27.5 \text{ cm}^2 = 2,750 \text{ mm}^2$$

$$V = (27.5 \text{ cm}^2) (5 \text{ cm}) = 137.5 \text{ cm}^3 = 137,500 \text{ mm}^3$$

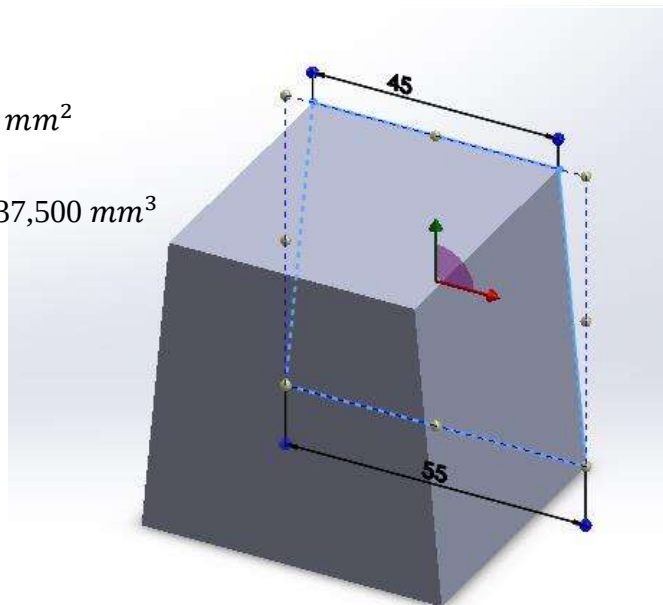


Figura 2.7 Dimensiones de partida para la primera laminación.

-Primera laminación.

$$L = V / (b * h) \quad (3)$$

$$L = \frac{137,500}{(50)(20)} = 137.5 \text{ mm}$$

$$\%R.A = \frac{2750 \text{ mm}^2 - 1000 \text{ mm}^2}{2750 \text{ mm}^2} * 100$$

$$\%R.A = 63.6\%$$

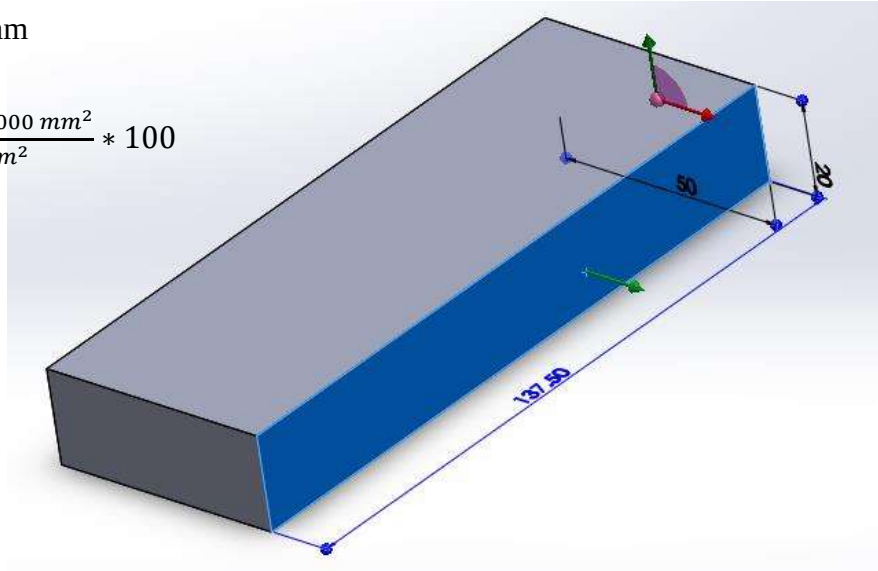


Figura 2.8 Dimensiones después de la primera laminación.

Nota: Se realizó un corte a la mitad del lingote para facilitar su laminación como se ilustra en la **Figura 2.9**:

Base: 50 mm

Altura: 20 mm

Longitud: 65 mm

Volumen: $65,000 \text{ mm}^3$

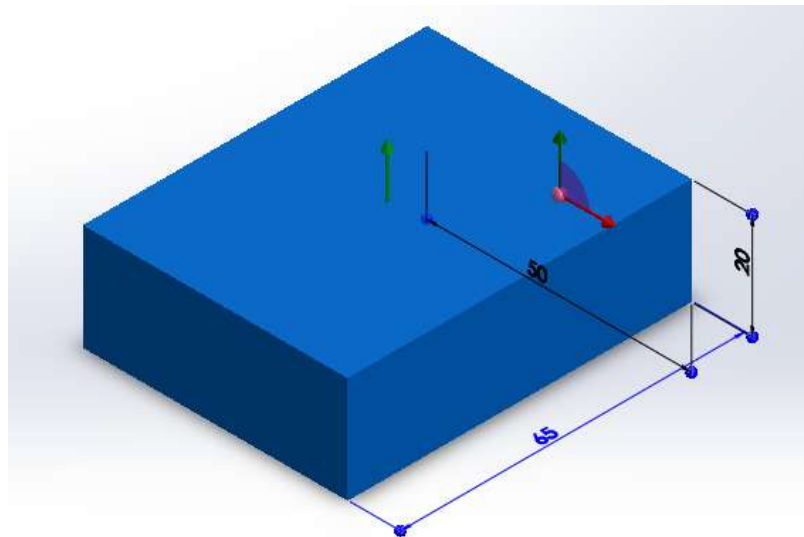


Figura 2.9 Dimensiones después de la primera laminación y del corte.

-Segunda laminación.

$$L = V / (b * h) \quad (4)$$

$$L = \frac{65,000}{(50)(10)} = 130 \text{ mm}$$

$$\%R.A = \frac{1000 \text{ mm}^2 - 500 \text{ mm}^2}{1000 \text{ mm}^2} * 100$$

$$\%R.A = 50\%$$

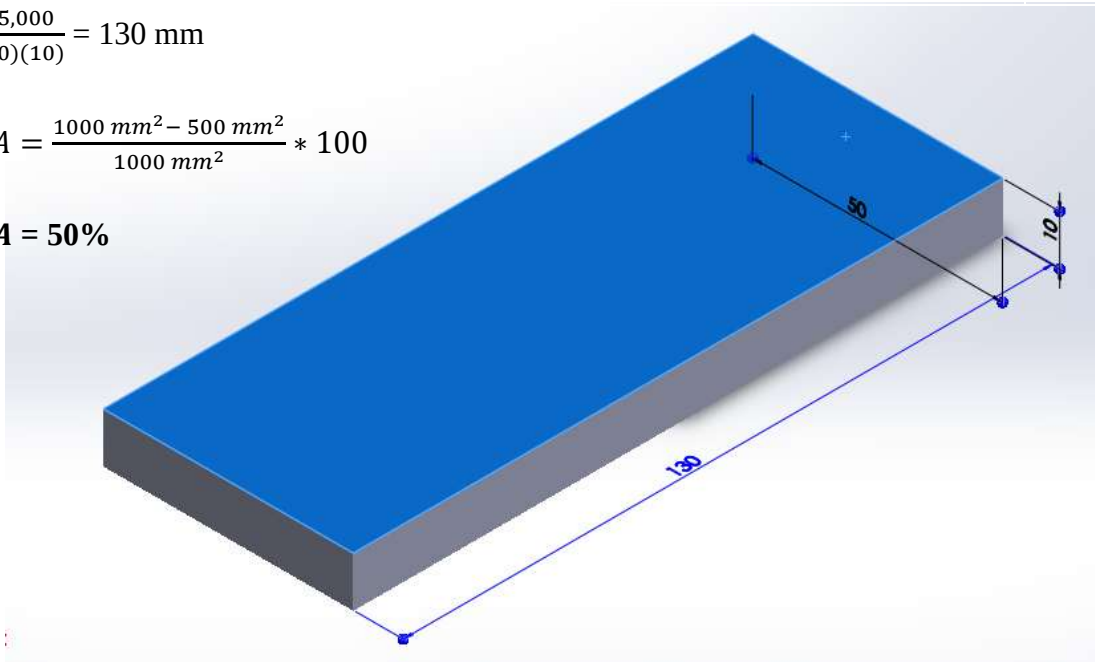


Figura 2.10 Dimensiones después de la segunda laminación.

Tabla 2.2 Parámetros del ciclo termo-mecánico de laminación en caliente.

Primera laminación	
Velocidad de calentamiento	(1200°C-25°C)/450°C = 2.6 h.
Permanencia	2 hrs/plg = 2 hr * 2 plg = 4 h.
Tiempo Total	6.6 h.
Segunda laminación	
Velocidad de calentamiento	(1200°C-25°C)/450°C = 2.6 h.
Permanencia	1 hrs/plg = 1 hr * 1 plg = 1 h.
Tiempo Total	3.6 h.

2.5.3 Tratamiento térmico de solubilizado.

Se utilizó un horno de tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE donde se sometieron las piezas posterior a la laminación en caliente de 10 mm de espesor para asegurar una solución sólida a partir de las piezas laminadas con componentes endurecedores disueltos

en la matriz y mediante una alta temperatura, tiempo de permanencia constante y con un enfriamiento rápido se logró retener los elementos solutos en la matriz. El enfriamiento rápido evita que los elementos precipiten en los límites de grano, debilitando la estructura.

Etapas del ciclo térmico de solubilizado para acero TWIP (**Figura 2.11**):

1. **Velocidad de calentamiento:** La velocidad de calentamiento programada será de $450\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ hasta alcanzar una temperatura de $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$.
2. **Tiempo de permanencia:** A la temperatura de 1200°C , el tiempo de permanencia fue de 1 h/pulg. de espesor.
3. **Enfriamiento:** Se realizó en una tina de agua con hielos tomando en cuenta la capacidad de extracción de calor necesaria.

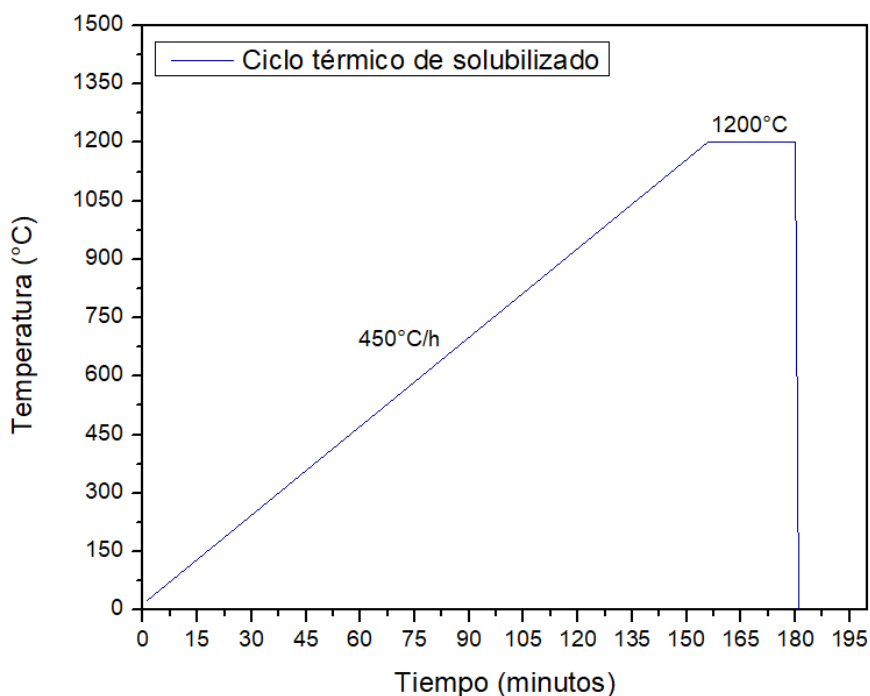


Figura 2.11 Tratamiento térmico de solubilizado.

2.6 Caracterización metalográfica.

Se utilizó el método normalizado de preparación de muestras metalográficas que se encuentra en la norma ASTM E3 [47]. La secuencia de preparación de muestras metalográficas se ilustra en la **Figura 2.12**.

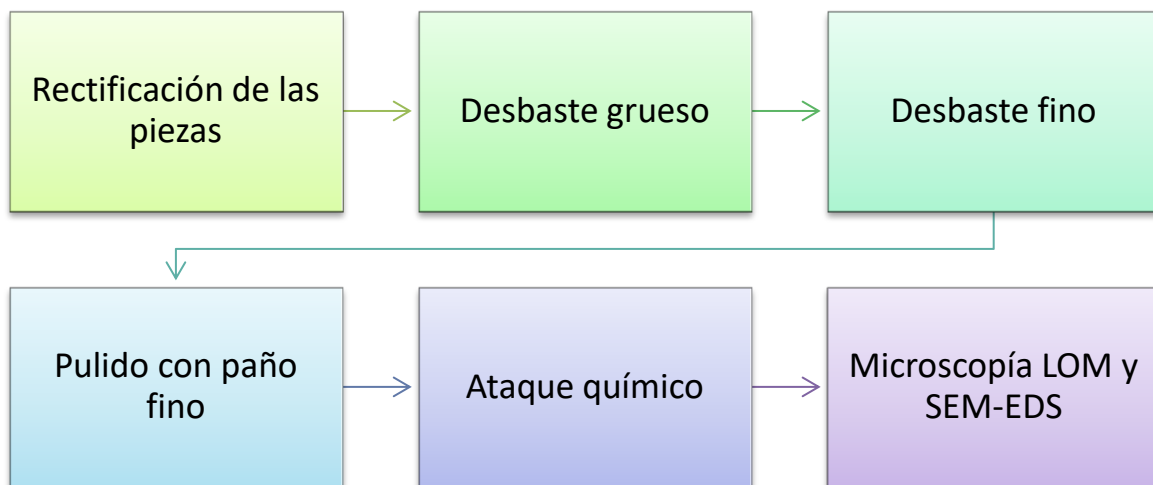


Figura 2.12 Secuencia de la preparación metalográfica.

2.6.1 Preparación de muestras.

Para la condición de colada, debido a la alta resistencia que presentó este material, se realizaron los cortes con discos de alúmina y SiC. Las probetas tuvieron dimensiones 10 x 10 x 10 mm por cada escalón de la pieza, obteniendo un total de 6 probetas para analizar las velocidades de enfriamiento y con ello su estructura y grado de segregación.

Para realizar el acondicionamiento estructural, el cual implica tratamiento térmico de homogenizado, tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente y tratamiento térmico de solubilizado, se obtuvieron 2 piezas de la sección más grande de la pieza escalonada, con las siguientes dimensiones: base 55 mm, altura 55 mm y longitud 30 mm.

Se hicieron las respectivas caracterizaciones metalográficas, estructurales, mecánicas y electroquímicas en cada una de las etapas de acondicionamiento del material. En todas las etapas se cortaron y rectificaron piezas de 10 x 10 x 10 mm. Posterior, se hizo un desbaste grueso con lijas de SiC con el siguiente rango de granulometría: 80-320 con papeles abrasivos con agua. El desbaste fino se llevó a cabo con papeles abrasivos que van de 400 a 2000 de granulometría. A continuación se llevó a cabo el pulido con paño fino con pasta de diamante de 9 a 0.1 micras junto con un paño especial para cada una colocados en



el equipo de pulido Spectrum System 1000 Leco. Se atacó la pieza con nital al 5% probando distintos tiempos de inmersión los cuales fueron desde los 30 segundos hasta 2 minutos.

2.6.2 Microscopia óptica (LOM).

Las muestras pulidas y atacadas fueron analizadas por microscopio óptico de luz Nikon EPIPHOT 300. Esta técnica fue empleada para observar de cerca cada muestra con la magnificación de un lente con la luz visible y observar la microestructura del material, estudiar su morfología, tamaño y distribución, distinguir los límites de grano, segundas fases, etc. Con esta información e imágenes fue posible cuantificar el tamaño de grano austenítico.

2.6.3 Microscopia electrónica de barrido.

El Microscopio electrónico de barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy), utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra.

Las muestras fueron analizadas en el microscopio electrónico de barrido marca Jeol modelo JMS-6400 donde se utilizaron las siguientes técnicas:

- Análisis morfológico superficial mediante imagen de electrones secundarios (SE) y análisis de composición y topografía mediante imagen de electrones retrodispersados (BSE).
- Análisis elemental por EDS.
- Determinación de tamaño de partícula.
- Comparación morfológica y de composición química entre un acero TWIP referencia y el acero TWIP modificado.

2.6.4 Réplicas de carbono.

La metalografía de réplicas es un método de evaluación no destructivo basado en la observación de la microestructura del componente. Dicha observación se realizó a través

de una reproducción negativa de la superficie pulida metalográficamente y posteriormente atacada. Esta reproducción se obtuvo mediante una película plástica, llamada réplica, la cual copió el relieve de la superficie. El procedimiento para la obtención de muestras incluyó varias etapas: preparación de la superficie “in situ”, ataque para revelar la microestructura, observación mediante microscopio electrónico de barrido y obtención de la réplica. La **Figura 2.13** muestra la secuencia de obtención de la réplica: 1) superficie pulida y atacada, 2) aplicación de la película plástica y 3) réplica que constituye el negativo de la superficie. Si el ensayo es realizado adecuadamente se pueden resolver detalles del orden de 0.1 μm [48].

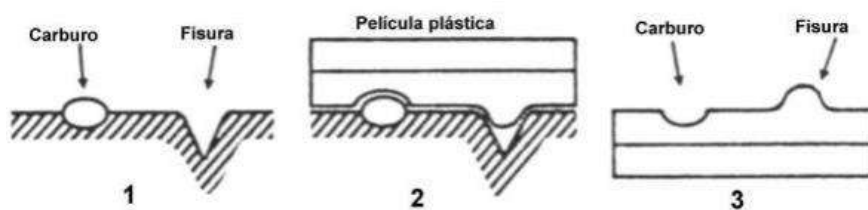


Figura 2.13 Secuencia de obtención de la réplica: 1 superficie pulida y atacada, 2 aplicación de la película plástica ablandada y 3 réplica que constituye el negativo de la superficie [48].

2.7 Caracterización estructural.

Mediante difracción de rayos-X se realizó la caracterización estructural donde principalmente se identificó la cristalografía de las fases presentes, para determinar si hay o no transformaciones de la austenita. En este caso, debido a su composición química y por ser un acero alto en manganeso y contener otros elementos estabilizadores de la fase gama, se espera tener un acero totalmente austenítico.

2.7.1 Difracción de rayos-X.

Los ensayos de difracción de rayos-X se realizaron en el difractómetro modelo D8 Advance Bruker donde el rango de barrido (2θ) fue de 20° - 80° , radiación de $\text{Cu } K\alpha$, tipo de ensayo de $\theta/2\theta$, incrementos de 0.03 y tiempo de paso de 4 segundos.

2.8 Caracterización mecánica.

2.8.1 Microdureza Vickers.

Los ensayos se realizaron en un microdurómetro Wilson empleando la escala Vickers según la norma E384 de ASTM [49]. El objetivo de realizar esta técnica es conocer el efecto de endurecimiento del material mediante un proceso de tratamiento térmico. En la **Tabla 2.3** se detallan sus especificaciones.

Tabla 2.3 Especificaciones del ensayo de microdureza Vickers.

Carga	1 Kgf (HV1)
Tiempo de carga	15 segundos
Distancia entre puntos	2½ d
Modo	Identación lineal

2.8.2 Ensayo mecánico de tracción uniaxial.

Acorde con los ensayos mecánicos posteriores, las dimensiones de partida para las probetas de tracción uniaxial se muestran en la **Figura 2.14**. De esta forma se procesaron las probetas en el torno de banco para obtener una sección cilíndrica de dimensiones tal como se representan en la **Figura 2.15**.

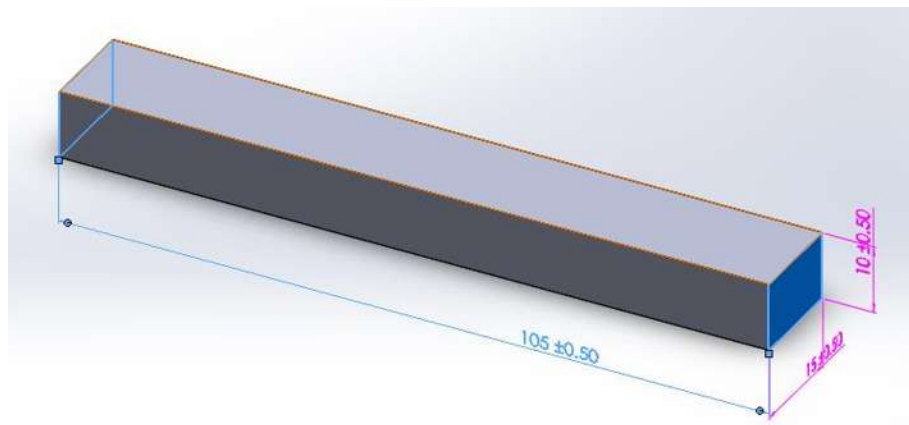


Figura 2.14 Corte de la pieza para probeta de ensayo de tensión.

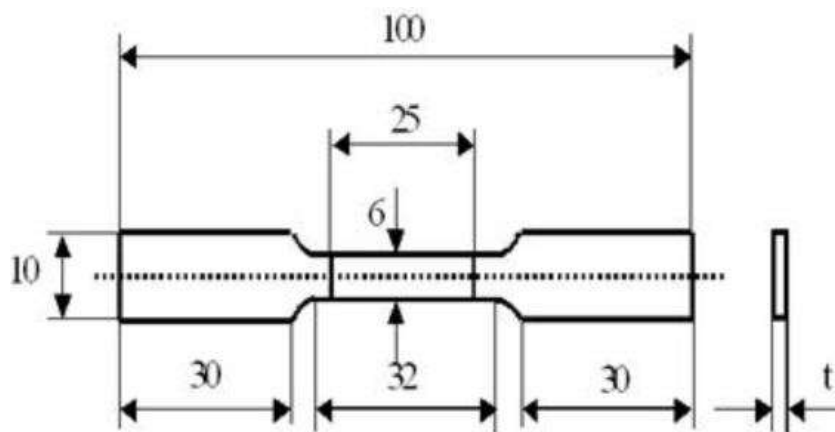


Figura 2.15 Probeta de tensión según la norma ASTM E 8M-95^a [50].

El ensayo normal a la tensión se emplea para obtener varias características y resistencias que son útiles en el diseño. El uso de los materiales en las obras de ingeniería hace necesario el conocimiento de sus propiedades físicas, y para conocer estas propiedades es necesario llevar a cabo pruebas que permitan determinarlas. Organismos como la ASTM (American Society for Testing and Materials), se encargan de estandarizar las pruebas; es decir, ponerles límites dentro de los cuales es significativo realizarlas, ya que los resultados dependen de la forma y el tamaño de las muestras, la velocidad de aplicación de las cargas, la temperatura y de otras variables.

Las probetas maquinadas en el torno de banco fueron sometidas a un ensayo de tracción uniaxial según establece la norma ASTM E8 [50] en una máquina Instron 5585H con una carga de 100 kN a velocidad constante del cabezal móvil de 10^{-1}s^{-1} hasta llegar a la fractura. Del procesamiento de las curvas se obtuvieron los valores de la resistencia a la fluencia, resistencia máxima, porcentaje de alargamiento, así como los valores del coeficiente (k) y el exponente de endurecimiento (n).

2.8.3 Ensayo de impacto Charpy-V.

Las dimensiones de las piezas para el ensayo de impacto Charpy se muestran en la **Figura 2.16**. Se llevó a cabo la rectificación de las piezas así como la muesca para la propagación de la grieta tal como lo indica la norma ASTM E23 [51]. La orientación de la muesca va en sentido transversal a la dirección de laminación.

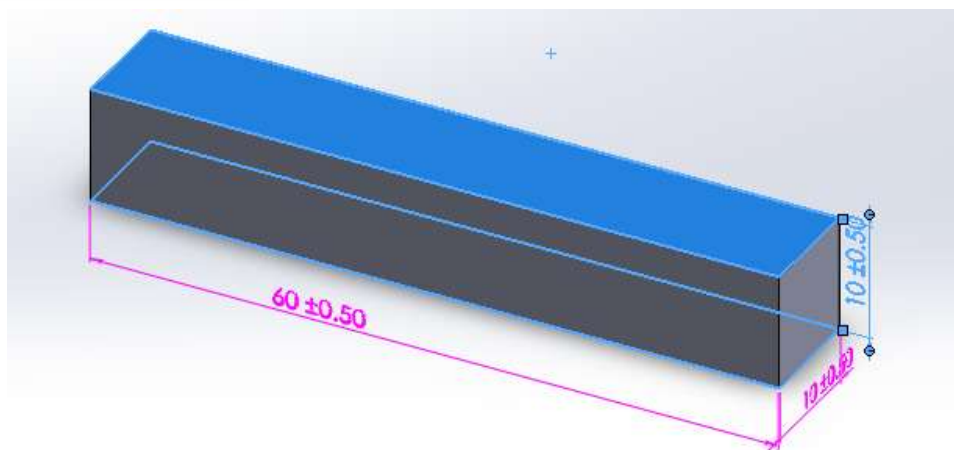


Figura 2.16 Corte de la pieza para probeta de impacto Charpy-V.

En la **Figura 2.17** se muestran las dimensiones finales de las probetas para la prueba de impacto Charpy-V.

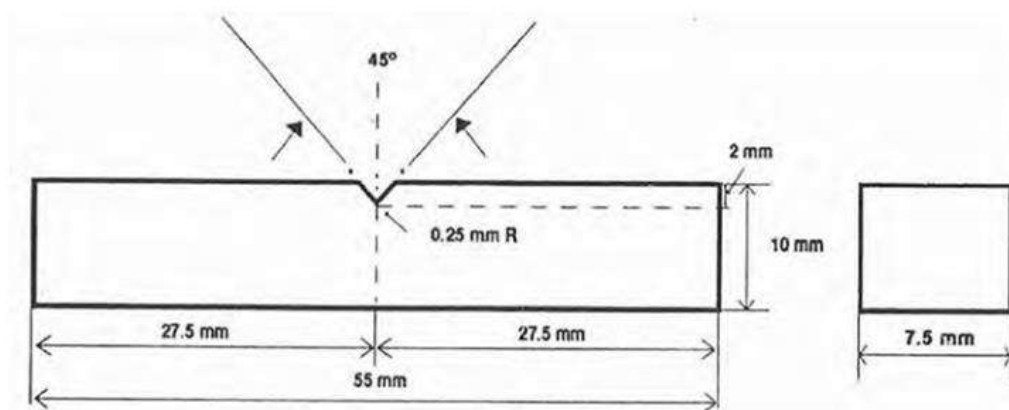


Figura 2.17 Diseño de la probeta de impacto según la norma ASTM E- 23 [51].

La **Figura 2.18** muestra las probetas reales que fueron obtenidas después del corte y rectificación del material en condición de tratamiento térmico de solubilizado.

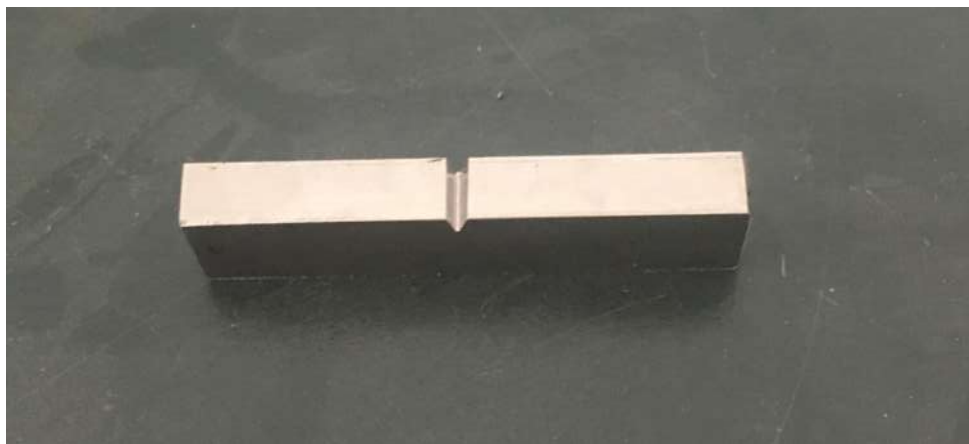


Figura 2.18 Probeta de impacto según la norma ASTM E-23 del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de laminación en caliente.

El ensayo de impacto Charpy-V sirvió para determinar la fragilidad o resistencia que opone un material a la rotura. Esta resistencia se conoce por el nombre de resiliencia y se expresa en Joules. Para realizar el ensayo se empleó el péndulo de caída que mide la energía residual existente después de la rotura de la muestra de material [52].

Características del ensayo:

- Número de probetas: 4
- Potencia: 300 Joules
- Velocidad de caída de la maza: 5.42 m/s
- Lectura analógica: cada 1 Joules / 1 grado
- Peso de la maza: 20 kg aprox.
- Longitud del péndulo: 800 mm
- Accionamiento: Manual
- Freno: Por pedal y tambor de frenado

2.9 Caracterización electro-química.

En la **Figura 2.19** se ilustra el diagrama de flujo correspondiente al desarrollo experimental para las pruebas de corrosión.

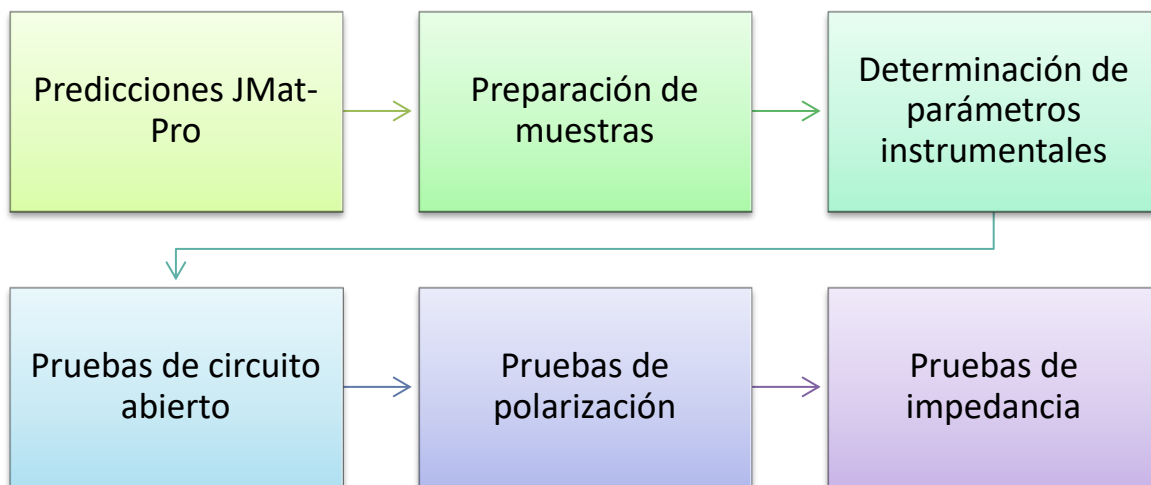


Figura 2.19 Diagrama de flujo del procedimiento experimental para realizar las pruebas de corrosión en un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

Las muestras fueron rectificadas y posteriormente se prepararon metalográficamente hasta obtener un acabado espejo para poder estar en contacto con el electrolito.

2.9.1 Pruebas de circuito abierto.

La medida del potencial en circuito abierto es una técnica que indica la evolución en el tiempo del potencial de un electrodo con relación a uno de referencia, ambos en un determinado electrolito, sin que se le aplique al sistema ningún potencial o corriente. Desde el punto de vista electroquímico, por sus siglas en inglés, el OCP, Open Circuit Potential, tiene interés para determinar los cambios composicionales entre el electrodo de trabajo y el de referencia.

En esta técnica las variaciones en el OCP deben ser debidas exclusivamente a variaciones en la intercara electrolito-metal, por lo que el electrodo de referencia debe ser de alta estabilidad. Tras un cierto periodo de tiempo, el potencial tiende a estabilizarse. Normalmente un incremento de OCP indica que se está formando una capa de pasivación sobre el metal en contacto con el medio.



2.9.2 Pruebas de polarización potencio-dinámica.

La obtención de las curvas de polarización es de gran utilidad en la cuantificación del proceso de corrosión. Por una parte, suministran información básica sobre la contribución de los procesos anódico y catódico y, por otra, permite cuantificar de forma aproximada la densidad de corriente de corrosión mediante el método de intersección. La técnica de resistencia de polarización lineal, en un sistema metal/electrolito sencillo, es el procedimiento más utilizado (rápido y eficaz) para determinar la velocidad de corrosión.

2.9.3 Pruebas de impedancia.

En cuanto a la técnica de impedancia, es una técnica útil para estudiar el mecanismo del proceso de corrosión, permite cuantificar los tres parámetros que definen un proceso de corrosión: la velocidad de corrosión, la capacidad de la doble capa electroquímica y el transporte de masa. El procedimiento utilizado para la interpretación física de los datos de impedancia requiere la utilización de un circuito eléctrico equivalente.

El equipo con el cual se realizaron las pruebas de circuito abierto, polarización e impedancia es Solartron y los Software utilizados fueron CView, ZPlot, ZView y CorrWare. Para las predicciones termodinámicas se utilizó el software JMatPro, el cual mediante la composición química se comparó la resistencia a la corrosión por picaduras del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu y un acero TWIP de referencia.

La intención de seleccionar las muestras en condición de colada y la condición de tratamiento térmico de homogenización es para comparar la resistencia a la corrosión entre cada una de las etapas de acondicionamiento del material. Es importante resaltar que se realizarán posteriormente las mismas pruebas en condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente (primera y segunda laminación) y tratamiento térmico de solubilización, así como al acero TWIP de referencia en su estado final de tratamiento térmico de solubilización.

En la **Tabla 2.4** se indican los parámetros instrumentales y según las condiciones de fabricación y tratamientos subsecuentes del material, se seleccionaron los siguientes variables de operación.



Tabla 2.4 Parámetros de operación para las pruebas de corrosión.

Electrolito	NaCl 3.5% en peso
Electrodo	Calomel saturado
Contra-electrodo	Grafito
Circuito Abierto	5 minutos
Rango de Polarización	-200 mV a 1000 mV
Velocidad de Barrido	1 mV/s
Frecuencia de Impedancia (Hz)	10E-2 a 10E4
Velocidad de Barrido	5 mV/s
Otras consideraciones	Sin agitar, a 25°C, y pH neutro



CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1 Composición química.

La composición química fue determinada por espectrometría de chispa y corroborada por EDS tal como se muestra en la **Tabla 3.1**. Se observó un pequeño desajuste con referencia a la composición química calculada y se le atribuye a las pérdidas por oxidación y/o contaminación dentro del horno de inducción abierto. La variación del contenido de elementos en la matriz metálica del acero TWIP es de vital importancia debido a que el cálculo termodinámico realizado para el diseño de esta aleación consideró la energía de falla de apilamiento, la cual está en función de dos parámetros importantes: temperatura y composición química. Controlar estas variables es fundamental para que ocurra el fenómeno de plasticidad inducida por maclaje.

Tabla 3.1 Composición química obtenida por espectrometría de chispa y por análisis químico por EDS.

Espectrometría de Chispa (% en peso)									
Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe	N
21.32	0.61	1.08	0.436	1.839	0.59	2.409	0.753	balance	0.015
Análisis químico por EDS (% en peso)									
Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe	N
21.32	0.6	1	0.44	1.83	0.6	2.4	0.75	balance	0.015

3.2 Simulación JMatPro.

La **Figura 3.1** muestra el diagrama de fases en equilibrio presentes en un acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu con la composición teórica. Bajo condiciones de equilibrio, es decir a velocidades de enfriamiento extremadamente lentas, se pueden presentar estas transformaciones de fases. Por arriba de 1380°C se tiene la fase líquida, debajo de esta temperatura comienza a formarse la fase austenítica, a partir de 980°C comienza a descomponerse a fases más complejas donde a temperatura ambiente se podrían encontrar fases como ferrita, algunos tipos de carburos, carbonitruros, fases Laves, entre otras. Es

importante resaltar que la formación de nitruros de aluminio (AlN) y sulfuros de manganeso (MnS) comienzan a crecer desde el estado líquido del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu, es decir que su punto de fusión es tan alto que no se pueden disolver con tratamientos térmicos convencionales, por lo que estarán presentes en el material hasta el producto final. Esto tiene implicaciones directas en las propiedades mecánicas finales del material que se detallarán posteriormente.

Fe-0.6Al-2.4Cr-0.6Cu-21.2Mn-0.74Mo-1.8Ni-1.0Si-0.42C-0.015N-0.01P-0.001S wt(%)

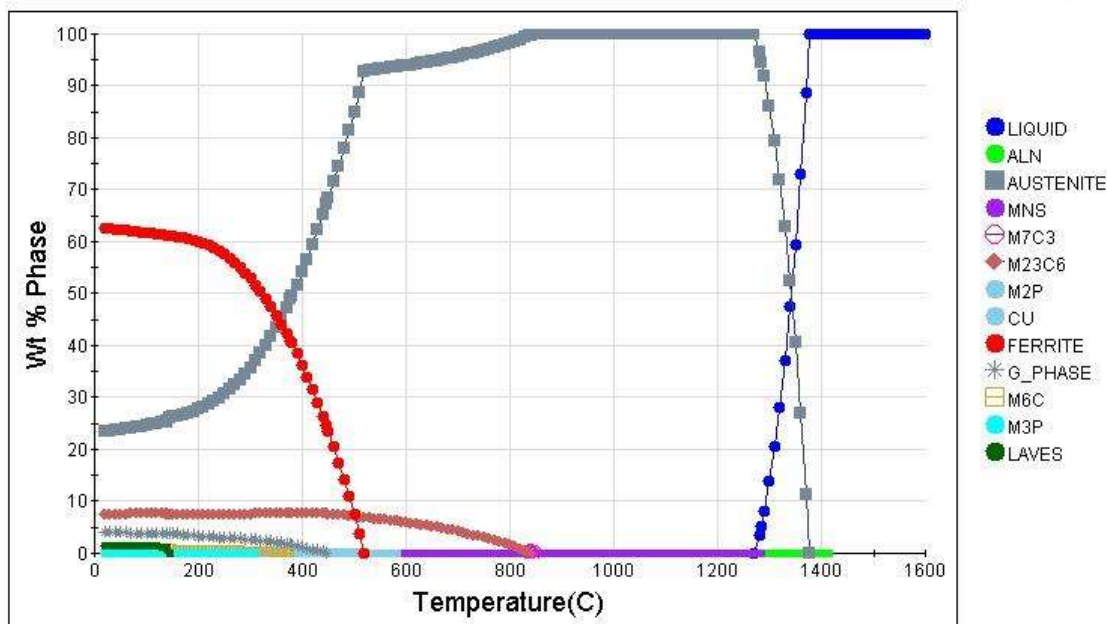


Figura 3.1 Diagrama de fases por JMatPro de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

Hongbo y col. [20] estudiaron dos aceros TWIP, uno con 1.59% de Al en la matriz y uno de referencia sin Al. Encontraron que la partícula de AlN representó casi el 64% del contenido total de los precipitados para el 1.59% en peso de Al en el acero TWIP. En comparación con el acero TWIP sin Al, el número excesivo de partículas finas de AlN en el acero con 1.59% de Al se encontraban en los límites de grano de la fase austenita, lo que promueve el deslizamiento del borde del grano.

En la **Figura 3.2** se puede apreciar con mayor detalle la formación de las fases secundarias que podrían aparecer en la matriz del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-

Cu, las cuales corresponden a un equilibrio teórico. La formación de carburos M_7C_3 , $M_{23}C_6$ y M_6C también repercuten en las propiedades mecánicas del acero TWIP.

Fe-0.6Al-2.4Cr-0.6Cu-21.2Mn-0.74Mo-1.8Ni-1.0Si-0.42C-0.015N-0.01P-0.001S wt(%)

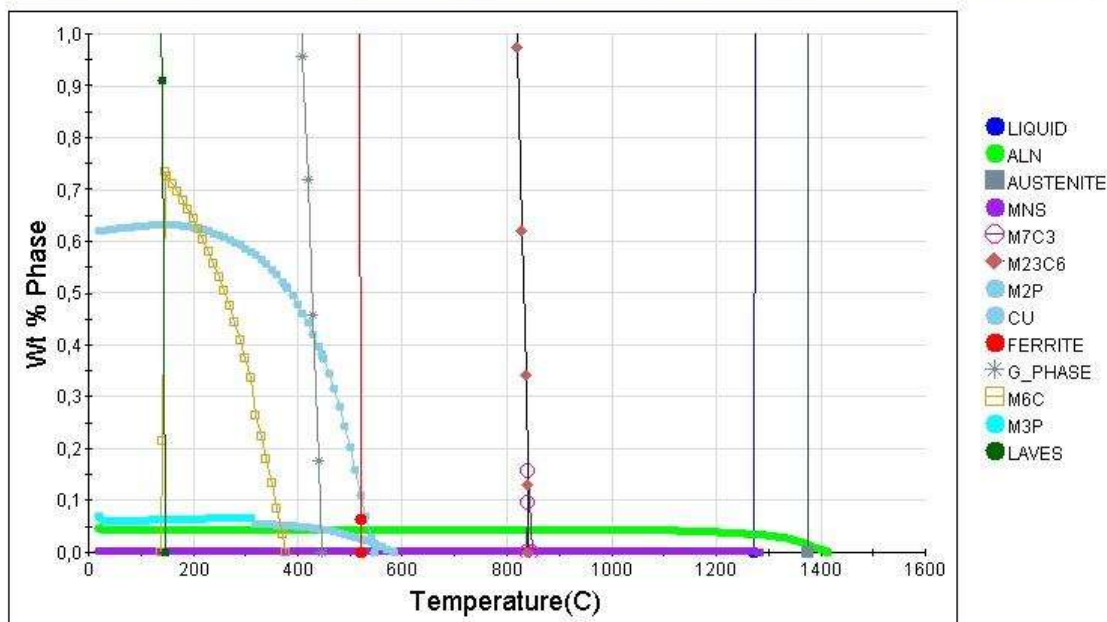


Figura 3.2 Fases que constituyen menos del 1% del diagrama de fases por JMatPro de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

En aceros la formación de carburos binarios puros en general no existe, debido a que siempre hay algo de solubilidad de varios de los elementos de aleación en los diversos tipos de fase carburo; en algunos casos la solubilidad puede llegar a ser muy grande. Se designa a los carburos utilizando una fórmula general, por ejemplo M_3C , $M_{23}C_6$ y M_6C , donde M indica una mezcla de átomos metálicos. Frecuentemente estos carburos son estables en un apreciable rango de composiciones es decir, ellos son no estequiométricos.

M_6C - Este carburo es visto como un constituyente de equilibrio en aceros con contenidos de Mo. Fe, Cr, Mn y Si también pueden ser disueltos. El rango de composiciones oscila entre 30 y 60% en masa de Mo, entre 28 y 40% en masa de Fe y entre 5 y 20% en masa de Cr. Se ha encontrado que el M_6C se nuclea en la interfase de carburos existentes con la matriz de ferrita, creciendo a expensas del M_2C , M_7C_3 , y $M_{23}C_6$.

Adicionalmente, también se produce la precipitación de nuevos carburos tales como Cr_7C_3 y M_6C . En efecto, en áreas ferríticas se produce la precipitación y crecimiento de Cr_7C_3 y Mo_2C , mientras que en áreas originalmente constituidas por perlita, tiene lugar la esferoidización y cambios en la composición de Fe_3C a Cr_7C_3 y Mo_2C [48].

En la **Figura 3.3** se muestra un diagrama de fases metaestable donde la fase austenítica es estable por debajo de su punto de fusión hasta temperatura ambiente.

Fe-0.6Al-2.4Cr-0.6Cu-21.2Mn-0.74Mo-1.8Ni-1.0Si-0.42C-0.015N-0.01P-0.001S wt(%)

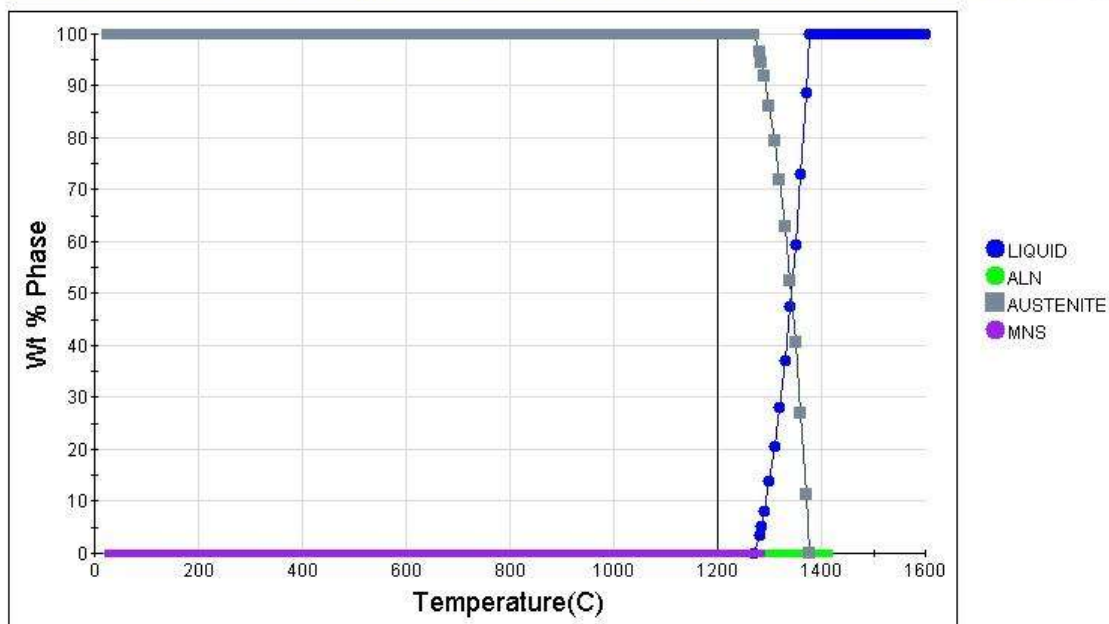


Figura 3.3 Diagrama de fases metaestable por JMatPro de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

Este diagrama es el más representativo de la aleación, ya que en el de equilibrio solo se cumple con velocidades de enfriamiento extremadamente bajas con tiempos que tienden al infinito. Considerando que en un estado inestable el sistema evoluciona espontáneamente con apenas una pequeña perturbación, la determinación de los estados de equilibrio metaestable y estable concierne al criterio de equilibrio (valores mínimos de la función G). Inicialmente, el sistema debe ser sacado de un pozo de potencial inicial G_a , elevando su energía en ΔG^* por una acción externa, para alcanzar el estado intermedio inestable de energía G_b ; y sólo después de superada tal barrera, el sistema podrá llegar, finalmente, al estado de equilibrio estable asociado al pozo de energía G_c [53].

Las **Figuras 3.4 y 3.5** también se obtuvieron por simulación termodinámica en el software JMatPro y representan los diagramas de enfriamiento continuo y de transformación isotérmica respectivamente, los cuales son útiles para predecir las transformaciones de fase, microestructura y dureza luego de los tratamientos térmicos. Debido a la alta estabilidad de la fase austenítica, esta aleación presenta transformaciones de fase a tiempos extremadamente largos, por lo que no se presenta en los diagramas anteriores.

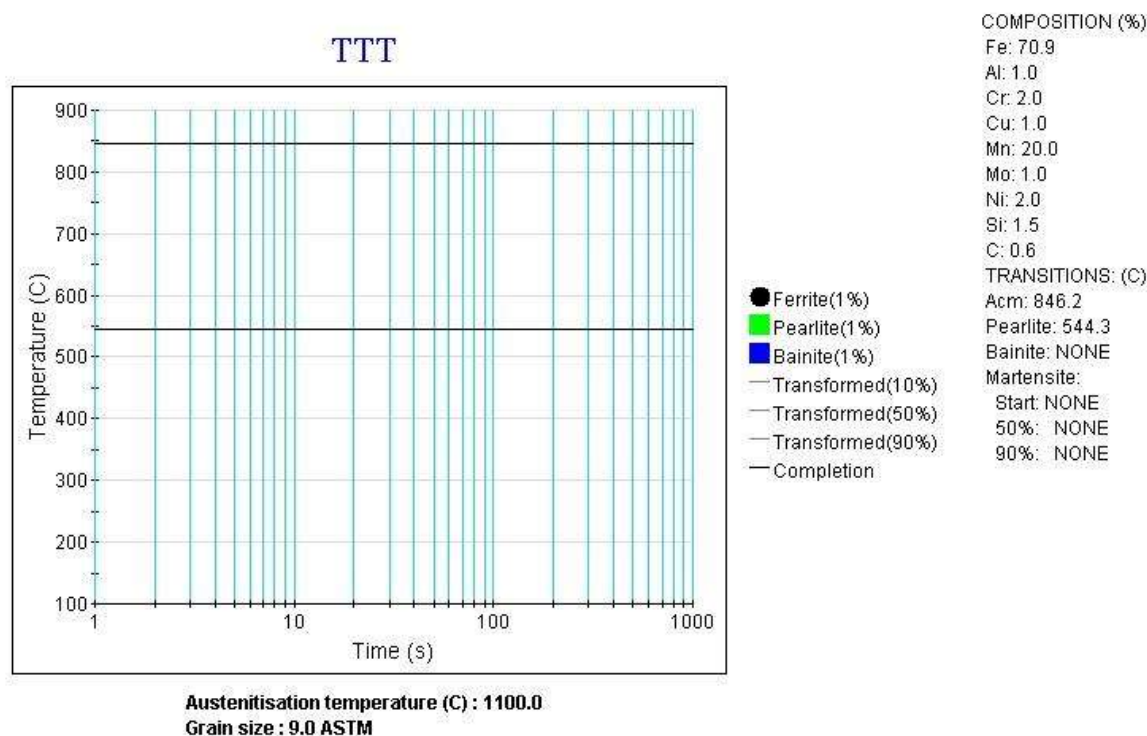


Figura 3.4 Diagrama de transformación isotérmica de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu obtenidas por JMatPro.

Esto se atribuye a la presencia de elementos gammágenos que se encuentran disueltos en la aleación, los cuales influyen por su gran proporción (21Mn, 0.6C, 1Ni, 1Cu). Sin embargo, es importante resaltar que las principales transformaciones de fase en aceros TWIP reportadas en la literatura hacen referencia a la formación de ferrita- α , martensita- ϵ , cementita y la fase eutéctica, las cuales están relacionadas a la energía de falla de apilamiento [54-56]. La composición de los aceros TWIP Cr-Ni-Mo-Cu se eligió con la finalidad de estabilizar al máximo la fase austenítica y minimizar las transformaciones de fase.

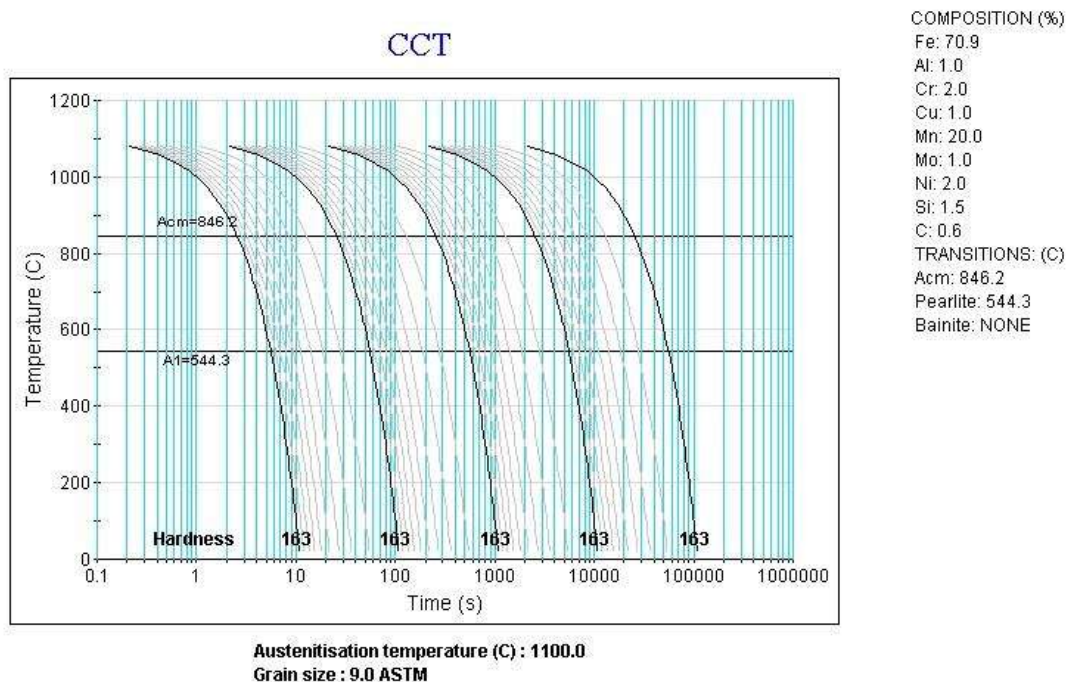


Figura 3.5 Diagrama de enfriamiento continuo de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu obtenidas por JMatPro.

En la **Figura 3.6** se muestra el valor de energía de apilamiento en función de la temperatura. La energía de falla de apilamiento se ve afectada principalmente por dos factores: la composición química y la temperatura. A medida que la temperatura incrementa, la energía de falla de apilamiento aumenta de forma lineal. Hamada y col. [35], han indicado que el rango para que se de el mecanismo de maclaje por deformación se encuentra entre 25 y 60 mJ/m^2 . Por debajo de este valor, se fomenta en efecto TRIP, y superior a este se ven favorecidos el deslizamiento perfecto de dislocaciones. En general, en aceros TWIP con una baja energía de falla de apilamiento es decir, con un SFE en el rango de 15-45 $\frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$, el maclaje por deformación da como resultado un aumento de la tasa de endurecimiento por deformación mediante la creación de límites de maclas que actúan como obstáculos muy efectivos para la dislocación por un efecto Hall-Petch dinámico. Cuando la SFE es menor, es decir, menor que 15 $\frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$, el acero también exhibe una transformación inducida por deformación a la martensita bcc o hcp. Ha habido intentos anteriores de correlacionar el rango de SFE y los mecanismos de deformación específicos en los aceros TWIP. Sin embargo, los resultados no muestran una relación clara porque las

variaciones de SFE a menudo se obtuvieron usando diferencias en el procesamiento, la composición de la aleación, la temperatura de prueba y el modelo termodinámico [35]. Un rango intermedio ($15 \text{ mJ} / \text{m}^2 < \text{SFE} < 45 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$) está asociado con el maclaje mecánico, y un alto nivel ($\text{SFE} > 45 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$) conduce a un deslizamiento de dislocación perfecto y al corte por cizallamiento.

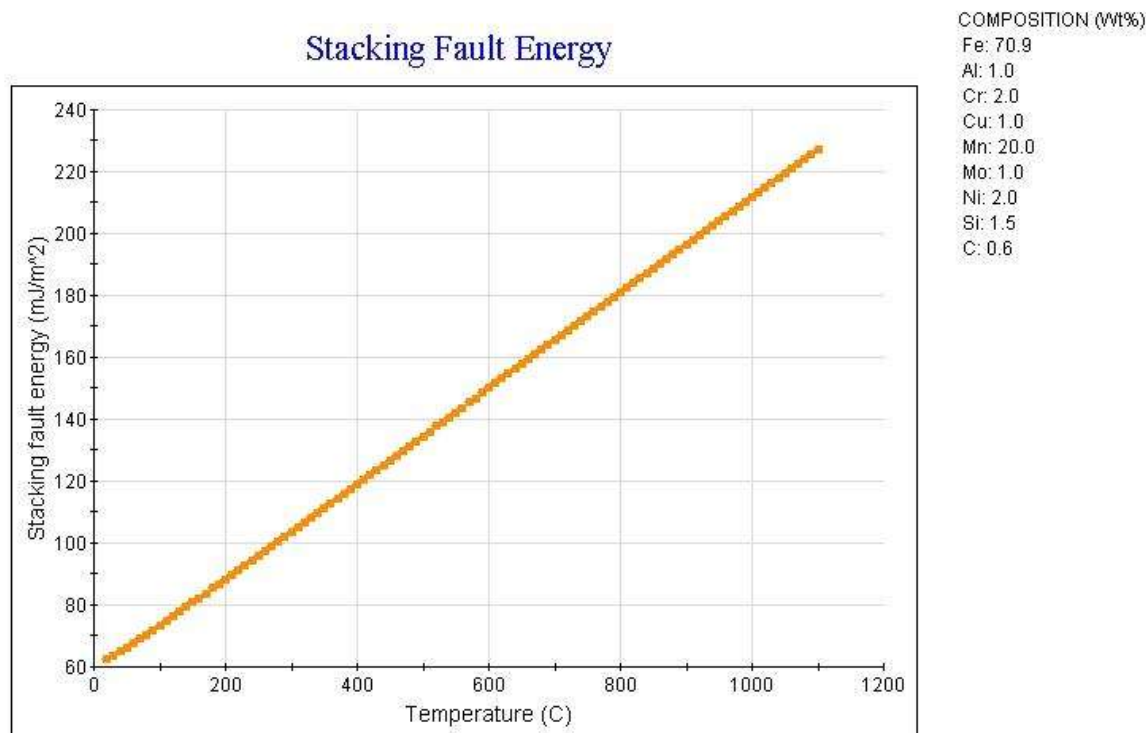


Figura 3.6 Energía de falla de apilamiento en función de la temperatura para un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

En las **Figuras 3.7 y 3.8** se comparan el comportamiento de resistencia a la corrosión por picadura de dos aceros TWIP, uno sin alear que fungió como referencia y el acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu, el cual es el objeto de estudio. Como se ha indicado con anterioridad, una de las principales limitaciones de esta aleación es su baja resistencia a la corrosión. La simulación termodinámica por JMatPro indica si es factible que ocurra una reacción, sin embargo no es posible saber a qué velocidad ocurrirá, es decir, no es posible predecir la cinética de la reacción. La resistencia a la corrosión por picadura de cada uno de los materiales tiene valores adimensionales, siendo de 0.5 para el acero

TWIP de referencia y de 5.3 para el acero TWIP aleado con Cr-Ni-Mo-Cu. Se predice un aumento significativo de la resistencia a la corrosión por picaduras de casi 10 veces su valor, para tener una idea más clara sobre el significado de estas relaciones, se sabe que para un acero inoxidable este valor es de aproximadamente 20.

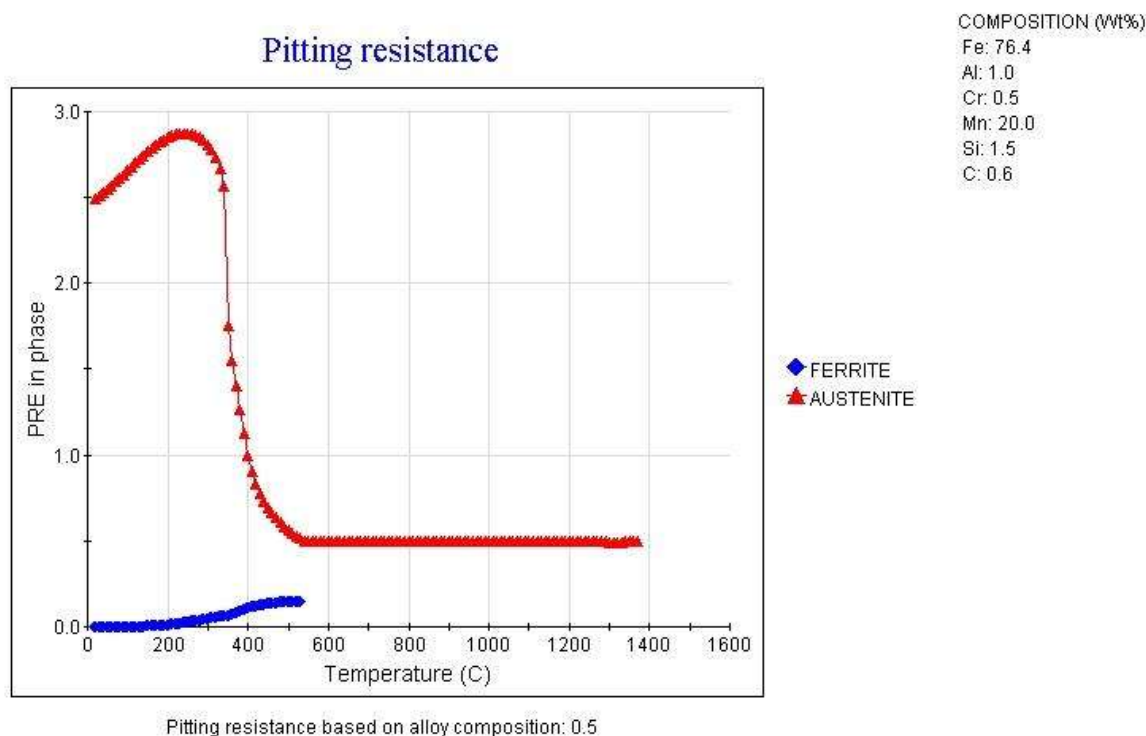


Figura 3.7 Resistencia a picadura de un acero TWIP de referencia.

Yuan y col. [25], estudiaron el efecto del contenido de Cr en el comportamiento frente a la corrosión de los aceros TWIP. El contenido de Cr tiene un efecto sobre la resistencia a la corrosión de los aceros TWIP de alto Mn. El aumento del contenido de Cr mejoró la resistencia a la corrosión de las chapas de acero recocidas al mejorar la proporción de límite de ángulo bajo respecto al ángulo alto.

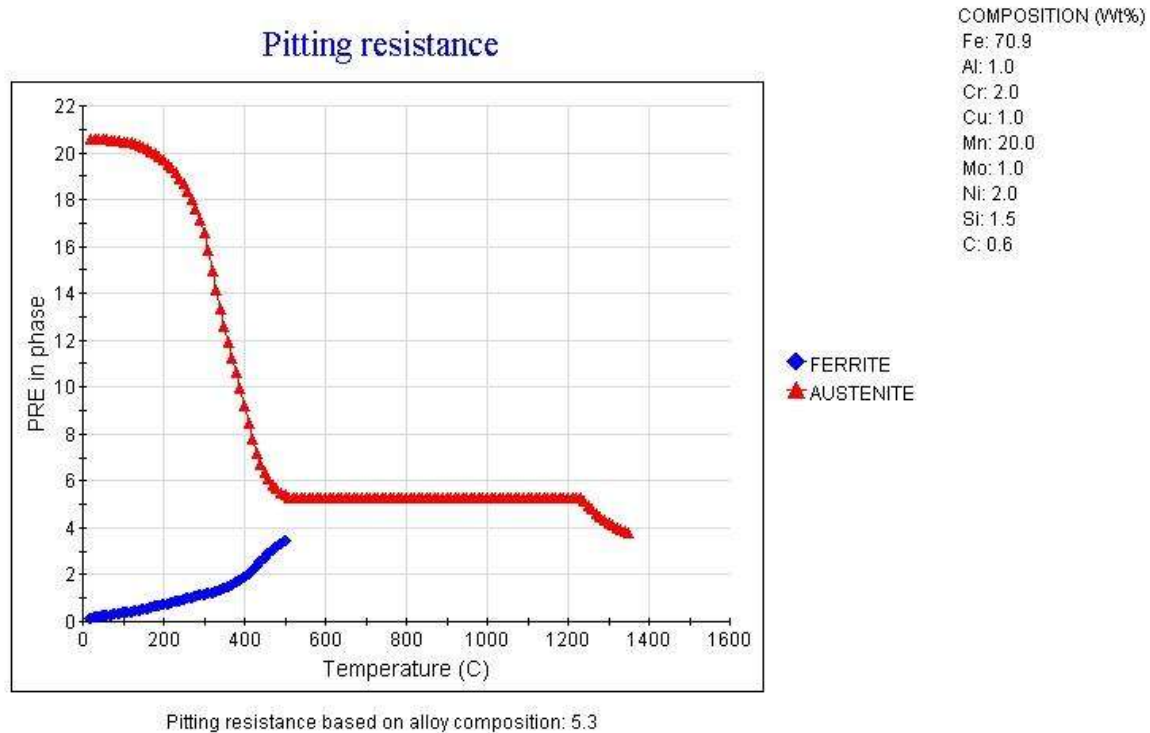


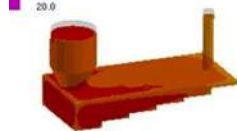
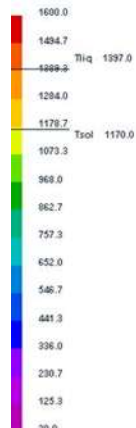
Figura 3.8 Resistencia a la picadura de un acero TWIP aleado con Cr-Ni-Mo-Cu.

3.3 Simulación ProCast.

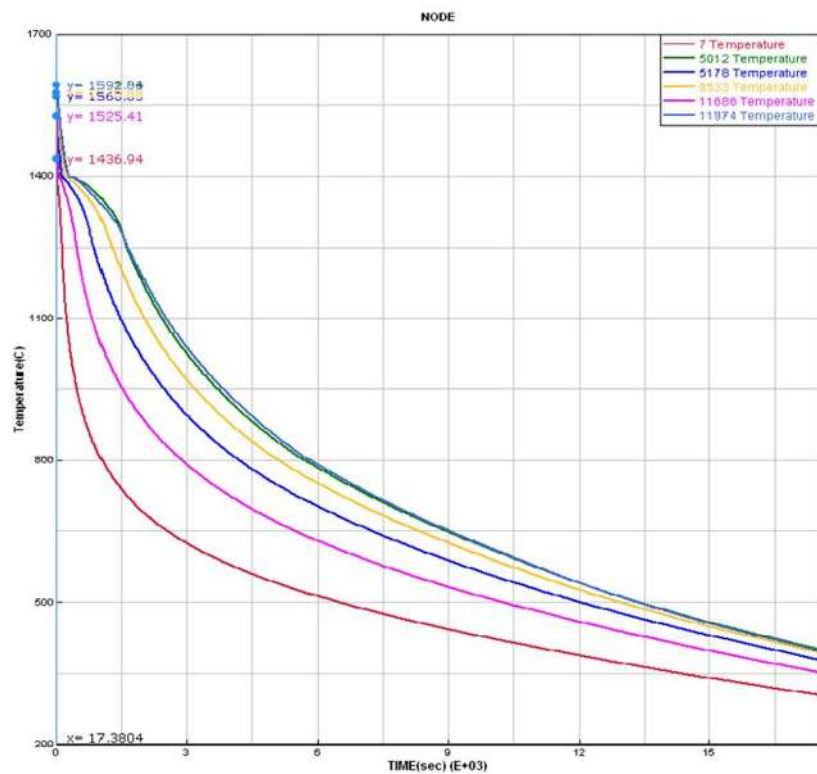
Con la simulación Pro-Cast en conjunto con las predicciones termodinámicas del programa JMat-Pro, se pudo determinar los perfiles de temperatura a cada uno de los distintos escalones los cuales tuvieron una velocidad de enfriamiento en función de su volumen. En **la Figura 3.9** se ilustran 4 imágenes representativas de la simulación, en la primera se observa el metal fundido que se ha extendido a lo largo del molde, empezando el descenso de temperatura, a medida que pasa el tiempo el gradiente de temperatura se hace más notorio, se espera una variación en las propiedades mecánicas y microestructurales, donde el escalón con mayor volumen (último en solidificar) contiene mayor segregación y menor dureza.



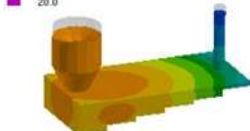
escala de temperatura Step : 930 / 1.000e+000
Temperature Step Time : 17.3804 sec
Percent Filled : 98.0
Fraction Solid : 0.7



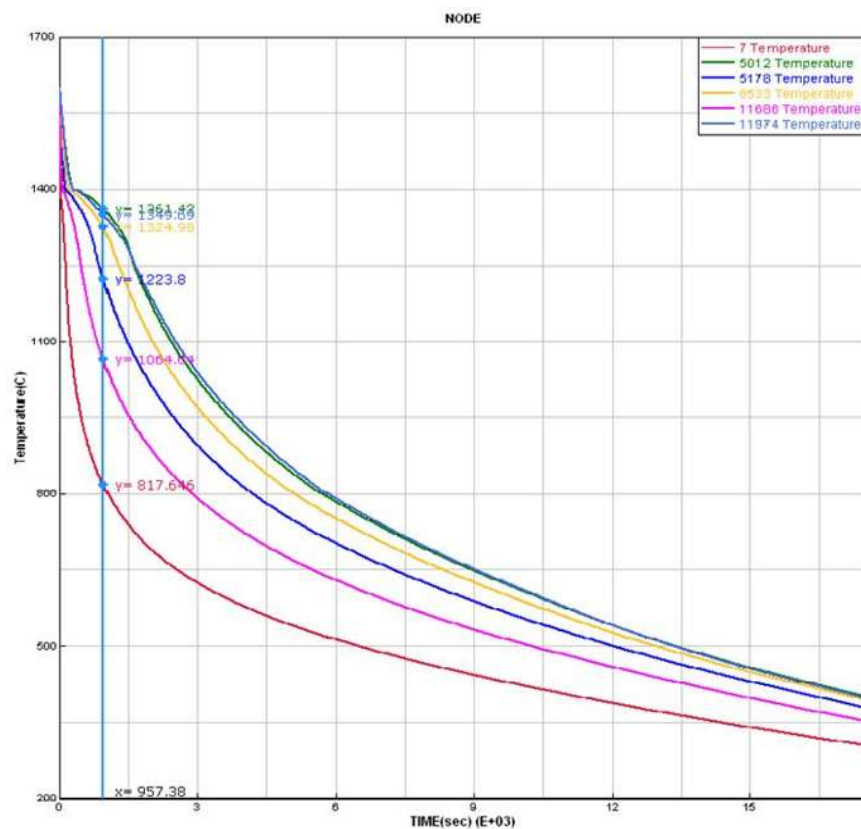
ProCAST



escala de temperatura Step : 1870 / 1.000e+000
Temperature Step Time : 957.3804 sec
Percent Filled : 98.0
Fraction Solid : 84.2



ProCAST



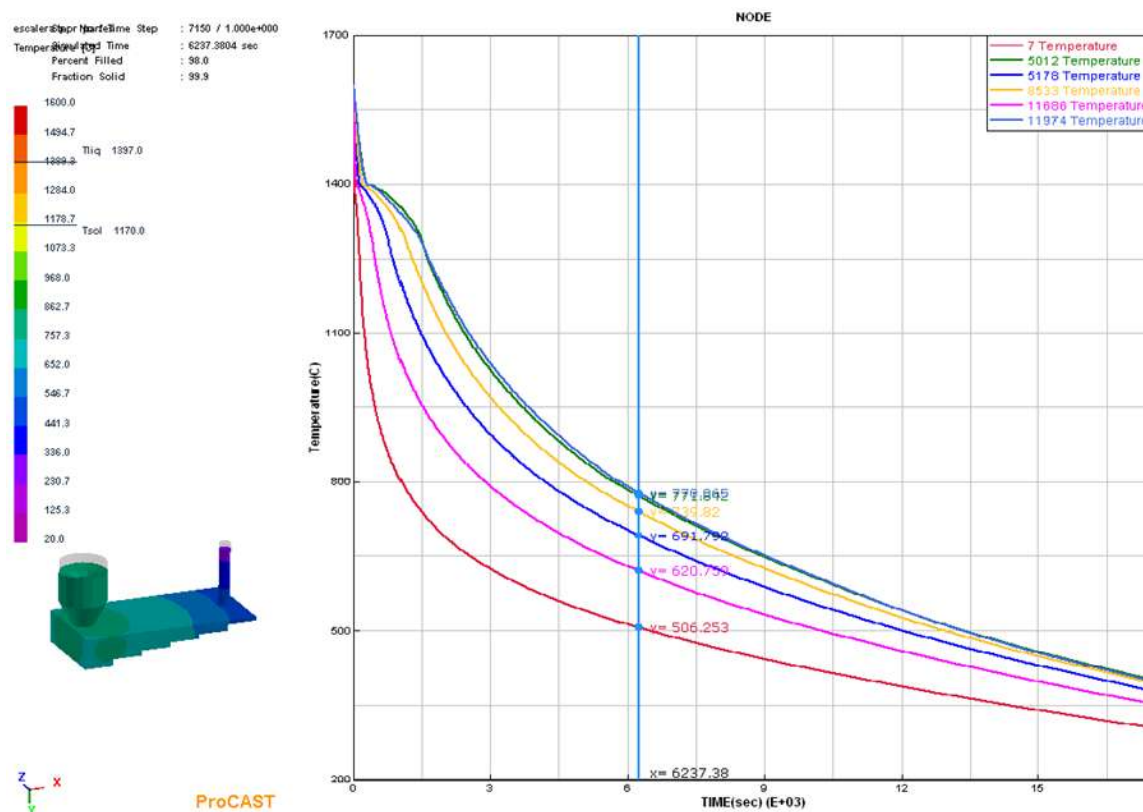
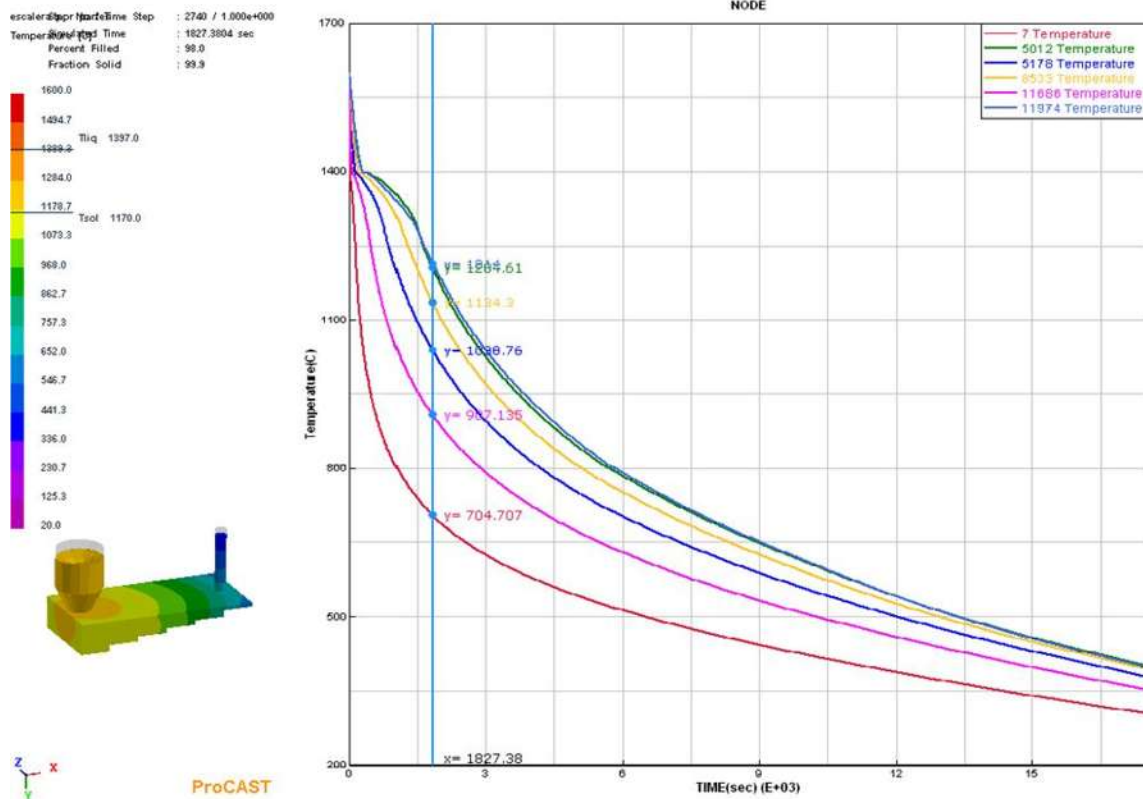


Figura 3.9 Perfiles de temperatura, disminución de la temperatura en función del tiempo.



3.4 Caracterización metalográfica.

3.4.1 Condición de colada.

La influencia de las velocidades de solidificación se refleja en el tamaño del eje dendrítico y en las propiedades mecánicas. El rango de temperaturas en el que se produce la solidificación en aleaciones, da inicio a la temperatura de líquidus y se completa la solidificación en la temperatura sólidos. A medida que el frente de solidificación avanza, este debe ser alimentado por metal líquido para contrarrestar la disminución de viscosidad debida al gradiente de temperatura. El frente avanza a través del metal fluido a partir de las paredes del molde disipando calor latente de fusión. De este modo se produce la nucleación y posterior crecimiento de las partículas solidificadas. La estructura típica para aleaciones de solidificación es en forma de dendritas columnares con metal líquido. Esta convivencia se transforma en una primera zona de enfriamiento llamada zona blanda que contribuye negativamente pues puede conllevar factores adversos como segregación y microporosidad. La secuencia de la preparación de las muestras se realizó de la sección más delgada de la pieza escalonada a la más gruesa.

3.4.1.1 Probeta 1 (5 mm de espesor).

En la **Figura 3.10 a), b) y c)** corresponden al primer escalón en solidificar, donde la extracción de calor fue más rápidamente que el resto, en las micrografías se muestra la estructura típica de las aleaciones de colada, donde la estructura dendrítica es la dominante e ilustra las diferentes direcciones y zonas de segregación. La orientación de las dendritas se da en dirección a la extracción de calor que generalmente va hacia las paredes del molde. Al tener una sección más delgada aumentó el grado de sub-enfriamiento y disminuyó el tamaño de las dendritas. **La Figura 3.10 d), e) y f)** corresponden a la misma probeta a mayores aumentos donde se aprecia mejor la zona interdendrítica, donde los gradientes de composición química son muy altos y esto se comprueba con el análisis químico más adelante. A ritmos de enfriamientos más rápidos, la solidificación puede realizarse en forma tan rápida que la concentración de la aleación en el frente de solidificación será distinta de la concentración promedio en el sistema. Este aumento de la concentración origina un punto de fusión más elevado que impide la solidificación en proximidades del frente. La solidificación también libera energía, lo cual se opone a la solidificación. A una pequeña

distancia del frente de solidificación, la concentración es más favorable al proceso de solidificación además de que la temperatura es menor. Esto aumenta la velocidad de solidificación en los puntos más prominentes, lo que produce la formación de la dendrita. Es de destacar que una interfase curva es menos favorable desde un punto de vista energético, por lo tanto las dendritas en este caso serán mucho menos agudas.

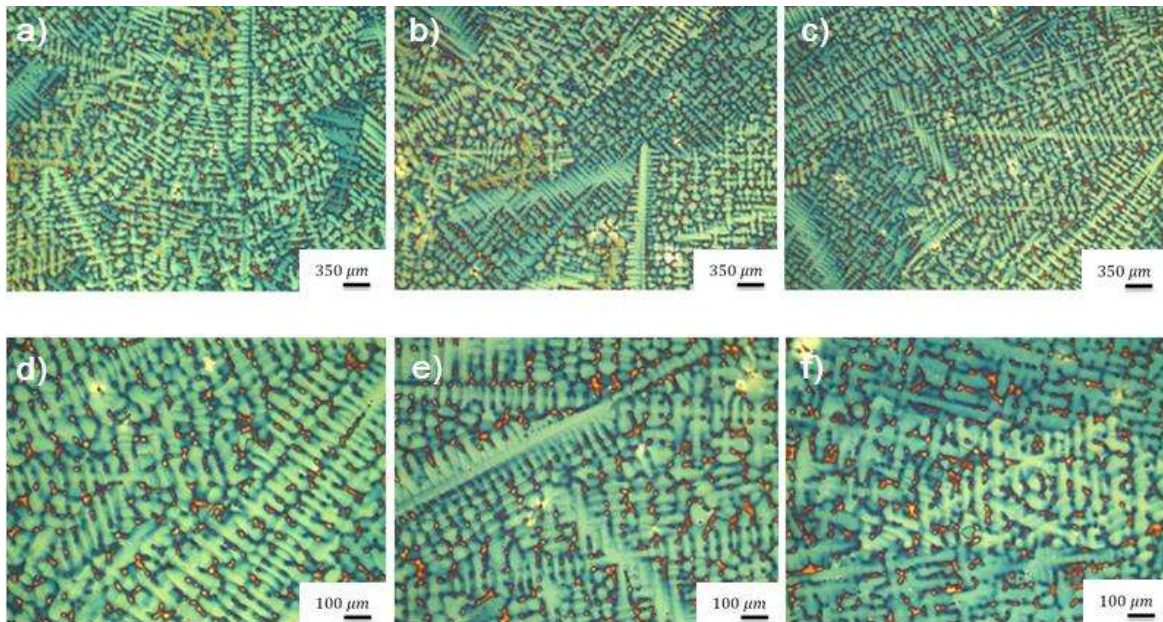


Figura 3.10 Microestructuras del 1° escalón de 5 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.1.2 Probeta 2 (15 mm de espesor).

La **Figura 3.11** ilustra el mismo patrón de solidificación donde las estructuras dendríticas ligeramente aumentan su tamaño de eje y brazos dendríticos. A medida que la velocidad de enfriamiento decrece, el ataque químico se complica y las zonas de segregación que aumenta con el tamaño dendrítico, vuelve más heterogéneo al sistema y más sensible al sobre-ataque químico bajo las mismas condiciones. Un ciclo de enfriamiento rápido con un gran subenfriamiento aumenta la cantidad de núcleos y por lo tanto reduce el tamaño de las dendritas que se producen. Los coeficientes de equilibrio (K) para la segregación del Mn y C son aproximadamente 0.75 y 0.28 [57], con lo cual los límites de grano dendríticos en la fase final de solidificación se enriquecen de Mn y C [56].

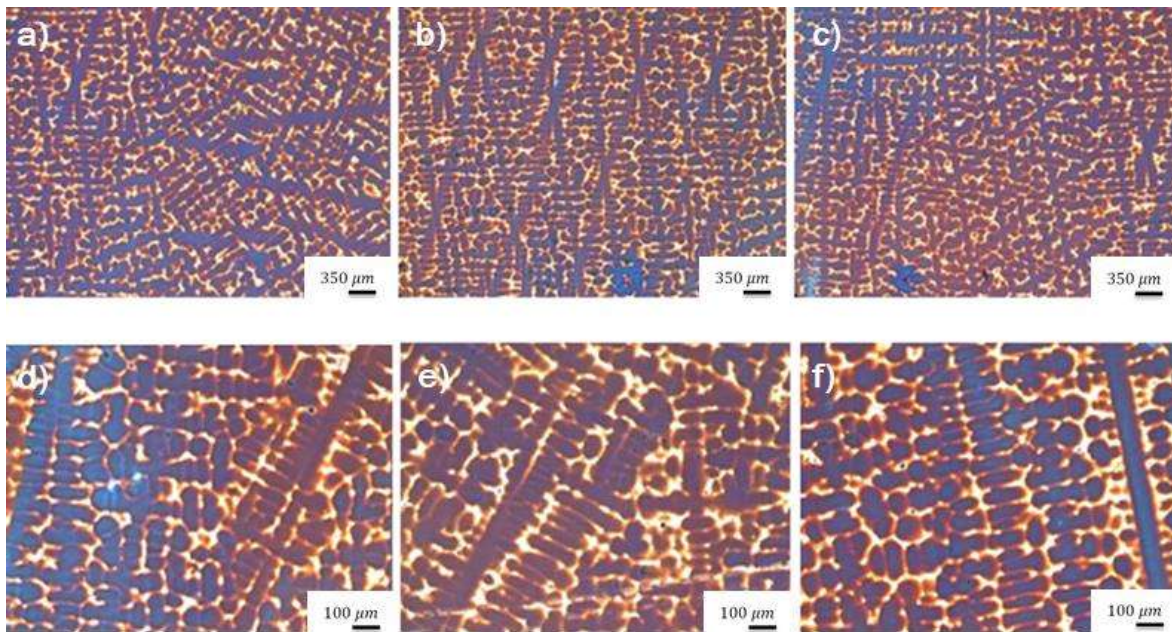


Figura 3.11 Microestructuras del 2° escalón de 15 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.1.3 Probeta 3 (25 mm de espesor).

En la **Figura 4.12** se alcanza a apreciar un ligero ensanchamiento del eje columnar en las **Figuras 3.12 d), e) y f)**.

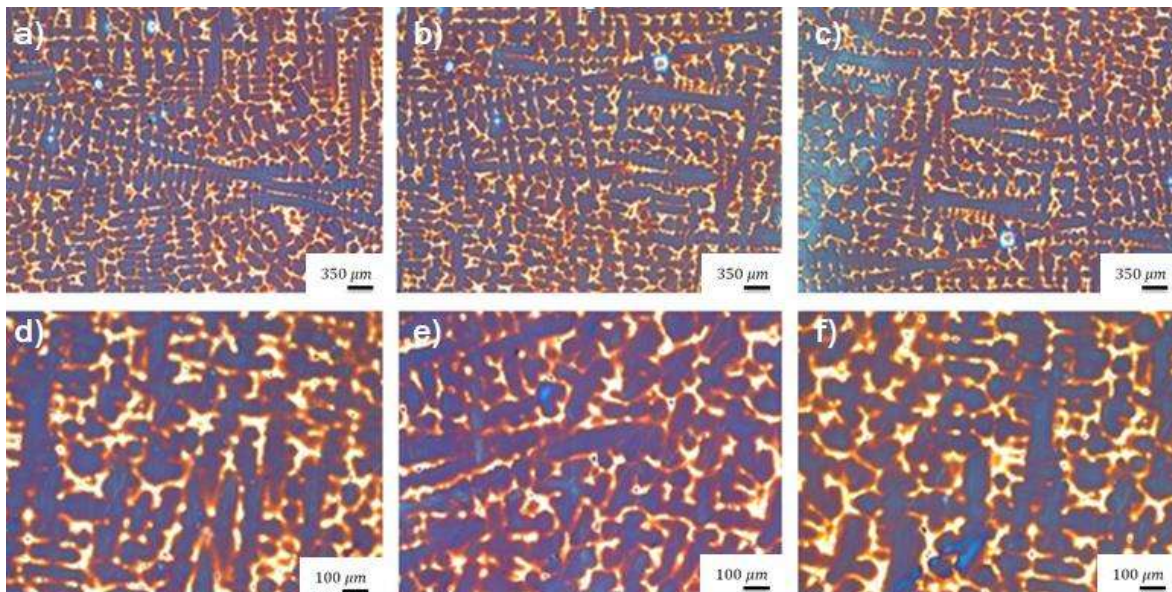


Figura 3.12 Microestructuras del 3° escalón de 25 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

La dirección de crecimiento de las dendritas se presenta en ciertas direcciones cristalográficas, por lo cual, las direcciones cristalográficas menos compactas $\langle 100 \rangle$ son las que están mejor capacitadas para acomodar un átomo que deja el líquido. La región entre las puntas de las dendritas y el punto donde solidifica la última gota del líquido es la zona donde se encuentran las mayores heterogeneidades de composición química y donde se ven más seriamente afectadas las propiedades mecánicas.

3.4.1.4 Probeta 4 (35 mm de espesor).

La **Figura 3.13** corresponde al cuarto escalón de solidificación. Durante investigaciones de la evolución de la segregación de los elementos en condición de colada se ha encontrado que el Mn es segregado en áreas inter-dendríticas, mientras que el aluminio segrega en áreas dendríticas [58]. La estructura dendrítica es el resultado de la segregación de la aleación. La segregación del Mn aumenta el rango de temperaturas por encima de la cual la fase líquida existe, y también aumenta la diferencia entre las fases sólido y líquido. Además el carbono co-segregado con el manganeso puede producir áreas ricas de C-Mn, y zonas de baja estabilidad microestructural austenítica (áreas pobres en C-Mn) [56].

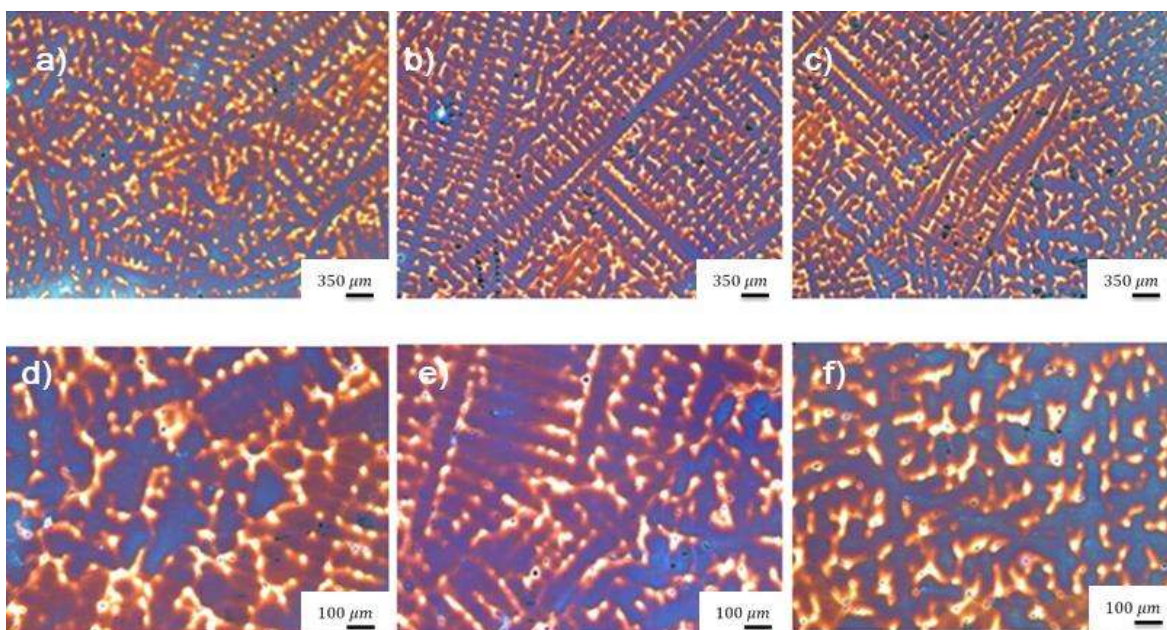


Figura 3.13 Microestructuras del 4° escalón de 35 mm de espesor en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

El elemento que se encuentra segregado en mayor cantidad es el Mn, seguido del C, Al y Si. Por ende el balance es compensado por una disminución del contenido de Fe en la región interdendrítica.

3.4.1.5 Probeta 5 (45 mm de espesor).

En la **Figura 3.14 y 3.15** se ilustran las micrografías donde el metal se enfría más lentamente, por ello la nucleación de nuevos cristales es menor que a grandes subenfriamientos. Las dendritas producidas son de mayores dimensiones.

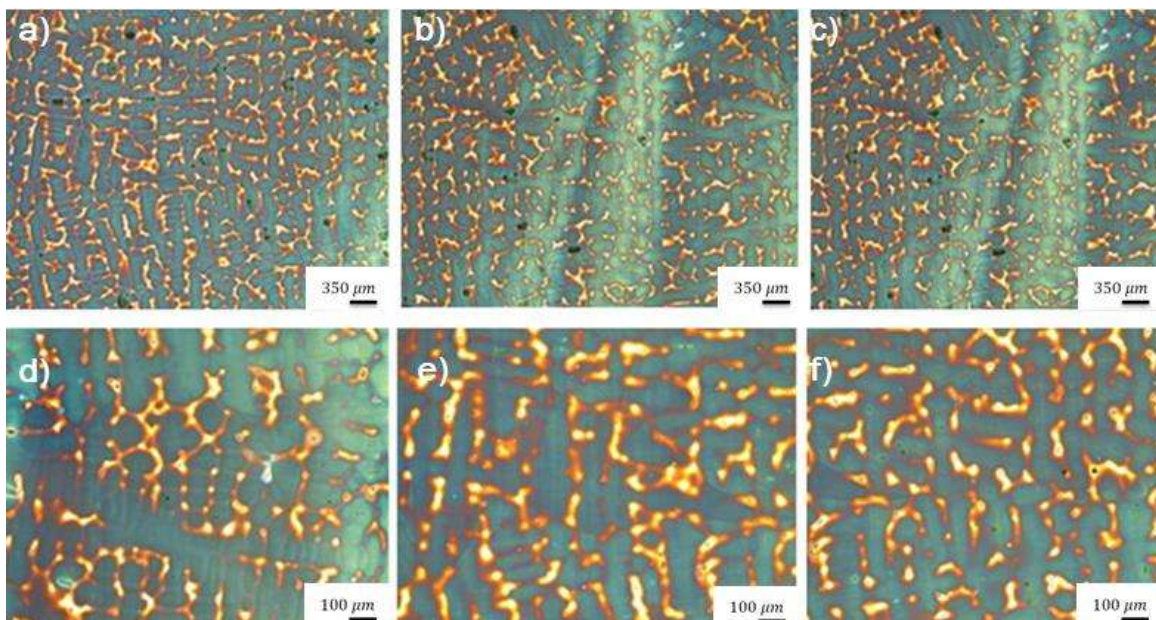


Figura 3.14 Microestructuras del 5° de 45 mm de espesor escalón en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.1.6 Probeta 6 (55 mm de espesor)

En la **Figura 3.15** se muestran las micrografías del último escalon, el cual debido a sus dimensiones, tuvo más tiempo para la extracción de calor, es por esta razón que las dimensiones de su eje dendrítico son mayores que la zona más delgada de la escalera.

Lan y col., [37] han determinado en su estudio de solidificación de un acero TWIP que la orientación cristalina de los granos equiaxiales es dispersa y homogénea, mientras que la de los granos columnares sigue la dirección preferencial $\langle 100 \rangle$. En la etapa inicial de solidificación, los granos nuclearon simultáneamente debido al fuerte efecto de enfriamiento. Entonces solo crecieron continuamente los granos con una orientación $\langle 100 \rangle$

preferencial paralela a la dirección del flujo de calor. Finalmente, cuando el flujo de calor y el gradiente de temperatura disminuyen a un nivel bajo, los granos en el centro del lingote nuclearon y crecieron a lo largo de la orientación aleatoria con un gran subenfriamiento.

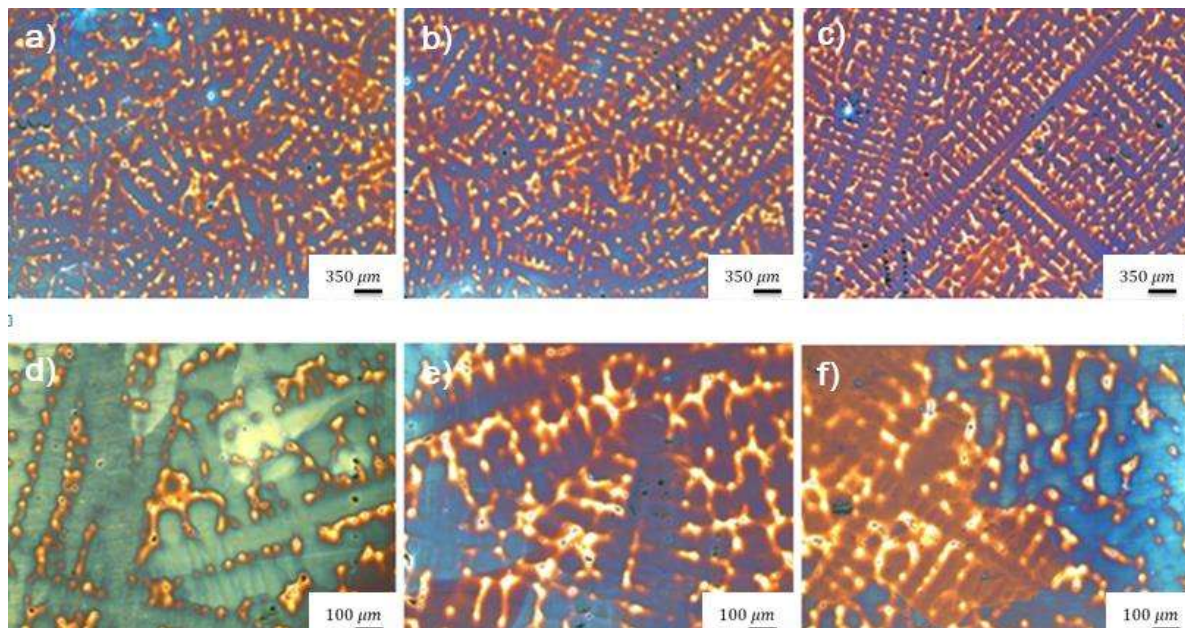


Figura 3.15 Microestructuras del 6° de 55 mm de espesor escalón en condición de colada en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.1.7 Tamaño de eje dendrítico condición de colada.

Las variaciones del tamaño dendrítico son atribuidas a la dirección de la extracción del calor, la cual es hacia las paredes del molde, sin embargo como se muestra en la **Figura 3.16** los valores de todos los escalones tienen una gran desviación estándar, el rango del tamaño del eje dendrítico va de 1470 a 1670 μm aproximadamente. Sasaki y col. [59] reportaron que la formación de estructuras dendríticas equiaxiales debido a los elementos microaleantes es ocasionada por la ampliación de la región de sobre-enfriamiento constitucional debido a la segregación de solutos hacia las dendritas primarias y debido a la acción de las partículas finas actuando como sitios de nucleación para las dendritas equiaxiales.

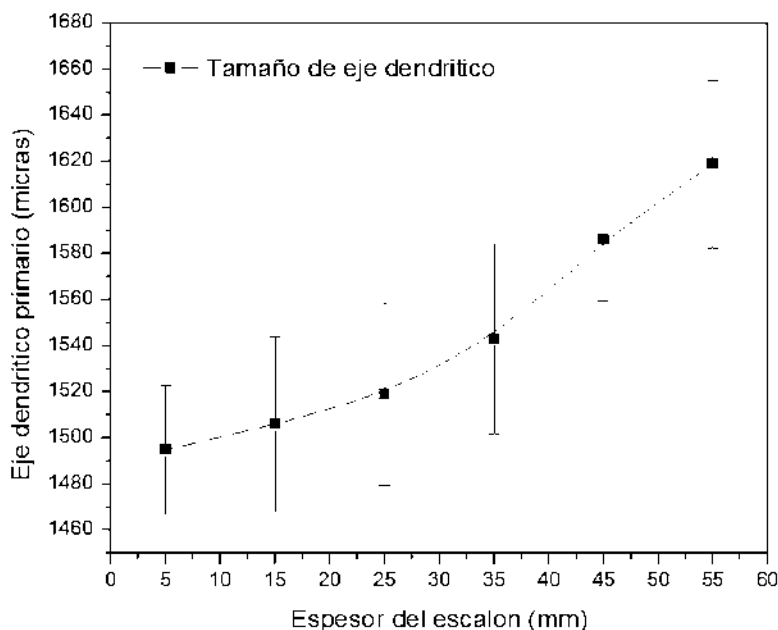


Figura 3.16 Tamaño del eje dendrítico en función de las diferentes velocidades de enfriamiento.

Lan y col. [37], encontraron que los tamaños medios de los granos columnares y equiaxiales son 0.9049 a 1.021 y 3.465 a 3.915 mm, respectivamente por simulación, mientras que son 0.9372 y 3.859 mm en la medición. En este caso, las probetas que se analizaron para este estudio.

3.4.2 Condición de tratamiento térmico de homogenización.

En la **Figura 3.17** se ilustran las micrografías obtenidas después del tratamiento térmico de homogenización en el escalón con mayor espesor (55 mm), el cual fue considerado para los diferentes tratamientos térmicos y termo-mecánicos de este trabajo de investigación. La imagen a) corresponde a una hora de permanencia por pulgada, la imagen b) a dos horas de permanencia por pulgada, la imagen c) a tres horas de permanencia por pulgada y finalmente la imagen d) a cuatro horas de permanencia por pulgada. En ellas se aprecia que se logró disolver la estructura dendrítica. Como consecuencia, el crecimiento de grano se hace más evidente con el incremento de la temperatura, así mismo a medida que aumenta el engrosamiento del grano la dureza del material comienza a disminuir.

El refinamiento del grano es uno de los mecanismos de fortalecimiento más importantes para mejorar la resistencia, especialmente el límite elástico. Ueji y col. [60] estudiaron el efecto del tamaño de grano sobre las propiedades de tracción del acero TWIP

Fe-31Mn-3Al-3Si. Ellos confirmaron que en el acero TWIP estudiado el límite elástico se incrementó mediante la refinación del grano a expensas de la ductilidad.

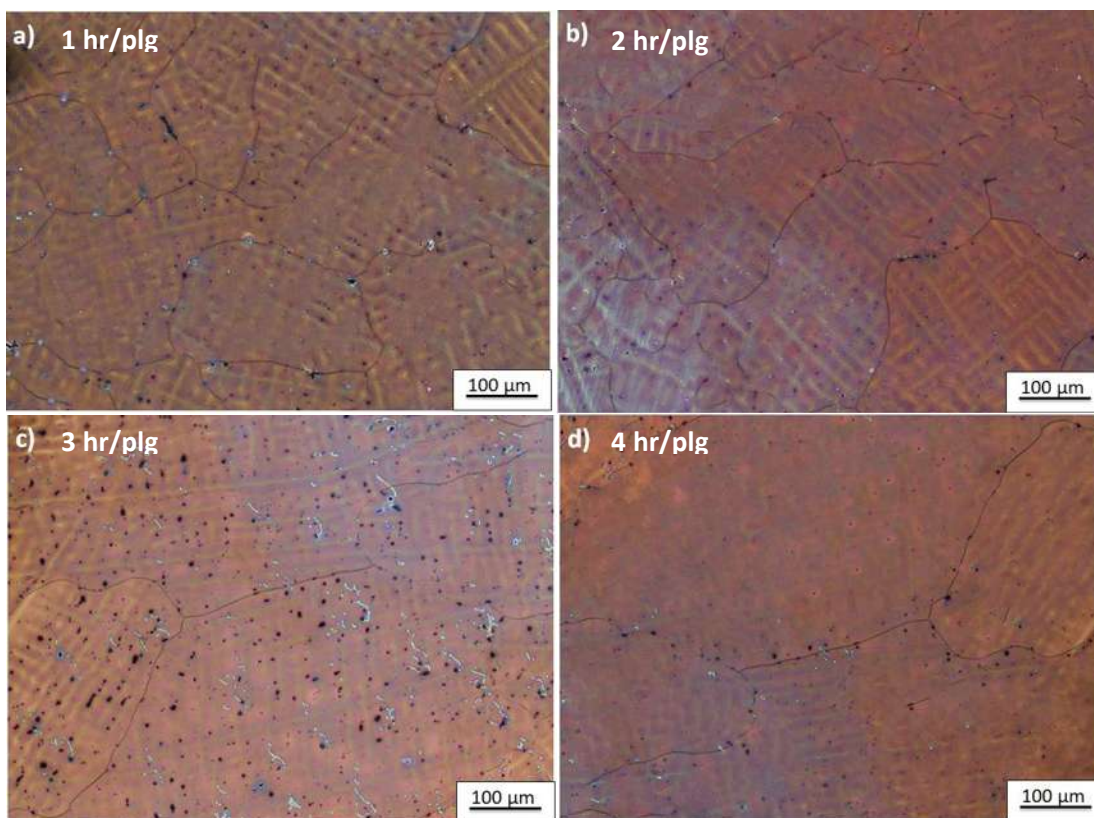


Figura 3.17 Microestructuras del tratamiento térmico de homogenizado a diferentes tiempos de permanencia a) 1 h/plg, b) 2h/plg, c) 3 h/plg y 4 h/plg en acero TWIP con Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.2.1 Tamaño de grano condición de tratamiento de homogenización.

En la **Figura 3.18** se representa el tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogenizado para el acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu. Es posible observar la tendencia de crecimiento, la cual es constante en las primeras tres probetas, mientras que a 4 horas de permanencia por pulgada aumenta drásticamente el tamaño de grano por comportamiento tipo Arrhenius donde el crecimiento se da de forma exponencial. Es natural encontrar este tipo de comportamiento luego del tratamiento térmico, ya que las altas temperatura y la exposición por tiempos prolongados fomenta la movilidad atómica, dando paso al reacomodo de los átomos y el desplazamiento de la interface para que crezcan los granos más grandes a expensas de los más pequeños. Con un tamaño de grano basto existe un decremento de la dureza, es por ello que se requiere corregir con un

acondicionamiento microestructural posterior por medio de recristalización dinámica para obtener mejores propiedades mecánicas.

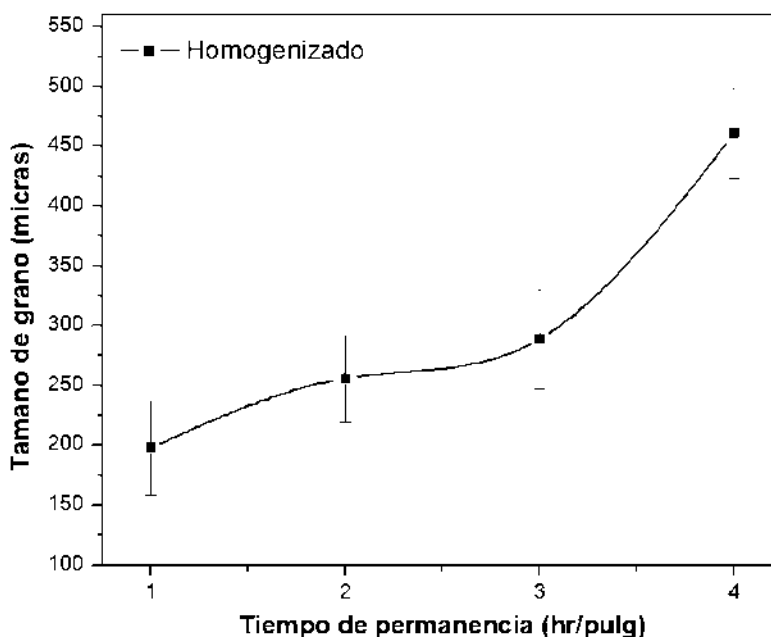


Figura 3.18 Tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogenizado.

El refinamiento del grano es uno de los mecanismos de fortalecimiento más importantes para mejorar la resistencia, especialmente el límite elástico. Por lo tanto, Ueji y col. [60], estudiaron el efecto del tamaño de grano sobre las propiedades de tracción del acero TWIP Fe-31Mn-3Al-3Si. Como se esperaba, el límite elástico se incrementó mediante la refinación del grano a expensas de la ductilidad.

3.4.3 Condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

3.4.3.1 Primera laminación.

El propósito fundamental del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente es corregir el crecimiento de grano basto que se obtuvo del anterior tratamiento térmico de homogenización. Ya con el material homogéneo en cuanto a composición química, un refinamiento de grano proporciona mejores propiedades mecánicas. Sin embargo, como se muestra en las **Figura 3.19** se aprecia que la recristalización, tal como se esperaba se dio principalmente en los límites de grano, provocando un tamaño de grano bimodal, por ende el aumento de la dureza por recristalización dinámica discontinua solo se aprecia en estas

zonas. También se observan los granos alargados en sentido de la laminación y con zonas con granos recrystalizados y la formación franjas donde el tamaño de grano es muy pequeño.

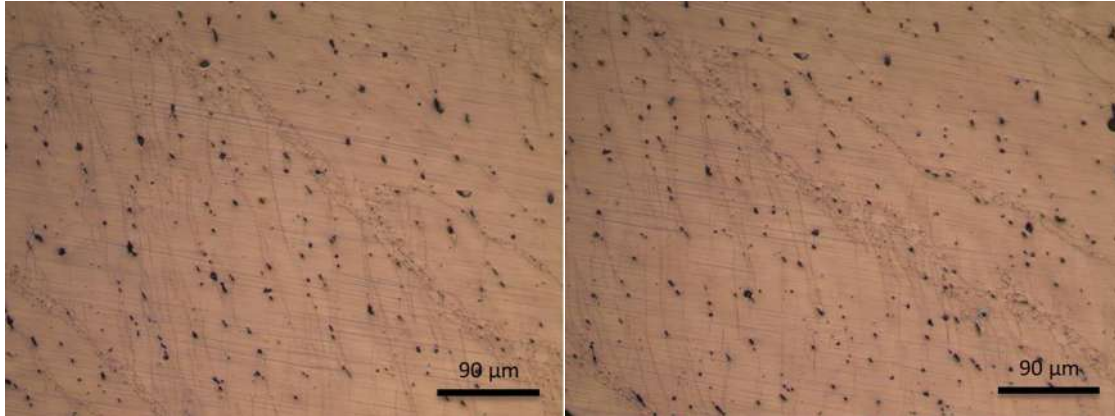


Figura 3.19. Recristalización dinámica discontinua durante la primera laminación en caliente del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.3.2 Segunda laminación.

El fin de llevar a cabo una segunda laminación en caliente, fue principalmente aplicar más energía al sistema para que recrystalizaran nuevos granos y así poder tener una microestructura más homogénea y al mismo tiempo aumentar la dureza. En la **Figura 3.20** se observa claramente que, si bien el tamaño de grano difiere un poco, es mucho menor esta diferencia que en la microestructura de la primera laminación.

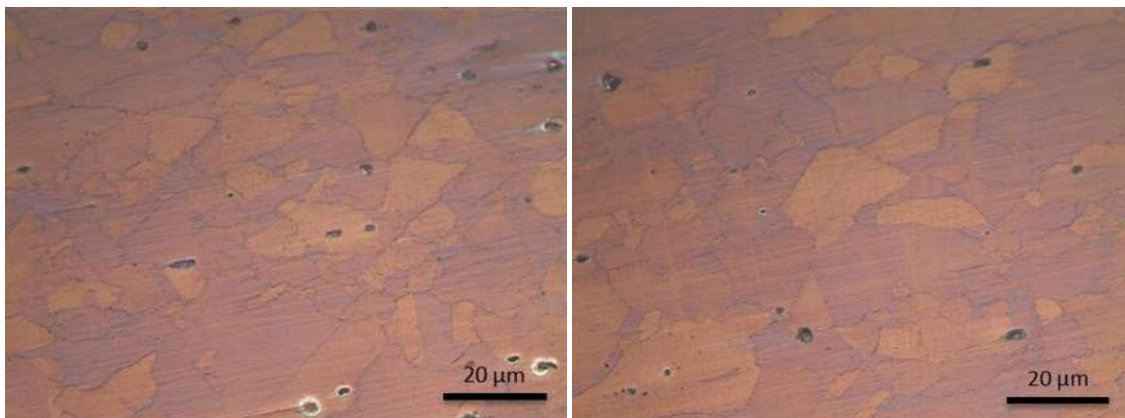


Figura 3.20 Recristalización dinámica durante la segunda laminación en caliente del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu.

3.4.3.3 Tamaño de grano en condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

En la **Figura 3.21** se ilustra gráficamente el tamaño de grano luego del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. Las diferencias son notables entre la primera y segunda laminación, los granos grandes son producto del primer tratamiento térmico de homogenización, debido a la deformación plástica estos se alargan en dirección del sentido de laminación mientras que los nuevos granos formados durante la recristalización alcanzaron tamaños de grano de hasta 10 micras después de la segunda laminación.

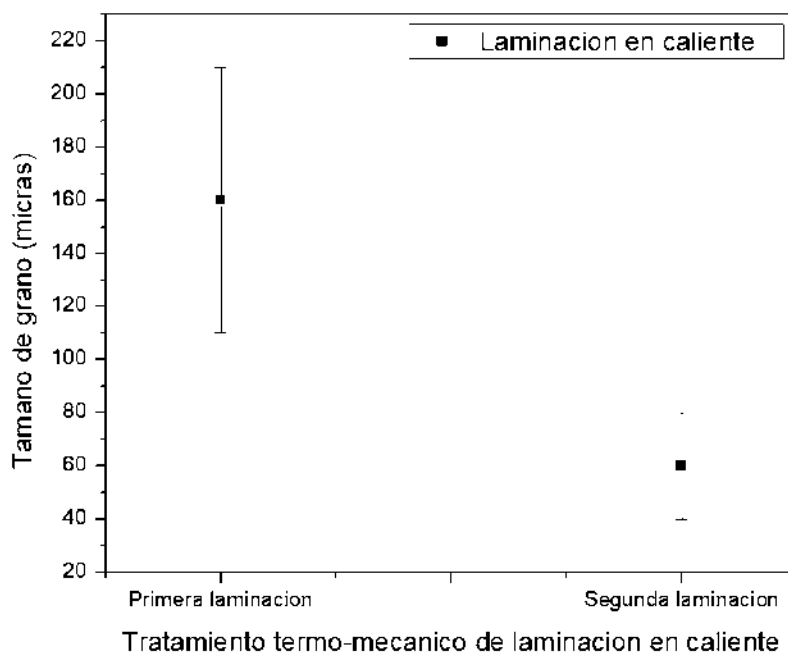


Figura 3.21 Tamaño de grano después del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

3.4.4 Condición de tratamiento térmico de solubilización.

En la **Figura 3.22** se pueden observar las imágenes obtenidas después del tratamiento térmico de solubilización. El crecimiento del grano debido a la exposición a altas temperaturas fue inevitable, sin embargo el efecto de tamaño bimodal se pierde posterior al tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. La formación de maclas de recocido también fue un efecto secundario del tratamiento térmico de solubilización.

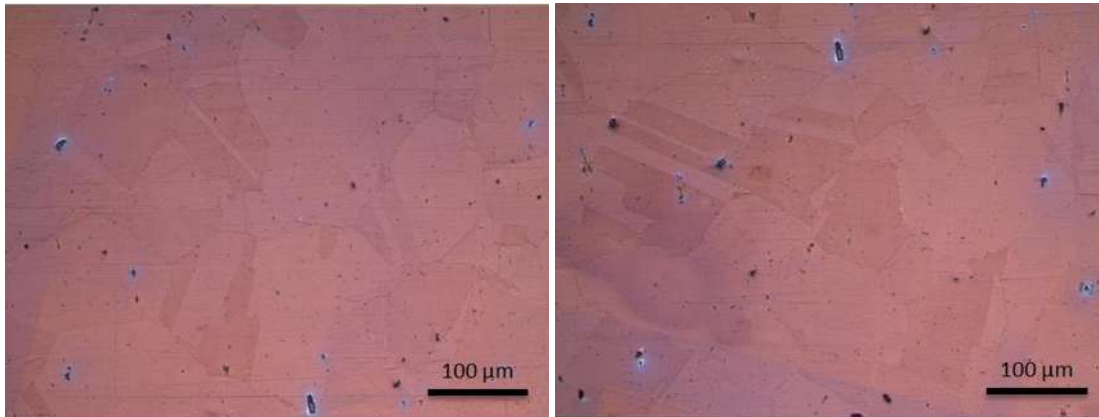


Figura 3.22 Microestructura de un acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu posterior al tratamiento térmico de solubilización.

3.4.4.1 Tamaño de grano en condición de tratamiento de solubilizado.

En la **Figura 3.23** se muestra el tamaño de grano en condición de solubilizado. Esta condición se realizó en la placa posterior a la laminación en caliente donde la temperatura de permanencia fue de 1200°C/h. Al aumentar la temperatura el tamaño de grano creció, sin embargo se logró homogenizar la diferencia entre los granos alargados y los granos recrystalizados durante el tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

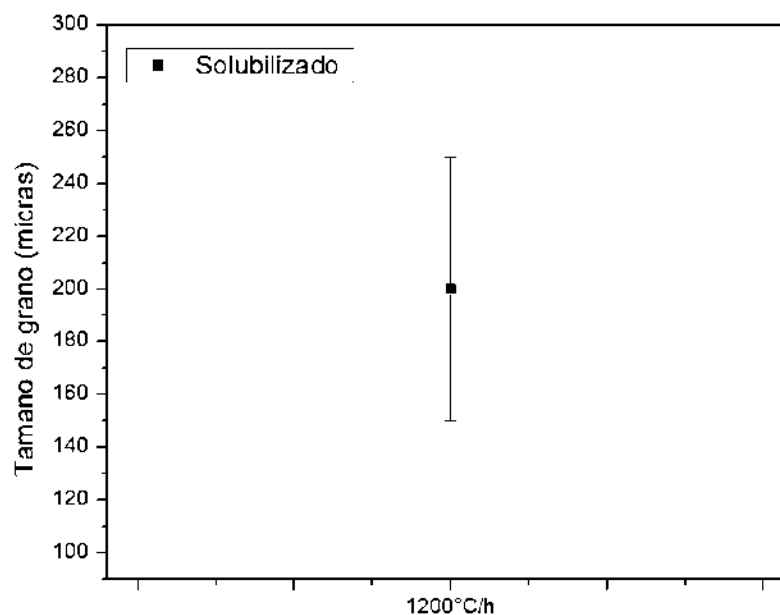


Figura 3.23 Tamaño de grano después del tratamiento térmico de homogenizado.

3.5 Microscopía electrónica de barrido (SEM).

3.5.1 Condición de colada.

Para la caracterización de partículas precipitadas se utilizó el microscopio electrónico de barrido, mediante la técnica de réplicas de carbono se obtuvieron las micrografías presentadas en las **Figuras 3.24, 3.25 y 3.26**.

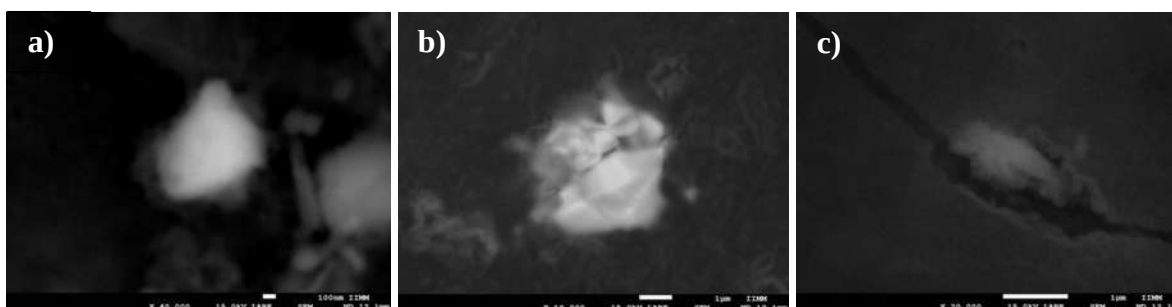


Figura 3.24 a) Óxido de hierro, b) carburo de cromo, c) carburo de silicio.

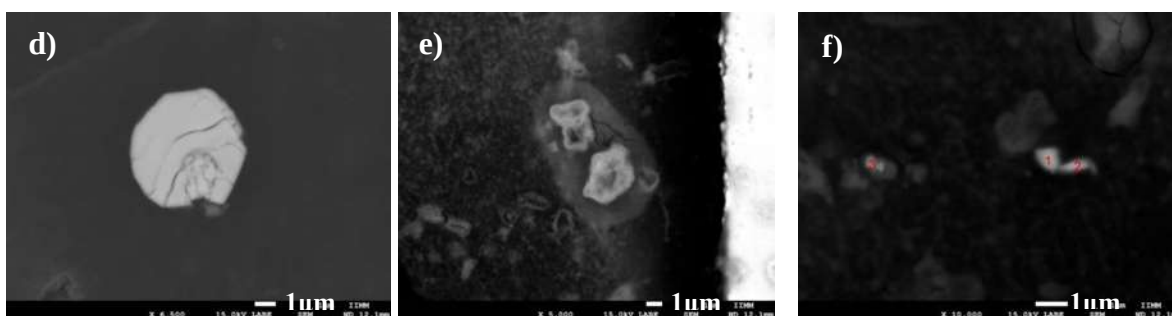


Figura 3.25 d) Carburo de cromo, e) carburo de hierro, f) carburo de molibdeno.

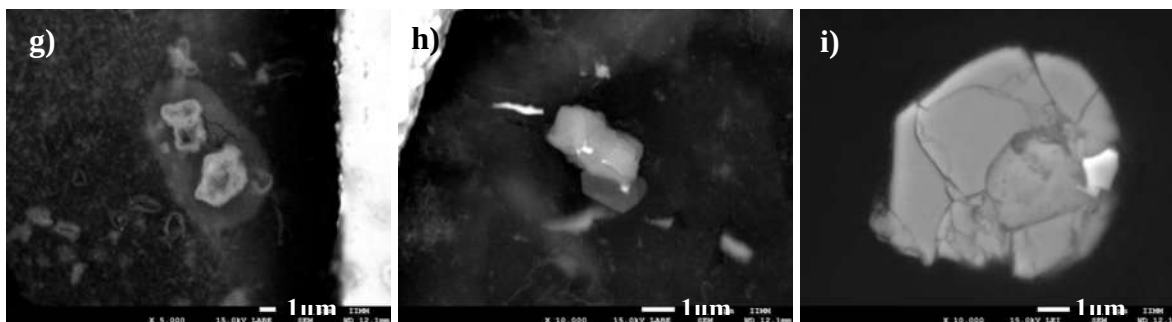


Figura 3.26 g) Nitruro de aluminio y carburo de cromo, h) Nitruro de aluminio y carburo de cromo, i) Carburo de cromo.



En la **Tabla 3.2** se muestra el análisis químico de los precipitados detectados, el cual dio como resultado la naturaleza de los diferentes precipitados dentro de la matriz metálica. Principalmente se caracterizaron partículas complejas, según la teoría de nucleación y crecimiento de precipitados, las primeras en formarse funcionan como agentes nucleantes para la formación de nuevas partículas, es por esta razón que se encontraron en su mayoría, nitruros de aluminio y sulfuros de manganeso (ya que estas están presentes desde altas temperaturas) aunados a diferentes tipos de carburos. Por otro lado, la formación de partículas precipitadas y localizadas en los límites de grano suelen provocar un tamaño de grano bimodal, es decir que su gran diferencia de tamaño de grano se debe al anclaje de estas partículas limitando el crecimiento de algunos granos.

Tabla 3.2 Análisis químico por EDS de las partículas precipitadas.

%	a)	b)	c)	d)	e)	f)	g)	h)	i)
Mn	0.5	27.0	-	29.5	2.8	15.5	11.1	3.9	22.4
Al	-		-	-	-	-	6.5	27.4	-
C	26.0	17.3	77.9	20.3	30.0	28.6	39.3	25.5	24.6
Si	1.2	2.5	7.4	2.6	0.7	1.5	2.0	0.6	1.7
Cr	-	3.6	-	4.3	-	3.8	3.0	1.2	3.3
Ni	-	1.4	-	1.5	-	-	0.7	-	1.8
Mo	-	7.4	-	-	-	6.4	3.9	0.8	-
Fe	47.7	32.2	2.4	32.3	28.6	27.3	12.7	4.8	26.2
O	24.3	7.2	12.1	3.3	37.6	16.6	8.3	28.0	6.3
P	-	0.9	-	0.8	-	-	-	-	0.7
N	-	-	-	-	-	-	11.8	7.6	-
S	-	-	-	4.9	-	-	0.2	0.1	11.6

Es importante resaltar que De Cooman y col. [24], aseguran que el Al segrega en límites de grano durante la solidificación, y genera compuestos intermetálicos de bajo punto de fusión, tal como Fe_2Al_5 en límites de grano, que tiene un punto de fusión de

1170°C, lo cual produce pobres propiedades mecánicas en condición de colada. Por lo tanto, el Al debe ser mantenido en un nivel bajo.

3.5.1.1 Análisis line scan.

Otra técnica complementaria utilizada en el microscopio electrónico de barrido es “Line Scan”, el cual hace un barrido lineal en una zona que atraviesa una zona interdendrítica. En la **Figura 3.27** se muestran las micrografías correspondientes al barrido, así como la variación del contenido de elementos de cada zona. En esta figura se demuestra el alto nivel de segregación que tiene principalmente en Mn, disminuyendo el contenido de Fe drásticamente.

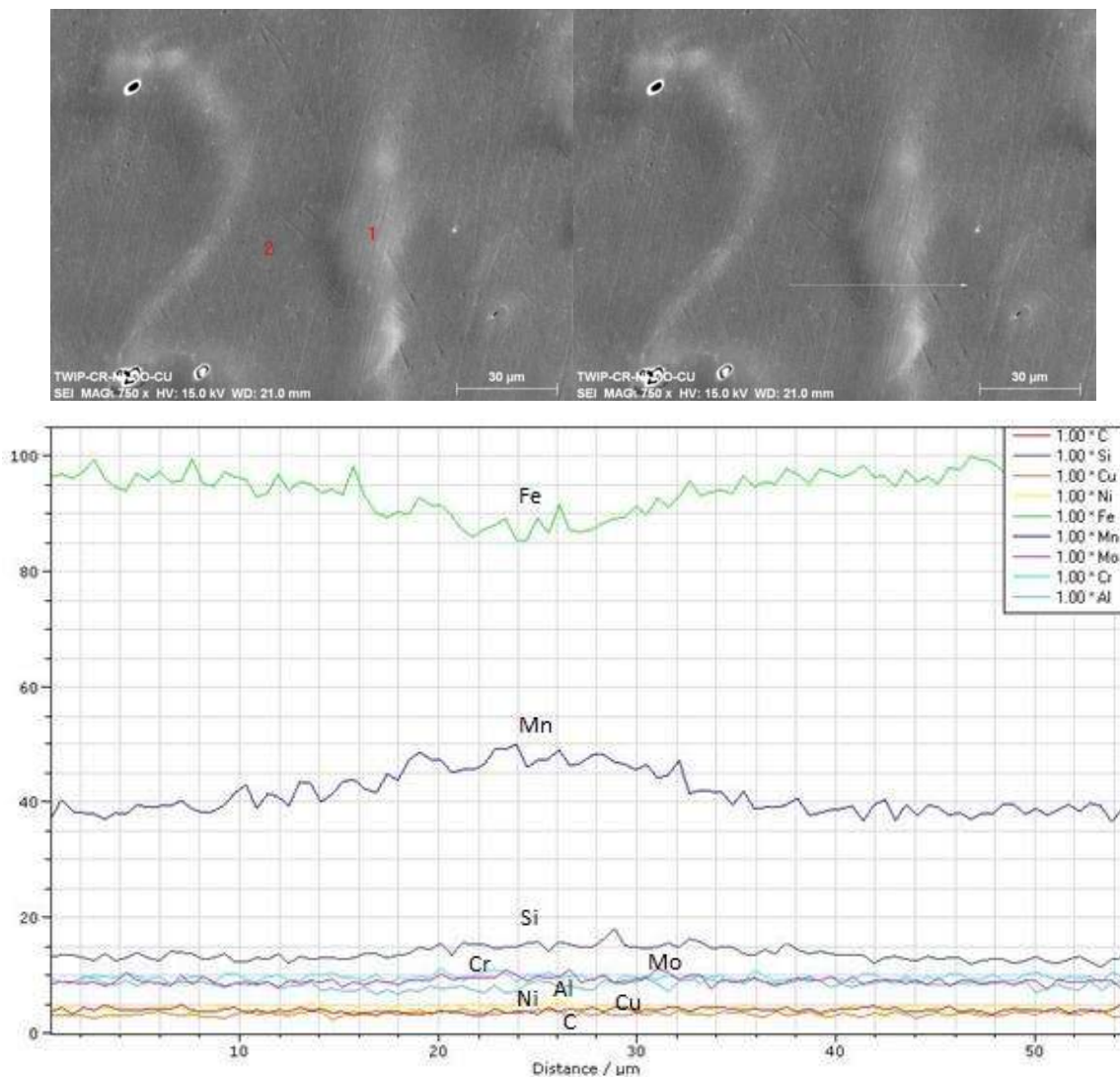


Figura 3.27 Line Scan en zona interdendrítica la cual mide el grado de segregación.



Otra de las consecuencias más importantes en este tipo de sistemas lo han reportado Liu y col. [20] quienes encontraron que los efectos de la segregación de C por adición de Mn, es el factor más predominante de la pérdida de ductilidad en caliente con incrementos de contenido de Mn en aceros TWIP.

4.5.1.2 Mapeo químico elemental.

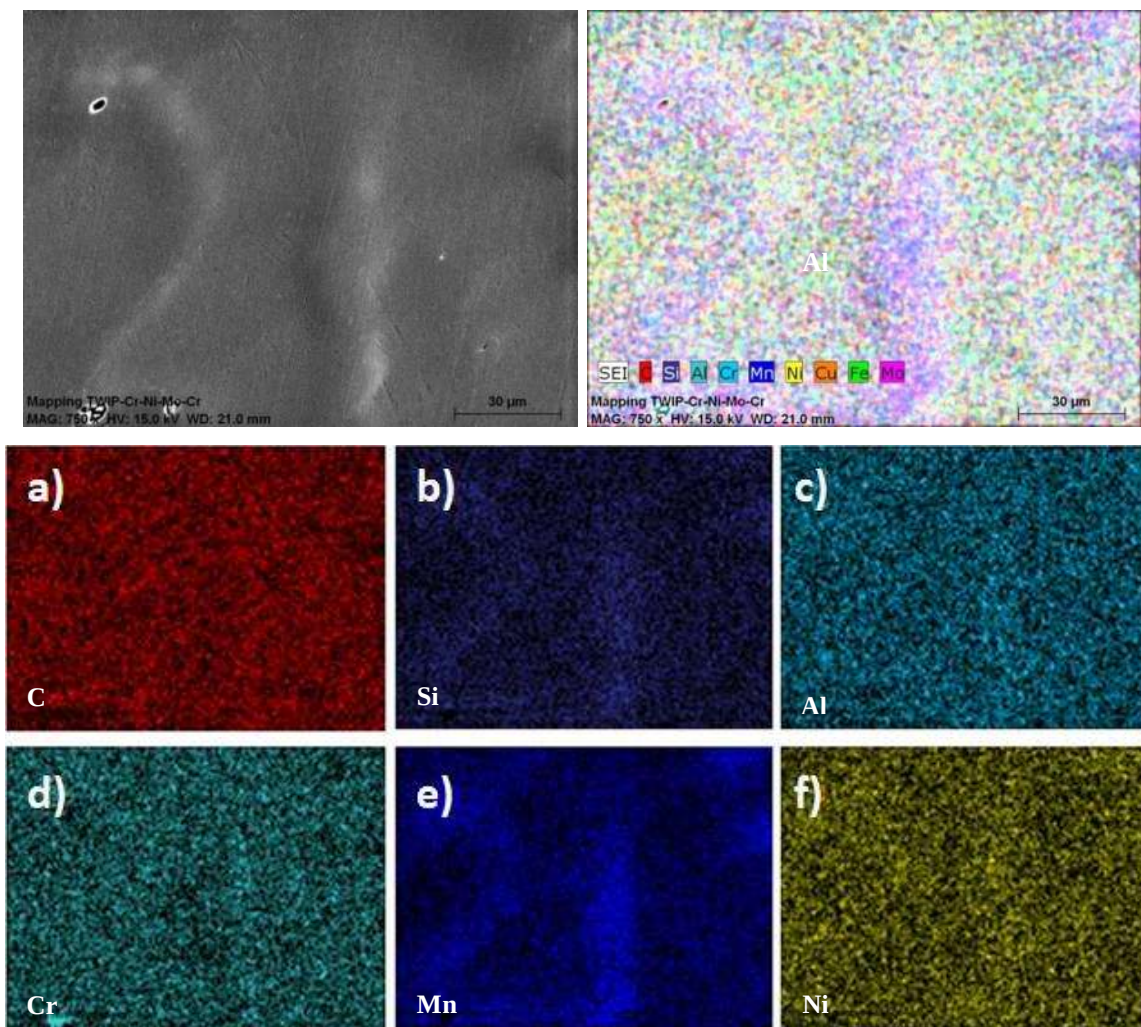
El mapeo químico elemental se realizó en la misma zona interdendrítica, donde se colorea cada elemento según el nivel de concentración que presente. En la **Tabla 3.3** se resumen los mapeos químicos realizados con esta técnica y se puede observar una alta segregación de los elementos sobretodo en la zona interdendrítica. Se encuentra un alto contenido de Mn segregado, las altas concentraciones van desde el 24 al 44% en estas zonas.

Tabla 3.3 Composición química de la zona dendrítica e interdendrítica (% en peso).

Punto	Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe
1	24.8	0.26	1.41	1.79	4.13		2.43	0.92	61.94
2	20.7	0.27	0.86	1.74	2.28	2.61	2.2	0.5	69.14
3	30.5		2.71	2.36	2.99		5.09	13.23	35.74
4	20.4	0.6	1.15	1.79	1.98	1.96	2.18	1.66	66.96
5	23.6	0.31	1.25	1.54	2.6	2.74	2.36	0.82	64.89
6	21.4	0.27	0.9	1.61	2.34	2.7	2.22	0.56	67.69
7	30.1		2.77	3.21	3.27	3.92	4.8	11.59	34.16
8	31.4	0.03	2.22	1.27	4.28	3.72	2.9	2.35	53.1
9	20	0.3	0.92	1.6	2.13	3.08	2.26	0.52	70.85
10	32.5		3	1.49	3.82		5.57	16.58	38.14
11	19.4	0.3	0.75	1.35	2.98	3.17	2.11	0.41	68.09
12	23.6	0.32	1.31	1.54		4.07	2.62	0.83	67.37
13	19.7	0.35	0.89	1.66	2.22	2.83	2.26	0.48	69.18
14	44.7	4.52	0.14	1.36		7.72	1.46		19.96
15	22.7	0.29	1.1	1.53	2.78	3.18	2.36	0.65	65.07
16	26.2	0.22	1.45	1.46	3.21	3.3	2.56	0.98	60.28
17	35.4	4.59	0.9	1.45	3.78	7.77	3.71		32.3
18	23.4	0.26	1.14	1.54		4.06	2.51	0.8	66.55

19	29.3	0.13	2.15	1.36	3.89	3.38	2.66	2.14	52.34
20	4.6	49.22							3.66
21	2.3	54.4							1.04
22	19.3	27.92		2.18					

En la **Figura 3.28** se muestra nuevamente el Mn segregado por rechazo de soluto en la zona interdendrítica, así como el Mo, Al y Si. De Cooman y col. [24] encontraron que mientras que los átomos de Cu y Ni forman preferentemente embriones en la austenita FCC, la interacción entre los átomos de Cr parece tener una preferencia por la segregación planar. En presencia, tanto de C y Mn, como es el caso de los aceros TWIP, los enlaces C-Cr se ven favorecidos.



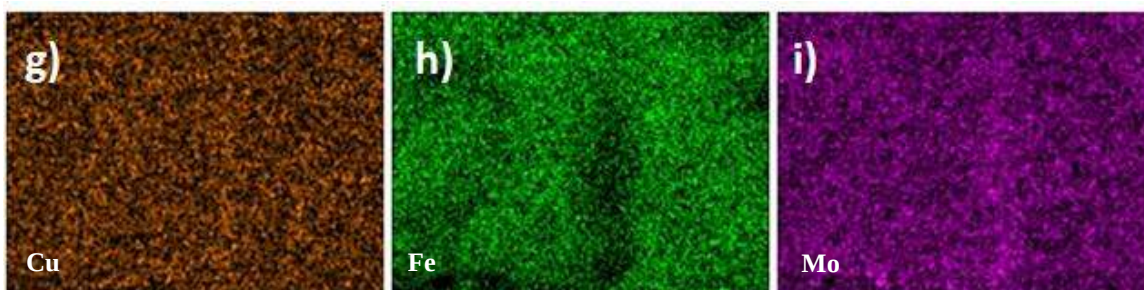


Figura 3.28 Mapeo químico de los elementos presentes en el sistema TWIP adicionado con Cr-Ni-Mo-Cu en condición de colada.

3.5.2 Condición de tratamiento térmico de homogenización.

3.5.2.1 Homogenizado A) 1 h/pulg.

La **Figura 3.29** corresponde a la sección donde se realizó el análisis químico intergranular, se seleccionó estratégicamente la zona del line scan entre dos granos para analizar semi-cuantitativamente el grado de homogenización. Cabe mencionar que se tomaron 10 puntos para su comparación a lo largo de la línea.

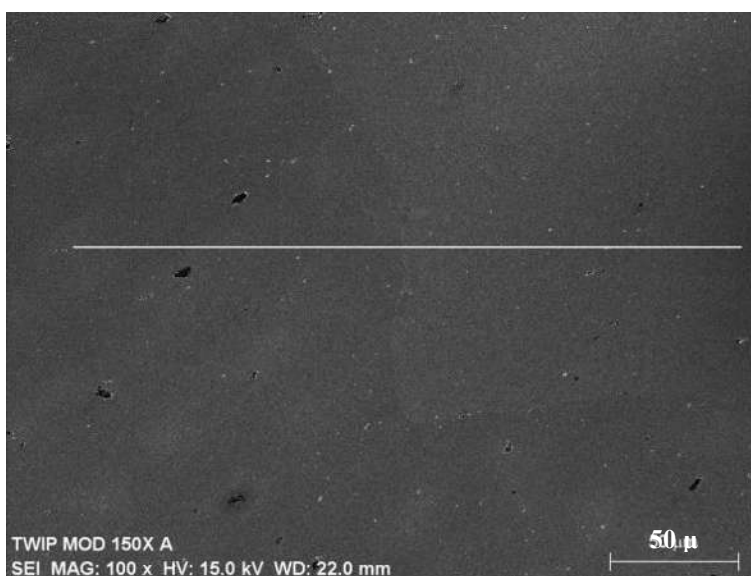


Figura 3.29 Line scan del acero TWIP con adición de Cro-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 1 hora de permanencia por pulgada y análisis químico del acero TWIP con adición de Cro-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 1 h/pulg.



Para facilitar el análisis químico, en la **Tabla 3.4** se resume las pequeñas variaciones de composición química de cada uno de los puntos obtenidos en el line scan. Al final se encuentra el promedio así como la desviación estándar remarcada con color amarillo.

Tabla 3.4 Composición química de la probeta a) 1 h/pulg.

Punto	Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe
1	21.9	0.39	1.31	1.9	2.39	2.48	2.27	0.97	66.11
2	22.3	0.33	1.32	1.9	2.54	2.54	2.44	0.9	65.8
3	20.8	0.42	1.24	1.96	2.26	2.14	2.21	0.91	68.37
4	20.5	0.47	1.15	2.02	2.33	2.5	2.25	0.84	67.39
5	22.9	0.38	1.4	1.87	2.54	2.69	2.34	1	64.75
6	22.3	0.4	1.3	1.95	2.58	2.59	2.29	0.92	65.92
7	20.5	0.42	1.17	2.03	2.27	2.27	2.3	0.86	68.04
8	20.9	0.4	1.18	2.01	2.49	2.35	2.24	0.93	67.84
9	22.5	0.36	1.28	1.85	2.58	2.57	2.31	1	65.03
10	23.6	0.39	1.46	2.01	2.84	2.63	2.42	1.13	63.21
Prom.	21.82	0.396	1.281	1.95	2.482	2.476	2.307	0.946	66.246
Desv. Est.	1.08	0.03	0.1	0.06	0.17	0.17	0.07	0.08	1.65

3.5.2.2 Homogenizado B) 2 h/pulg.

La **Figura 3.30** nos muestra la micrografía de la zona donde se realizó el análisis químico. Los criterios fueron los mismos. Así mismo el análisis químico mostrado es ilustrativo de los diferentes puntos que se realizaron.

En la **Tabla 3.5** se resume la composición química tomada de cada punto, su promedio y su desviación estándar. Es importante resaltar que esta medida va disminuyendo, en buena parte es atribuido a que el tiempo de permanencia va en aumento, dando tiempo a que los átomos difundan dentro de la matriz alcanzando un nivel de homogenización más grande.

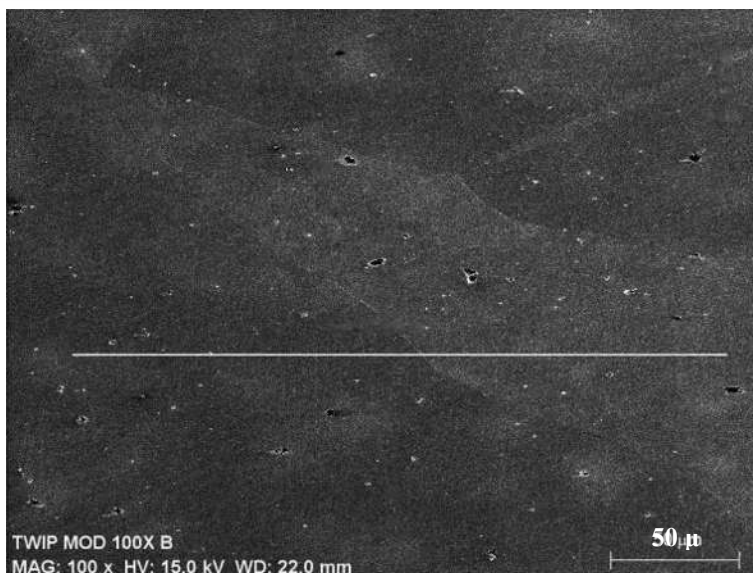


Figura 3.30 Line scan del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 2h/pulg y análisis químico del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 2 h/pulg.

Tabla 3.5 Composición química de la probeta b) 2 h/pulg.

Punto	Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe
1	22.14	0.35	1.34	2.11	2.88	2.78	2.37	1.1	64.9
2	22.71	0.37	1.39	2.07	2.99	3.04	2.39	0.94	65.91
3	21.55	0.37	1.25	2.18	2.9	2.7	2.22	0.9	68.4
4	21.08	0.41	1.2	2.11	2.31	2.87	2.2	0.79	67.39
5	21.26	0.4	1.21	2.12	2.53	2.86	2.24	0.84	64.73
6	22.22	0.42	1.25	2.16	3.01	2.76	2.28	0.97	65.92
7	21.2	0.4	1.25	2.12	2.42	2.92	2.33	0.94	68.08
8	21.34	0.39	1.27	2.09	2.7	2.84	2.17	0.94	67.84
9	20.73	0.42	1.17	2.07	2.2	2.49	2.24	0.79	65.41
10	20.773	0.43	1.19	2.06	2.39	2.54	2.15	0.8	63.2
Prom.	21.5	0.39	1.25	2.10	2.63	2.78	2.25	0.90	66.17
Desv. Est.	0.65	0.02	0.06	0.03	0.29	0.16	0.08	0.09	1.61

3.5.2.3 Homogenizado C) 3 h/pulg.

La **Figura 3.31** representan la probeta cuyo tiempo de permanencia fue de 3 h/pulg. A medida que aumenta el tiempo de permanencia también aumenta el tamaño de grano y el grado de homogenización de composición química.

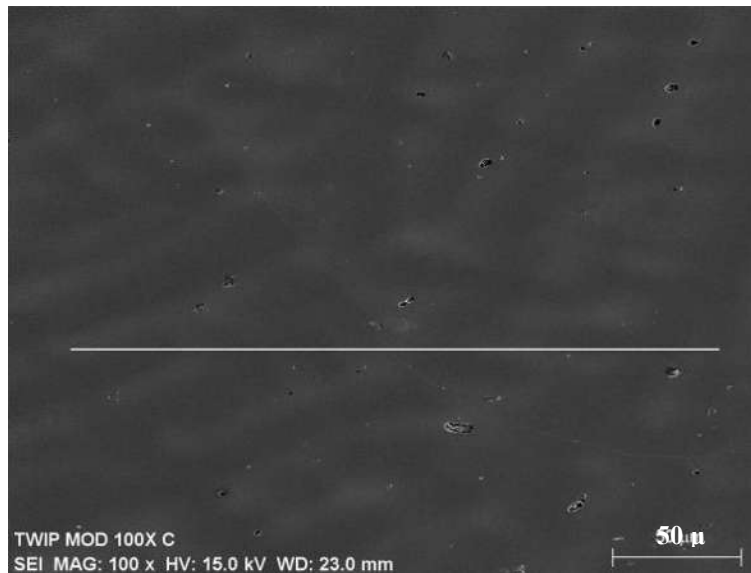


Figura 3.31 Line scan del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 3 h/pulg. y análisis químico del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 3 horas de permanencia por pulgada.

La **Tabla 3.6** muestra como las variaciones entre los valores más altos y más pequeños de composición química de cada uno de los elementos van disminuyendo. El grado de segregación por lo tanto se ha disminuido drásticamente. Las regiones interdendríticas en condición de colada las cuales variaban hasta 10 puntos ahora están por debajo de 0.36 en el caso del Mn, que es uno de los elementos que más tiende a la segregación intergranular.

Tabla 3.6 Composición química de la probeta c) 3 h/pulg.

Punto	Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe
1	22.17	0.33	1.27	2.2	2.67	2.82	2.35	0.93	64.81
2	21.32	0.37	1.26	2.16	2.42	2.96	2.31	0.95	66.54
3	21.71	0.35	1.26	2.16	2.85	2.71	2.3	0.95	65.63



4	22	0.35	1.29	2.07	2.53	2.51	2.22	0.9	64.8
5	21.85	0.44	1.24	2.13	2.84	2.86	2.2	1	67.37
6	22.06	0.39	1.25	2.13	2.67	2.58	2.3	0.91	65.3
7	21.26	0.37	1.11	1.74	2.98	3.1	2.15	0.74	65.62
8	21.3	0.35	1.15	1.74	2.83	2.88	2.15	0.77	65.67
9	22.02	0.33	1.19	1.77	3.07	2.88	2.14	0.81	64.05
10	21.34	0.34	1.13	1.83	2.96	2.92	2.18	0.75	65.12
Prom.	21.70	0.36	1.21	1.99	2.78	2.82	2.23	0.87	65.49
Desv. Est.	0.36	0.03	0.06	0.19	0.2	0.17	0.07	0.09	0.93

3.5.2.4 Homogenizado D) 4 h/pulg.

Finalmente la **Figura 3.32** representa la última condición del tratamiento térmico de homogenizado. Esta condición se determinó así para asegurar la homogenización de composición química, sin embargo el crecimiento de grano es muy grande y empobrece las propiedades mecánicas del material a pesar de que el grado de segregación en esta condición es la menor.

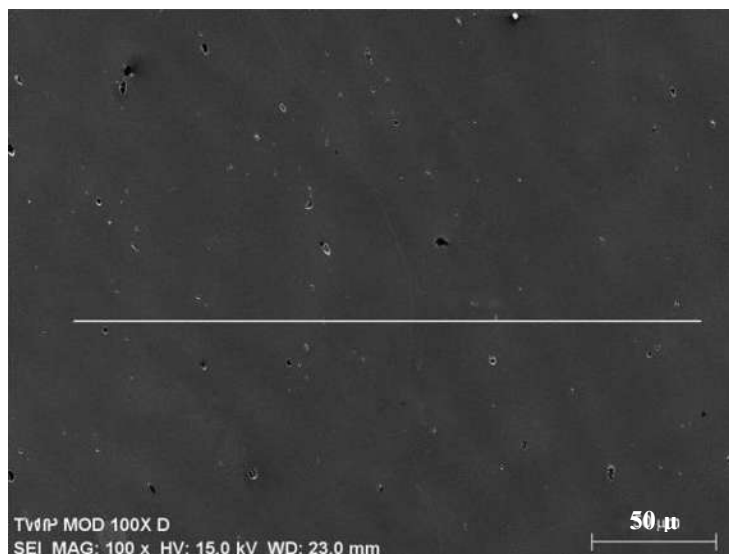


Figura 3.32 Line scan del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 4 horas de permanencia por pulgada y análisis químico del acero TWIP con adición de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de homogenización con 4 h/pulg.



En la **Tabla 3.7** se puede comprobar lo anterior, ya que las diferencias entre cada uno de los valores de composición química son menores que en las condiciones anteriores. El elemento con menos variación es el Al con tan solo 0.0314 puntos entre sus más altos valores y los más bajos.

Tabla 3.7 Composición química de la probeta d) 4 h/pulg.

Punto	Mn	Al	Si	C	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe
1	22.06	0.42	1.25	2.02	2.58	2.61	2.27	1.07	66.86
2	22.2	0.49	1.26	2.01	2.54	2.87	2.32	1.14	67.03
3	21.85	0.43	1.29	2.01	2.36	2.62	2.23	1.11	66.73
4	22.06	0.45	1.33	2.03	2.72	2.6	2.32	1.14	67.07
5	22.06	0.45	1.33	2.03	2.72	2.6	2.32	1.14	67.07
6	22.61	0.5	1.37	2.05	2.68	2.72	2.38	1.03	65.61
7	21.67	0.47	1.29	2.13	2.42	2.44	2.42	1.06	66.85
8	21.56	0.4	1.24	2.11	2.55	2.52	2.3	0.95	66.83
9	22.59	0.43	1.27	1.97	2.5	2.68	2.23	1.12	66.98
10	21.77	0.45	1.27	2.17	2.51	2.36	2.25	1	67.58
Prom.	22.04	0.44	1.29	2.05	2.55	2.60	2.30	1.07	66.86
Desv. Est.	0.35	0.03	0.04	0.06	0.12	0.14	0.06	0.06	0.49

3.5.3 Condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

3.5.3.1 Primera laminación.

En la **Figura 3.33 a) y b)** se puede apreciar la dirección de laminación y la recrystalización dinámica discontinua donde la formación de los nuevos granos se da alrededor de los granos alargados. También se pueden observar en c) y d) la presencia de partículas precipitadas debido a la primera laminación, ya que se indujo la energía suficiente para fomentar la formación de carburos, nitruros y sulfuros principalmente. Finalmente en e) y f) con un acercamiento se puede distinguir que las partículas precipitadas están en algunos puntos triples.

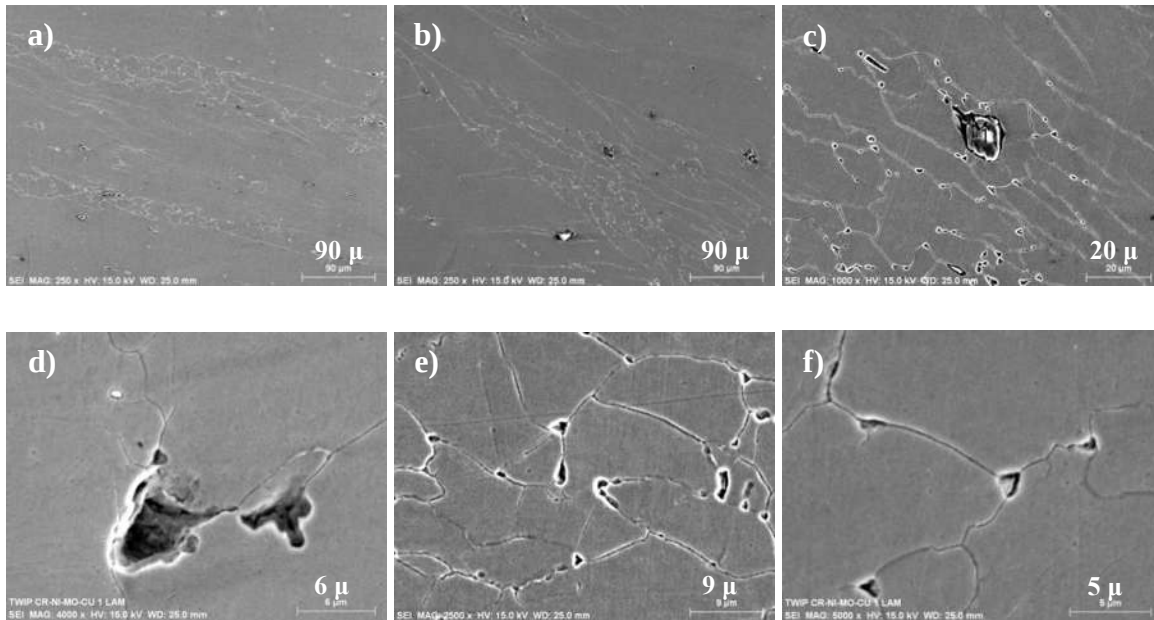
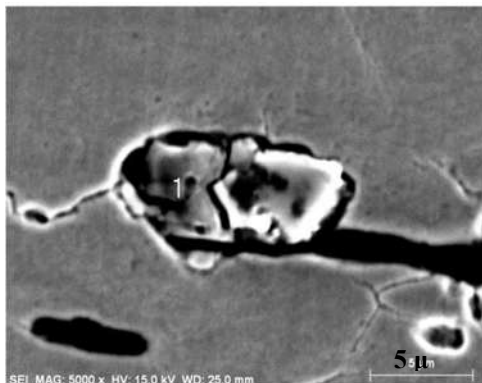


Figura 3.33 Micrografías a diferentes escalas de la primera laminación en caliente.

La **Figura 3.34** muestra una partícula precipitada. Por medio de un análisis químico puntual se caracterizó la composición química del precipitado en cuestión y se determinó que pertenece a un AlN. La presencia de titanio es evidencia de contaminación mientras que por la concentración de cobre podría tratarse del precipitado ϵ de Cu que se muestra el diagrama de fases en equilibrio. La recrystalización dinámica y la formación de precipitados benefician las propiedades mecánicas, sin embargo estos beneficios solo se ven reflejados si el tamaño de grano es homogéneo, la naturaleza y morfología es importante de igual manera ya que de los precipitados no tienen que provocar un empobrecimiento de un elemento en particular.

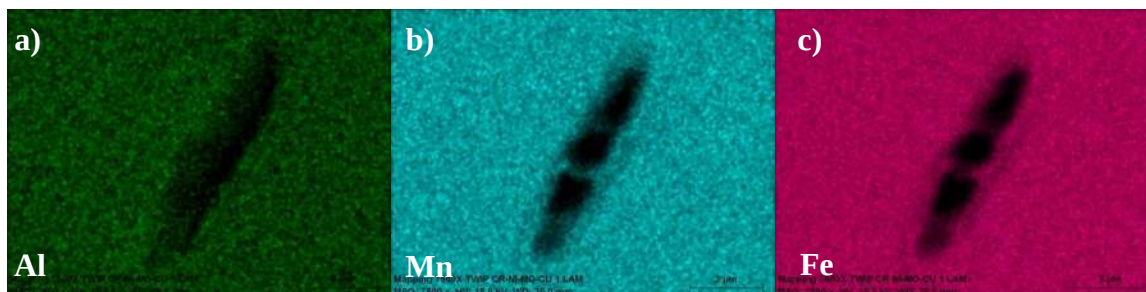
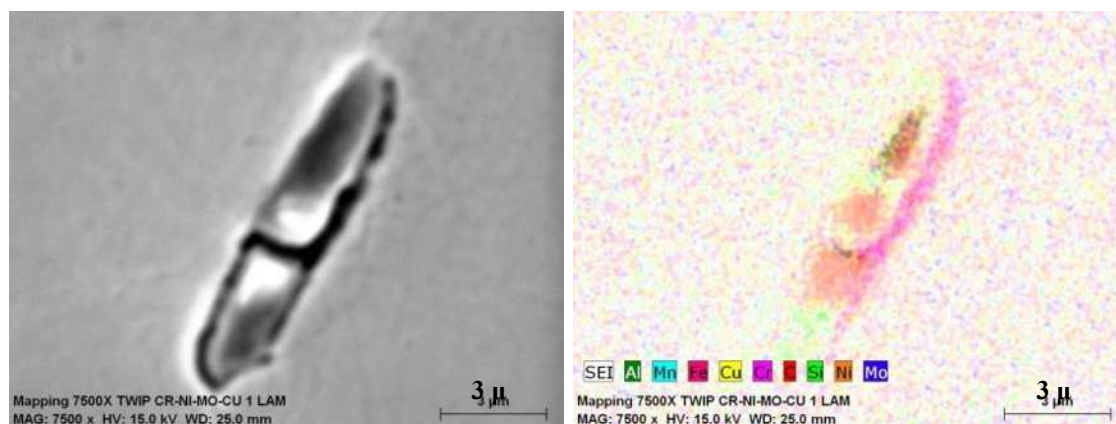


Elemento	Porcentaje en peso %
Al	42.9
N	53.4
Cu	1.3
Ti	2.6

Figura 3.34 Micrografía de nitruro de aluminio dentro de la matriz metálica del acero TWIP modificado.

3.5.3.1.1 Mapeo químico elemental.

La **Figura 3.35** corresponde a la caracterización de una partícula compleja por medio del mapeo químico. Aquí se puede observar la forma alargada de este precipitado, lo que indica una interfaz semicoherente con la matriz. Todos los elementos de aleación se encuentran presentes, sin embargo los colores que corresponden al carbono y silicio son los que mas iluminan la partícula, de esta forma se puede deducir que la naturaleza de este precipitado corresponde a un carburo de silicio, los cuales asocian una alta dureza al material. Por otra parte el molibdeno al cual se le asocia al color azul marino, se encuentra concentrado en la parte inferior de la partícula, por lo que también podría tratarse de un carburo de molibdeno, sin olvidar que la formación de partículas complejas juega un papel importante dentro de la teoría de nucleación y crecimiento de precipitados. El cromo, manganeso y cobre, se concentran enriquecidos a traves de la partícula.



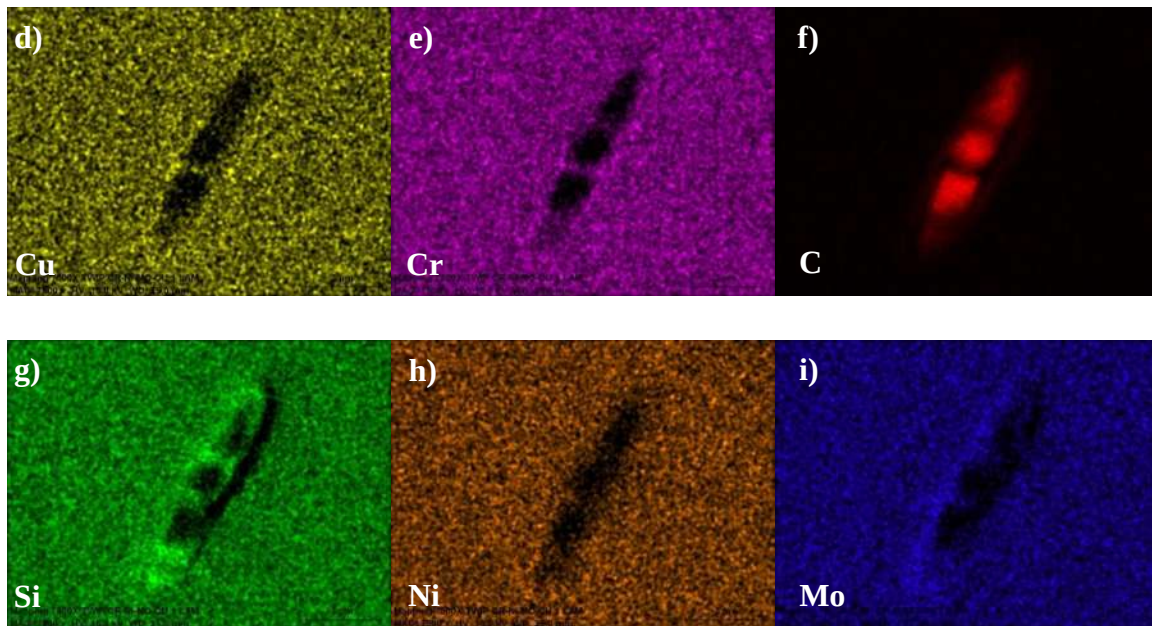


Figura 3.35 Mapping de una partícula compleja del acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de primera laminación.

3.5.3.2 Segunda laminación.

El objetivo de la segunda laminación fue llegar a una reducción de área total de 120%, aumentar la energía asociada y por ende llegar a un refinamiento de grano mayor y más uniforme, en la **Figura 3.36** a) y b) se puede observar que el tamaño de grano es más homogéneo y la presencia de los granos recristalizados es mayor, las maclas de deformación y de recocido se hacen presentes en la mayoría de las micrografías tomadas.

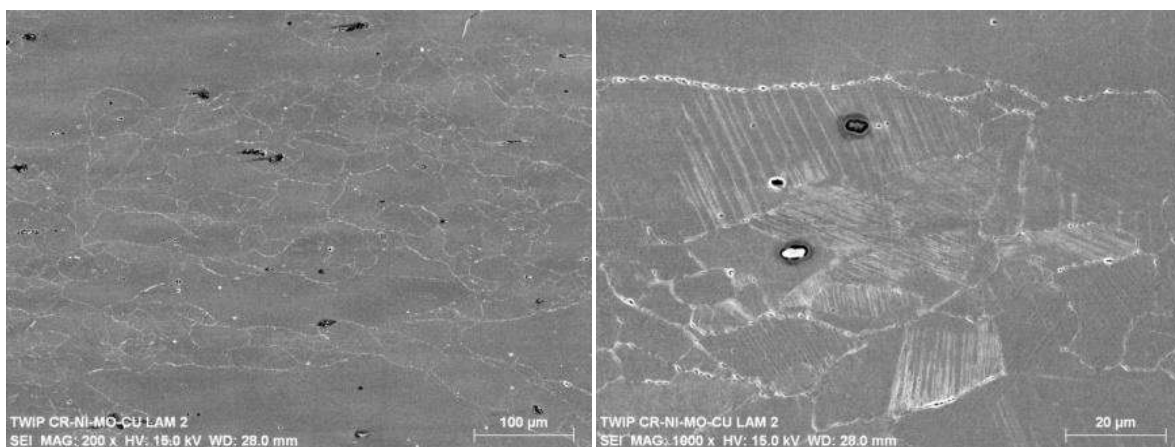


Figura 3.36 Micrografías a diferentes escalas de la segunda laminación en caliente.

En la **Figura 3.37** se muestra cinco diferentes partículas los cuales se analizaron químicamente de forma puntual como se observa en las **Figuras 3.38-3.42**.

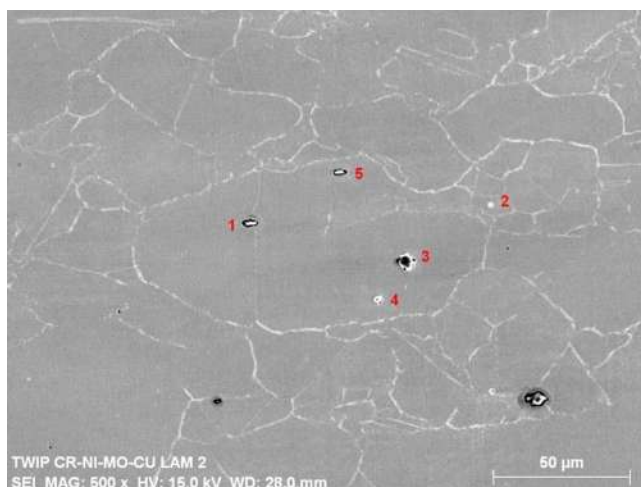
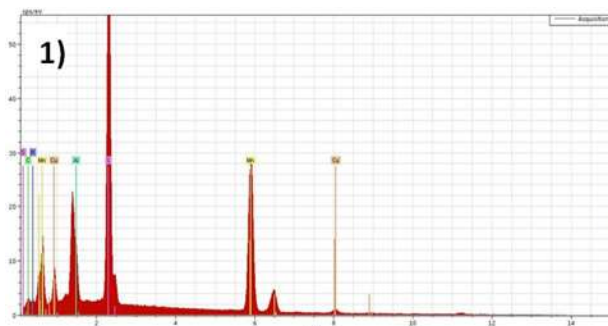
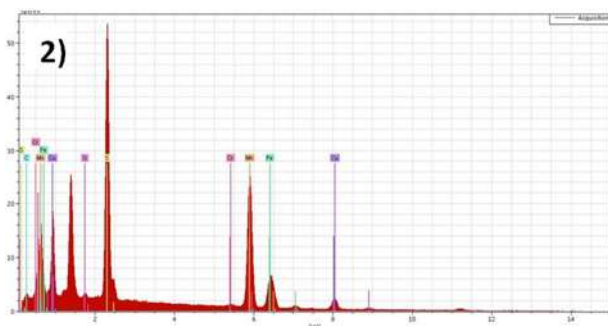


Figura 3.37 Partículas precipitadas en un grano recristalizado de la segunda laminación en caliente.



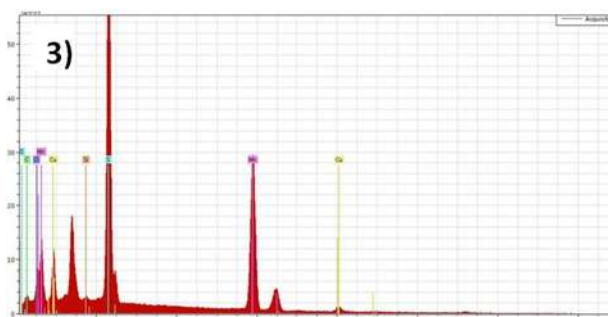
Elemento	Porcentaje en peso %
C	2.2
N	7.8
S	23.1
Mn	53.3
Cu	4.8
Al	8.9

Figura 3.38 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso, nitruro de aluminio y fase CU.



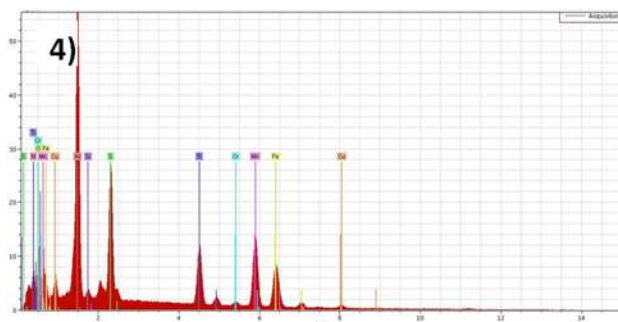
Elemento	Porcentaje en peso %
C	4.4
S	19.8
Mn	48.5
Fe	12.2
Cu	13.9

Figura 3.39 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso y fase CU.



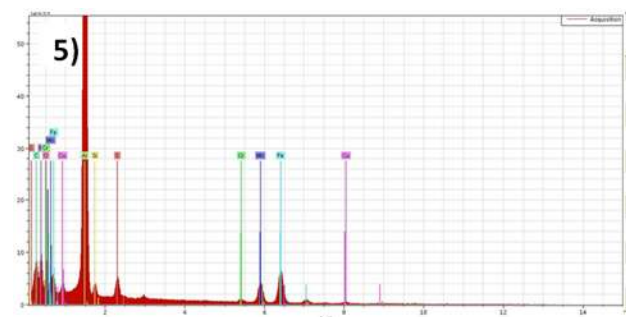
Elemento	Porcentaje en peso %
S	26.6
Mn	58.5
Cu	6.7
C	4.5

Figura 3.40 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso y fase CU.



Elemento	Porcentaje en peso %
N	13.3
O	6.7
Al	17.3
S	8.2
Cr	1.1
Mn	22.5

Figura 3.41 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso, nitruro de aluminio y fase CU.



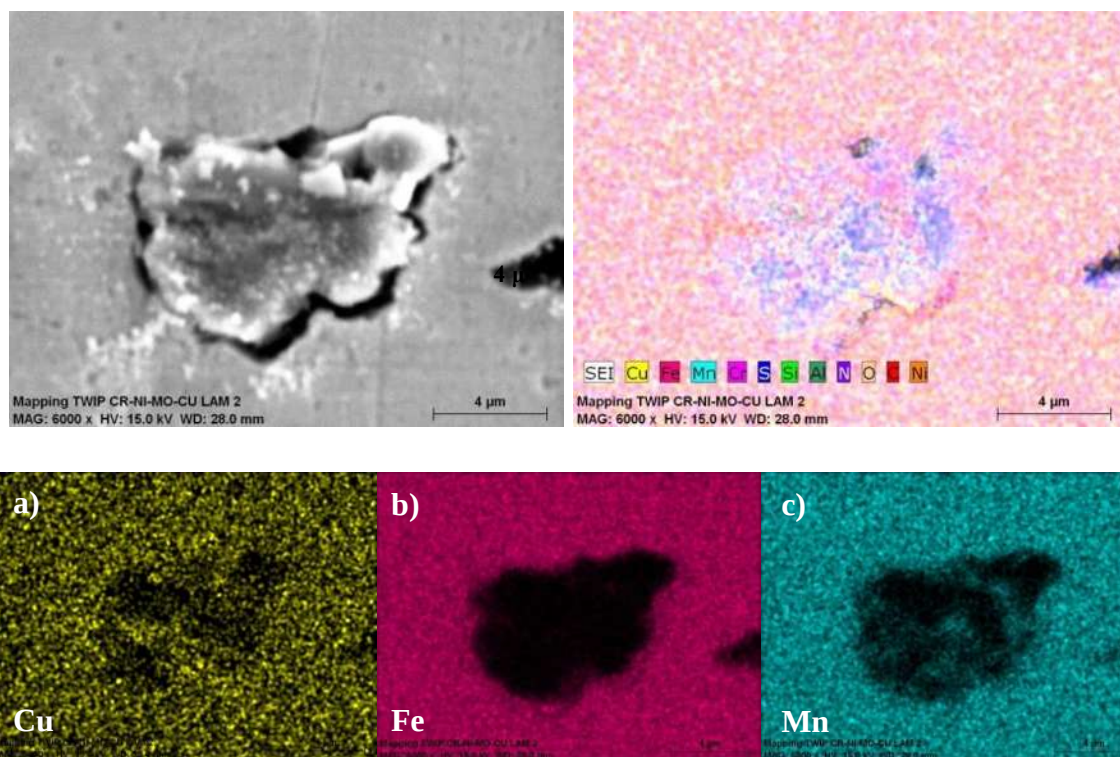
Elemento	Porcentaje en peso %
C	6.4
N	26.3
O	9.7
Al	35.8
S	1.8
Mn	6.1

Figura 3.42 Partícula compleja conformada de sulfuro de manganeso, nitruro de aluminio.

La mayoría de los precipitados de esa zona corresponde a la misma naturaleza, nuevamente el MnS y AlN se hacen presentes, y la razón es que su formación se lleva a cabo desde el baño fundido, a muy altas temperaturas, es por ello que no se disolvieron mediante tratamientos térmicos. Por otra parte la caracterización de precipitados de CU puede complementarse por microscopía electrónica de transmisión, ya que se detecta minimamente mediante estas técnicas.

3.5.3.2.1 Mapeo químico elemental.

La **Figura 3.43** corresponde a un mapeo químico de una partícula precipitada en la segunda laminación en caliente. De nuevo, se puede observar que los colores que se resaltan son nitrógeno, aluminio, azufre, manganeso y cobre, dando lugar a AlN, MnS y Cu- ϵ . Durante el proceso de laminación se lleva a cabo un reacomodo atómico debido a la difusión por las altas temperaturas y la reducción de área y la inducción de energía para que se fomente la recristalización y la formación de segundas fases. Sin embargo, el exceso de la formación de partículas precipitadas y el tamaño de grano bimodal, representan problemas para las propiedades mecánicas y su falta de homogeneidad entre una zona y otra, lo cual ocasiona un decremento las propiedades del material TWIP modificado. Es por ello que requiere un tratamiento posterior de solubilizado y así disolver la mayoría de las partículas y que regresen a la matriz en solución sólida.



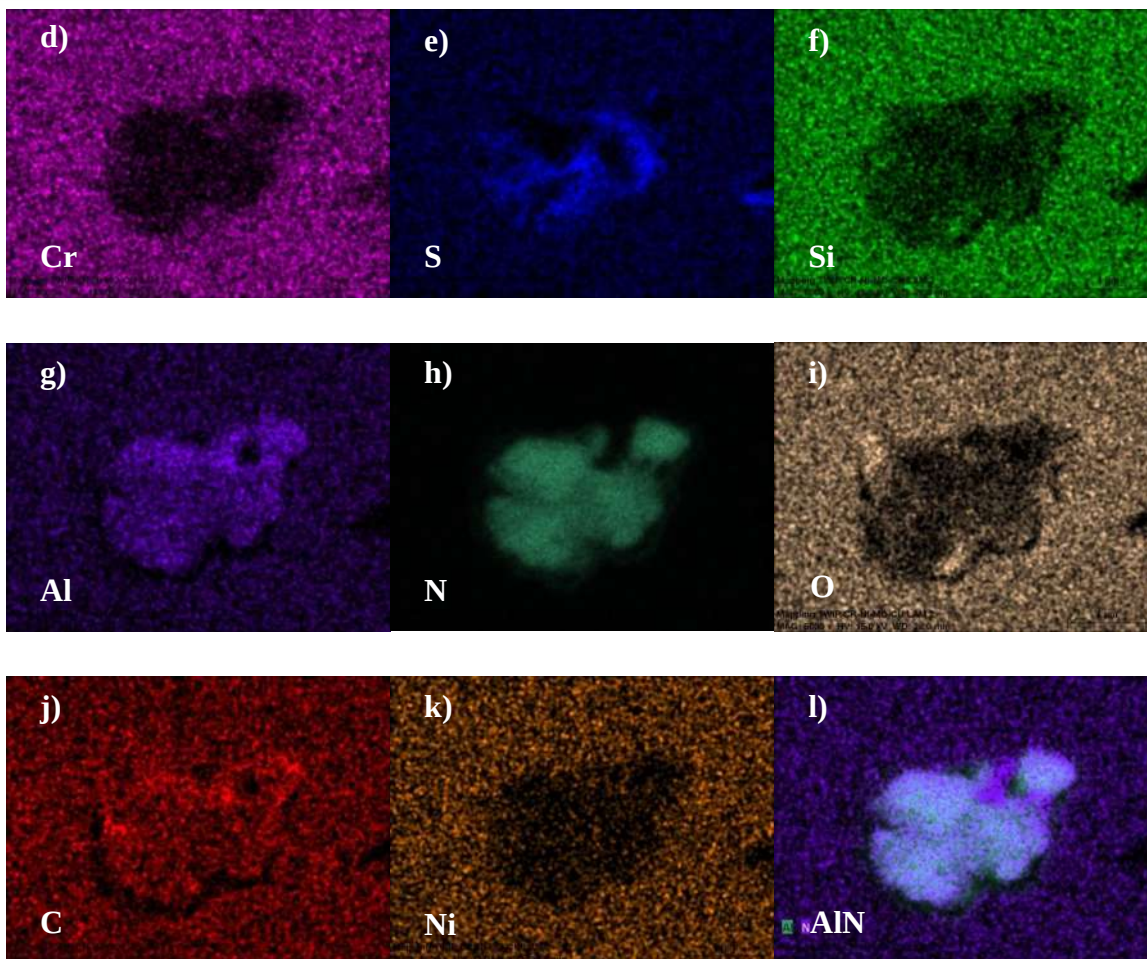


Figura 3.43 Mapping de una partícula compleja del acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu en condición de segunda laminación.

3.5.4 Condición de tratamiento térmico de solubilización.

En la **Figura 3.44** se muestran las micrografías tomadas con el microscopio electrónico de barrio a 100x donde se observa el crecimiento de grano que se obtuvo por el tratamiento térmico de solubilizado. A pesar que el objetivo principal de este tratamiento es la disolución de carburos, en especial los precipitados que son afines con el Cr para evitar una sensibilización del material frente a la corrosión, el crecimiento de grano fue inevitable frente a la exposición de las altas temperaturas durante el tratamiento térmico. El tamaño de grano promedio de esta condición ronda las 200 μm y es de gran importancia porque repercute directamente en las propiedades mecánicas del material.

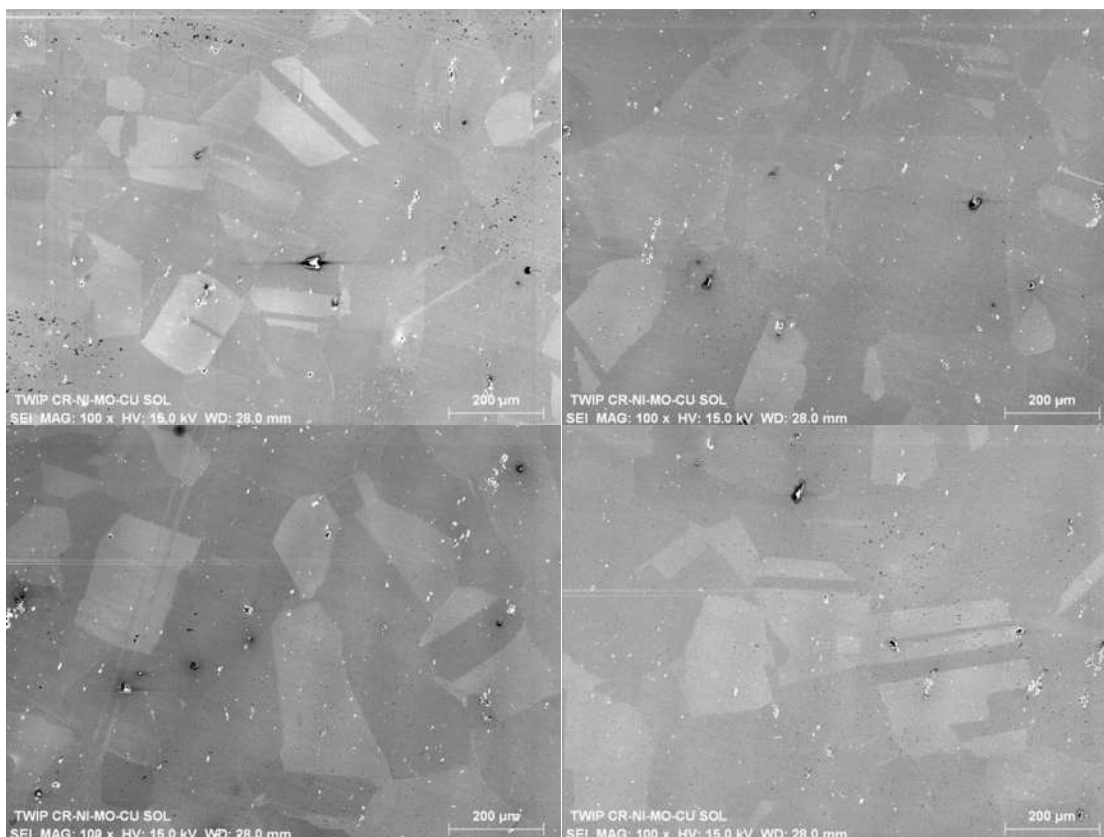


Figura 3.44 Micrografías del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado a 100x.

Se realizó una extensa revisión bibliográfica a cerca de las temperaturas de tratamientos térmicos de solubilizado en aceros TWIP, en el cual se concluyó que la temperatura promedio rondaba los 1150°C, temperatura que fue elegida para realizar este tratamiento, sin embargo con la ayuda de JMatPro y los diagramas de equilibrio del material bajo estudio TWIP –Cr-Ni-Mo-Cu (ver **Figura 3.2**) indica que la formación de carburos empieza a los 820°C. Es decir que realizar el tratamiento térmico a 850°C pudiera ser una opción viable para asegurar la disolución de carburos y evitar un crecimiento de grano prominente, sin embargo se requerirá de tiempo extremadamente largo.

Zhang y col. [61], estudiaron la variación en el tamaño del grano en función de los parámetros de recocido que se muestra en la **Figura 3.45**. Se revela que el grano de la matriz en el acero TWIP de Fe-22Mn-0.5C crece obviamente a medida que aumenta la temperatura de recocido. Además, la velocidad de crecimiento de los granos recrystalizados en la muestra recocida a 850°C y 950°C es mucho mayor que la de 650°C y 750°C. Para un

tiempo de recocido dado, el tamaño de grano de la muestra aumenta constantemente a medida que aumenta la temperatura de recocido.

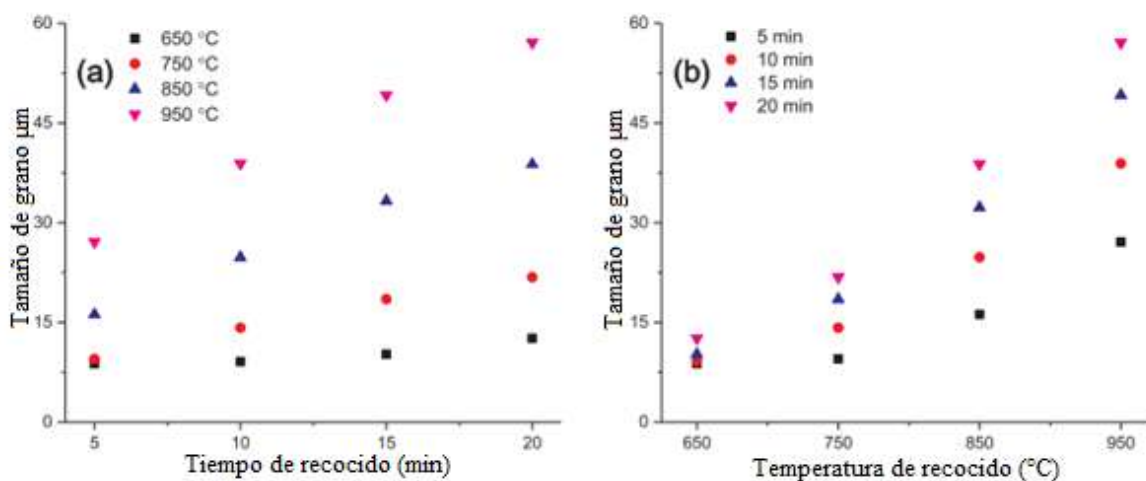


Figura 3.45 Variación del tamaño de grano en función del tiempo de recocido en un acero TWIP Fe-22Mn-0.5C. a) tiempo de recocido, b) temperatura de recocido [61].

Kang y Jung reportaron que hay una temperatura de engrosamiento durante el proceso de recocido del acero TWIP austenítico, por encima de la cual el grano crece más rápidamente [62]. Para el acero TWIP Fe-18Mn-0.6C-1.5Al en esa investigación, la temperatura de engrosamiento es de aproximadamente 840°C. Yuan y Chen [63] analizaron la evolución del tamaño de grano del acero TWIP Fe-25Mn-3Cr-3Al-0.3C a diferentes temperaturas de recocido. Vieron que los granos recristalizados se vuelven mucho más gruesos a partir de 900°C. Saleh y Gazder [64] observaron la evolución de la microestructura del acero TWIP Fe-24Mn-3Al-2Si-1Ni-0.06C durante el recocido. Se confirmó que el engrosamiento del grano en la matriz recristalizada se vuelve obvio cuando se recoce a 850°C. En este estudio, los granos recocidos de acero Fe-22Mn-0.5C TWIP comienzan a crecer más rápidamente a partir de 850°C. Se puede inferir que debe haber una temperatura de engrosamiento entre 750 y 850°C para el acero Fe-22Mn-0.5C TWIP en esta situación investigada. Este resultado también está de acuerdo con las conclusiones obtenidas por Kang y Jung [62], y Saleh y Gazder [64, 65]. La muestra recocida a 950°C con granos más grandes muestra una evolución de tensión-deformación similar a la recocida a 850°C durante un cierto tiempo de recocido. Este fenómeno también fue observado por Kang y Jung [62, 66], Rahman y Vorontsov [67], Dini y Ueji [60, 68]. La

ley de Hall-Petch puede explicar que la muestra está influenciada linealmente por la raíz cuadrada del tamaño del grano. Aunque los tamaños de los granos son mayores en la muestra recocida a 950°C que a 850°C, las raíces cuadradas en estos dos casos no presentan una diferencia tan grande.

En la **Figura 3.46 a), b) y c)** se observa la formación de maclas de recocido durante el tratamiento térmico de solubilización. En **d)** se puede observar una partícula precipitada de morfología interesante en medio del límite de macla, en **e) y f)** se puede apreciar un acercamiento del interior de la macla donde se puede observar pequeñas líneas, las cuales indican las direcciones características de maclado.

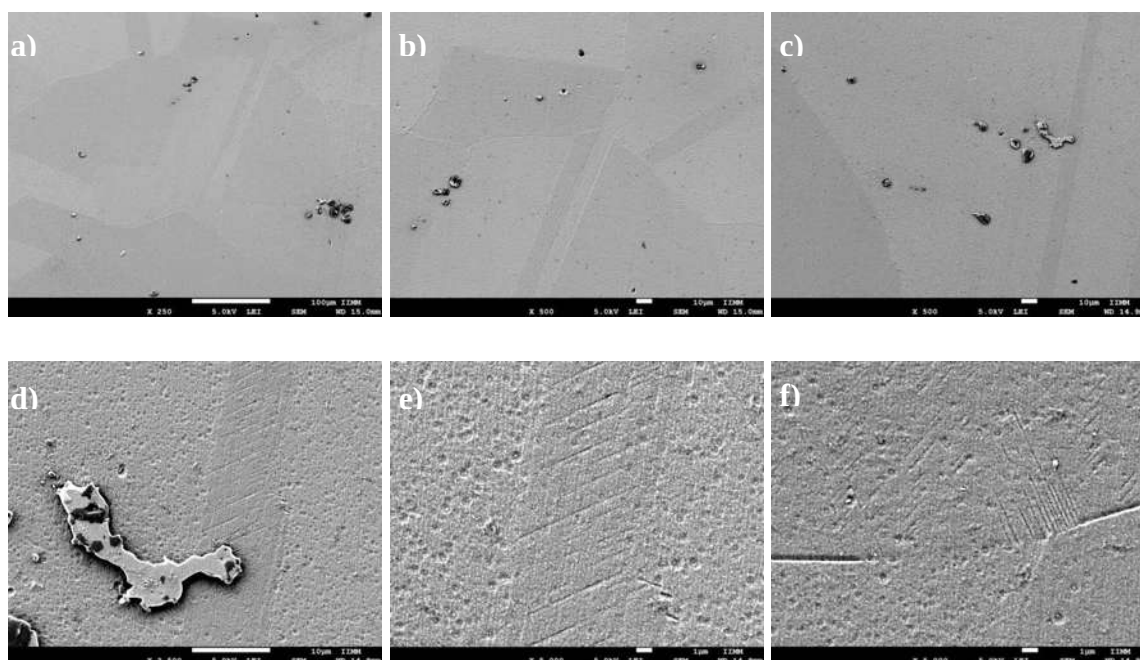


Figura 3.46 Formación de maclas de recocido durante el tratamiento de solubilización.

En la **Figura 3.47 a), b) y c)** se puede observar tres líneas que están en el límite de grano y continúan a lo largo del mismo. Estas líneas no deben confundirse con líneas de lija ya que la simetría que tienen y al estar presentes justo en las fronteras de grano indican que pertenecen a un tipo de fenómeno metalúrgico que se llevó a cabo por la difusión de los átomos a altas temperaturas y/o durante el enfriamiento posterior al tratamiento térmico. En **d), e) y f)** nuevamente se hizo un acercamiento al punto triple y la formación de estas

pequeñas líneas con orientación bien definida, reiterando que puede estar influenciada por las direcciones cristalográficas y direcciones preferenciales de crecimiento.

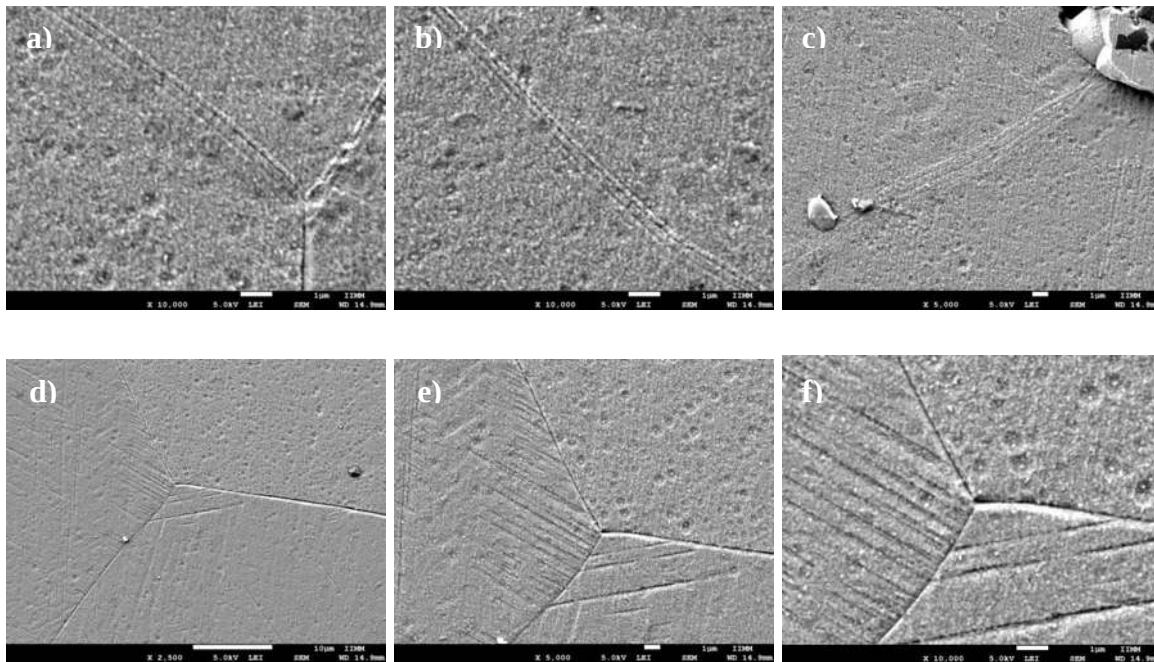


Figura 3.47 Punto triple y la formación de maclas de recocido.

La **Figura 3.48** corresponde al mapeo químico elemental de una partícula posterior al tratamiento térmico de solubilizado. La naturaleza de la misma pertenece a una partícula compleja de AlN, MnS y fase CU- ϵ . En todas las etapas de acondicionamiento microestructural se encontraron este tipo de partículas. Cabe mencionar que posterior al tratamiento de solubilización, la cantidad de partículas disminuyó considerablemente, sobretodo en comparación de la etapa de laminación en caliente, sin embargo como se ha mencionado con anterioridad, las partículas que se forman a altas temperaturas (estado líquido) son prácticamente imposibles de disolver por tratamientos térmicos, ya que difícilmente se pueden alcanzar esas temperaturas sin llegar a fundir el material, para evitar este tipo de partículas es necesario realizar la fundición al vacío y disminuir los contenidos de N y S.

No se encontraron carburos de cromo, lo cual es un buen indicio para evitar la sensibilización del sistema y poder conservar sus propiedades anticorrosivas del acero TWIP bajo estudio.

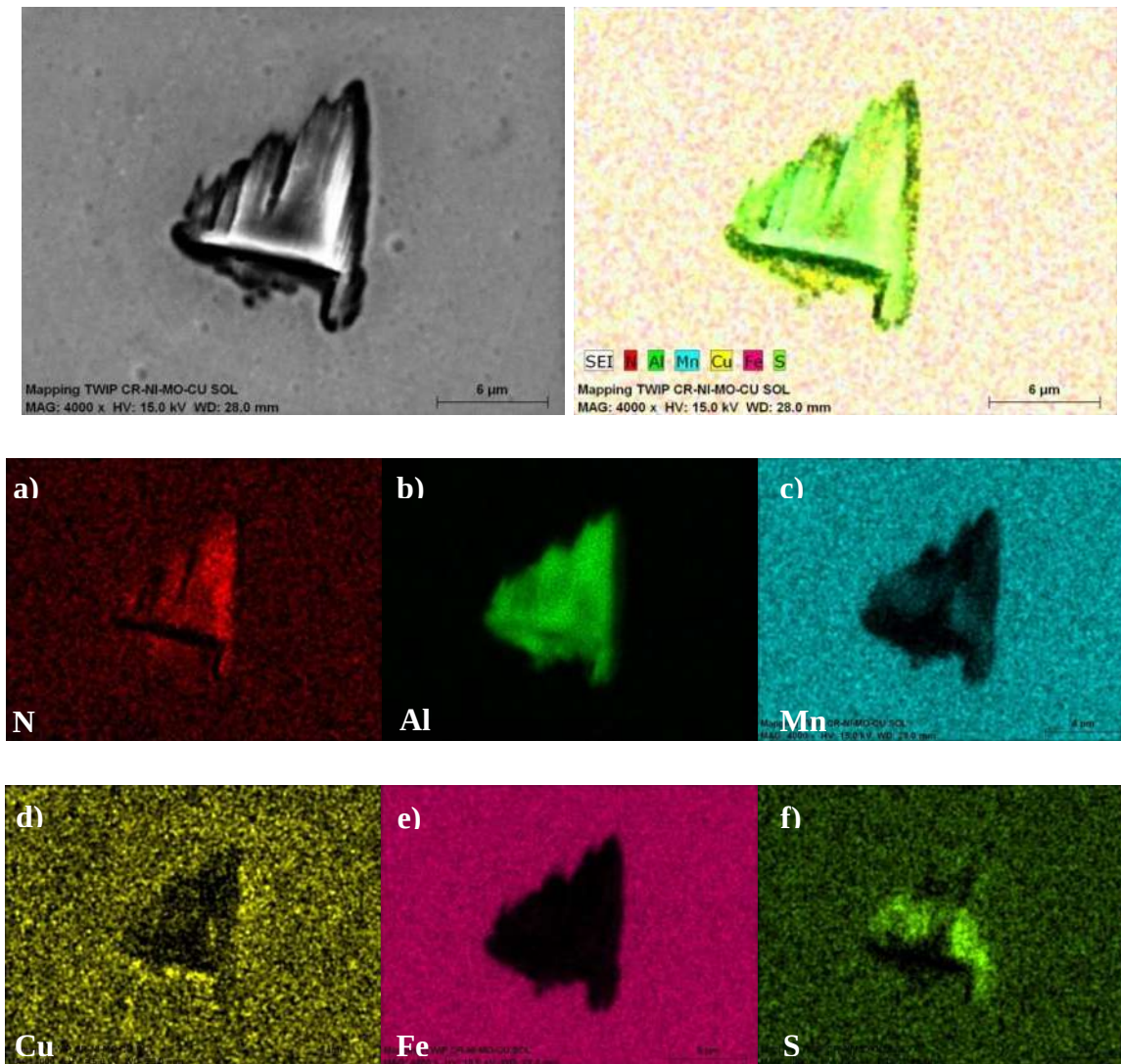


Figura 3.48 Mapping de una partícula compleja del acero TWIP con adiciones de Cr-Ni-Mo-Cu.

3.6 Caracterización estructural.

La **Figura 3.49** presenta los difractogramas para todas las condiciones de acondicionamiento microestructural del acero TWIP. Los difractogramas muestran que todas las muestras pertenecen a la fase austenita. Es importante resaltar que los tratamientos térmicos y termo-mecánicos realizados no ocasionaron transiciones de fase, esto es debido a que a pesar de que el Cr es estabilizador de la fase ferrítica, el sistema es compensado con el Ni y Cu (estabilizadores de la fase austenítica). En los diferentes difractogramas realizados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu para todas las condiciones de acondicionamiento microestructural se encontró que la fase única existente es la austenita-

FCC siendo el pico de mayor intensidad el de los índices cristalográficos (111). En ningún caso se encontró la presencia de transformaciones de fase, lo cual es un indicativo de que la austenita es muy estable en cualquiera de las condiciones térmicas sometidas. Se encontraron también los picos característicos de la austenita (111) γ , (200) γ , (220) γ , (311) γ y (222) γ para la fase FCC.

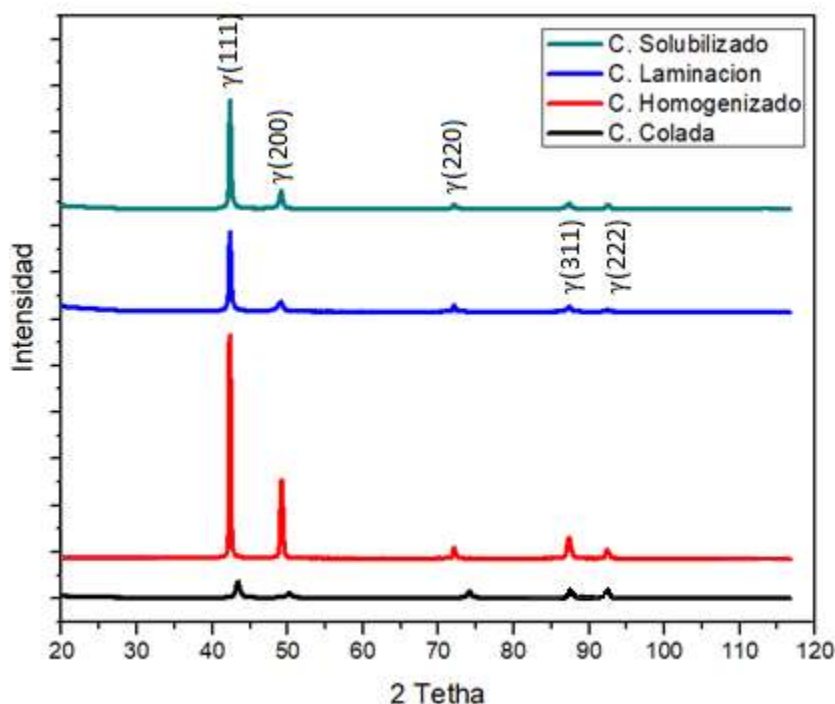


Figura 3.49 Difractogramas integrados de todas las etapas de acondicionamiento microestructural.

En muchos trabajos de investigación de distintos aceros TWIP hacen referencia a la posible transformación martensítica. Sin embargo, por la energía de falla de apilamiento que presenta el acero TWIP bajo estudio, se encuentra en el límite superior, tomando en cuenta que el rango para que se de el mecanismo de maclas de deformación se encuentra entre 25 y 60 mJ/m^2 y por debajo de este valor, se fomenta el efecto TRIP, es improbable que se lleve a cabo dicha transformación. Dumay y col. [69] consideran necesario un enfoque en el diseño de las aleaciones TWIP, donde se pueda predecir la dependencia de la EFA de la temperatura y composición química, a fin de ajustar la aleación a sus condiciones de servicio.

3.7 Caracterización mecánica.

3.7.1 Microdureza Vickers.

3.7.1.1 Condición de colada.

En la **Figura 3.50** se muestra la evolución de la microdureza del acero TWIP modificado en la condición de colada. Se observa una disminución de la dureza a medida que el espesor del escalón va en aumento.

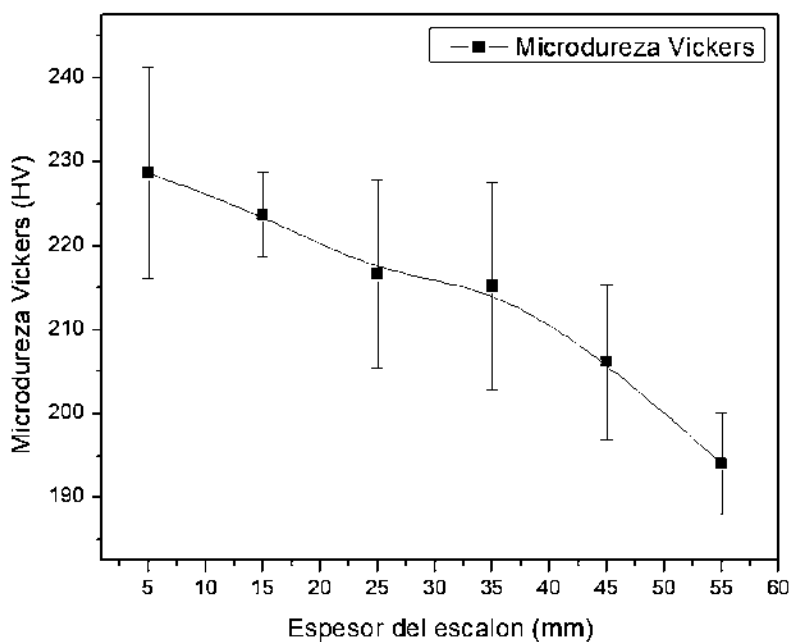


Figura 3.50 Variación de la microdureza Vickers en función de las distintas velocidades de enfriamiento.

Aunque los elementos aleantes que se introducen en la red, tienen la finalidad de formar finos carburos, nitruros o carbonitruros en suficiente cantidad para aumentar el límite elástico por endurecimiento por precipitación y los mecanismos alternativos de endurecimiento implican el refinamiento del grano y el endurecimiento por precipitación mediante microaleación, influyen otras variables en las propiedades mecánicas, como en este caso, las variaciones de las velocidades de enfriamiento. Sin embargo, un mecanismo atípico de envejecimiento de deformación dinámica y la aparición de mecanismos de deformación secundarios al deslizamiento de la dislocación puede modificar estos valores en función del tiempo aun completamente solidificado [9].

La variación de la microdureza coincide con los resultados esperados, la tendencia de la curva en descenso está relacionada con la velocidad de solidificación. A medida que crece el espesor del escalón, la solidificación se hace más lenta provocando que el tamaño del eje dendrítico crezca. Es por ello que la dureza disminuye, mientras que es mayor en el escalón más pequeño.

3.7.1.2 Condición de tratamiento térmico de homogenización.

La **Figura 3.51** presenta la microdureza en función del tiempo de permanencia durante el tratamiento térmico de homogenizado.

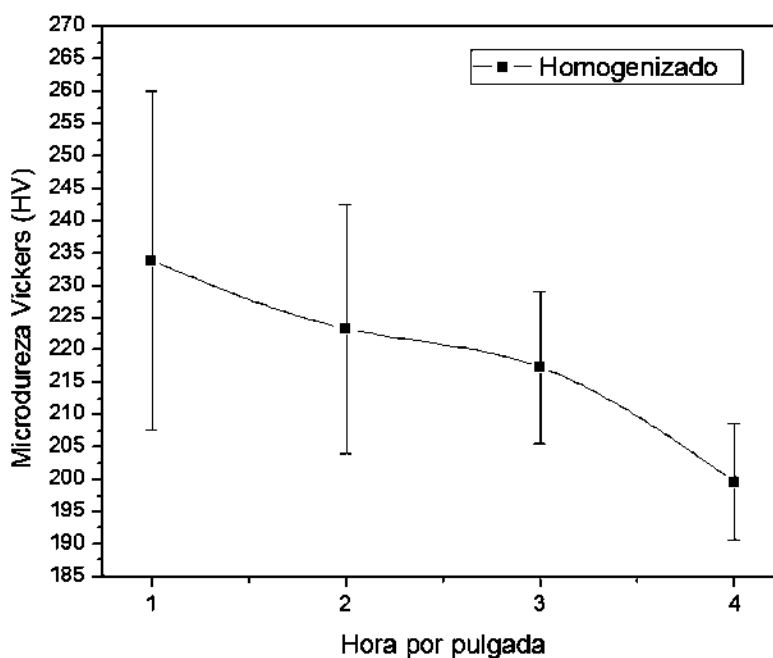


Figura 3.51 Microdureza Vickers en función del tiempo de permanencia.

En esta grafica se aprecia el máximo de dureza que se puede alcanzar, es cuando el tamaño de grano es más pequeño, es decir, cuando el tiempo de permanencia es el más corto (1 h/pulg). Cuando el tamaño de grano es más pequeño, hay más límites de grano, por ende, el desorden del sistema es mayor y de esta forma tiene mayor resistencia a la penetración. La condición que mantiene una mejor una relación entre tamaño de grano y dureza es la condición de 2 h/pulg.

En la **Figura 3.52** se muestra el perfil de micro-durezas tomadas 6 meses después el tratamiento térmico de homogenizado. En este se demuestra que los valores de ambas

tomas son muy similares, la desviación estándar es grande sin embargo, el valor promedio sigue siendo prácticamente el mismo que en la primera toma, lo cual descarta la posibilidad de envejecimiento natural.

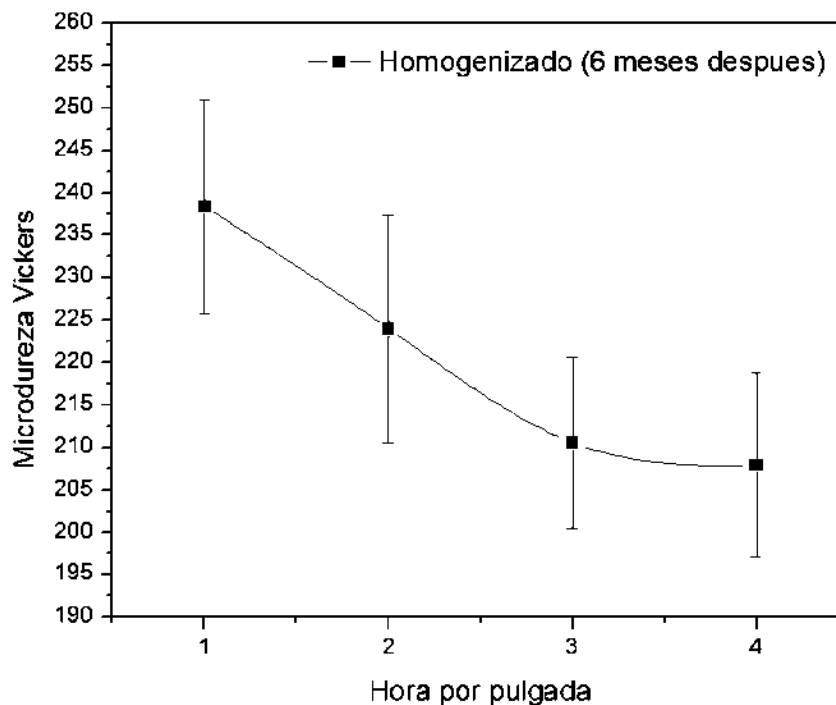


Figura 3.52 Microdureza Vickers en función del tiempo de permanencia 6 meses después de la primera toma.

El endurecimiento por precipitación por envejecimiento natural se basa en los cambios de la solubilidad de sólido a temperatura ambiente por un tiempo prolongado para producir partículas finas de una impureza de fase, que impiden el movimiento de dislocaciones o defectos a través de la estructura del cristal. Dado que las dislocaciones son a menudo los operadores dominantes de la plasticidad, esto sirve para endurecer el material. Las impurezas desempeñan la misma función que los refuerzos en los materiales compuestos reforzados y en el caso particular del acero TWIP la formación de carburos, carbonitruros, nitruros entre otros son en parte responsables del endurecimiento que presenta el material. El incremento de la dureza en las piezas tratadas térmicamente puede ser el primer indicio para poder determinar si este fenómeno está presente en el sistema.

3.7.1.3 Condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

En la **Figura 3.53** se ilustra la dureza con su respectiva variación estándar de la primera y segunda laminación. El incremento de la dureza es obvio en la segunda laminación. El aumento de la dureza entre la primera y segunda laminación se debe a que la recrystalización dinámica fue mayor en la segunda laminación, la mayor cantidad de granos recrystalizados y la homogenización de los mismos dio lugar a una mayor dureza en la segunda laminación.

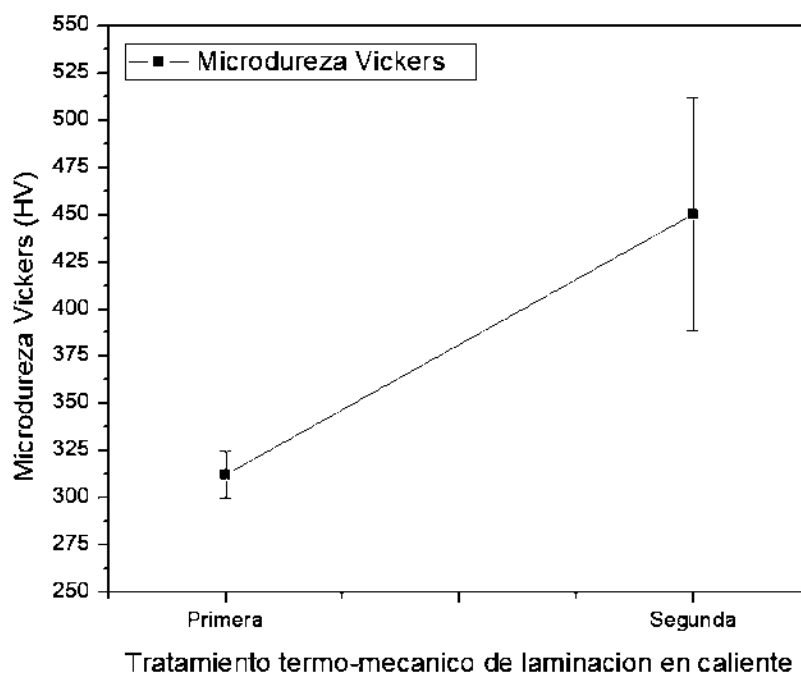


Figura 3.53 Microdureza Vickers primera y segunda laminación.

3.7.1.4 Comparativa de todas las condiciones de acondicionamiento microestructural.

La **Figura 3.54** muestra la variación de la microdureza Vickers a través del proceso de acondicionamiento microestructural. Se aprecia muy claramente el comportamiento en función de los diferentes tratamientos térmicos y termo-mecánicos realizados en el material TWIP Cr-Ni-Mo-Cu. En la etapa de solidificación (55 mm de espesor) obtuvieron los valores de microdureza más bajos con un promedio de 180 HV_{500} . Por su parte, el tratamiento térmico de homogenizado elevó su dureza a un promedio de 225 HV_{500} , en esta etapa el principal objetivo era destruir la estructura dendrítica y disminuir la segregación mediante la exposición a altas temperaturas, provocando el crecimiento de tamaño de grano

y por ende una baja dureza. Para el refinamiento de grano se hizo el tratamiento termomecánico de laminación en caliente donde se alcanzaron los máximos valores de dureza con un promedio de 300 HV_{500} y 450 HV_{500} durante la primera y segunda laminación, respectivamente. Sin embargo, durante el tratamiento térmico de solubilizado decayeron drásticamente los valores alcanzados por el desmedido crecimiento de grano llegando a un valor final de 275 HV_{500} .

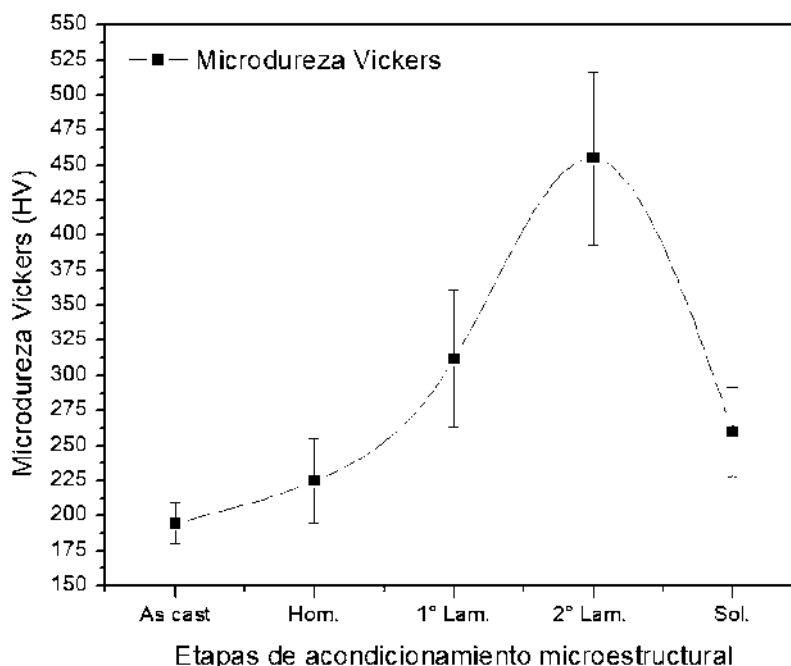


Figura 3.54 Microdureza Vickers de todas las condiciones de acondicionamiento microestructural.

3.7.2 Ensayo de tracción uniaxial.

La Figura 3.55 presenta las curvas esfuerzo-deformación ingenieril del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado, la última etapa del acondicionamiento microestructural. Ésta condición obtuvo un tamaño de grano promedio de 200 μm y una micro-dureza Vickers de 265 HV_{500} . De los ensayos realizados, se eliminó el ensayo número 4 debido a que la probeta presentó defectos de porosidad, lo que indujo la rotura prematura del material por ende, dichos resultados no fueron incluidos con el resto de los ensayos. El resto de las probetas muestran el mismo comportamiento y se encuentran dentro de los parámetros de resistencia y elongación de aceros TWIP.

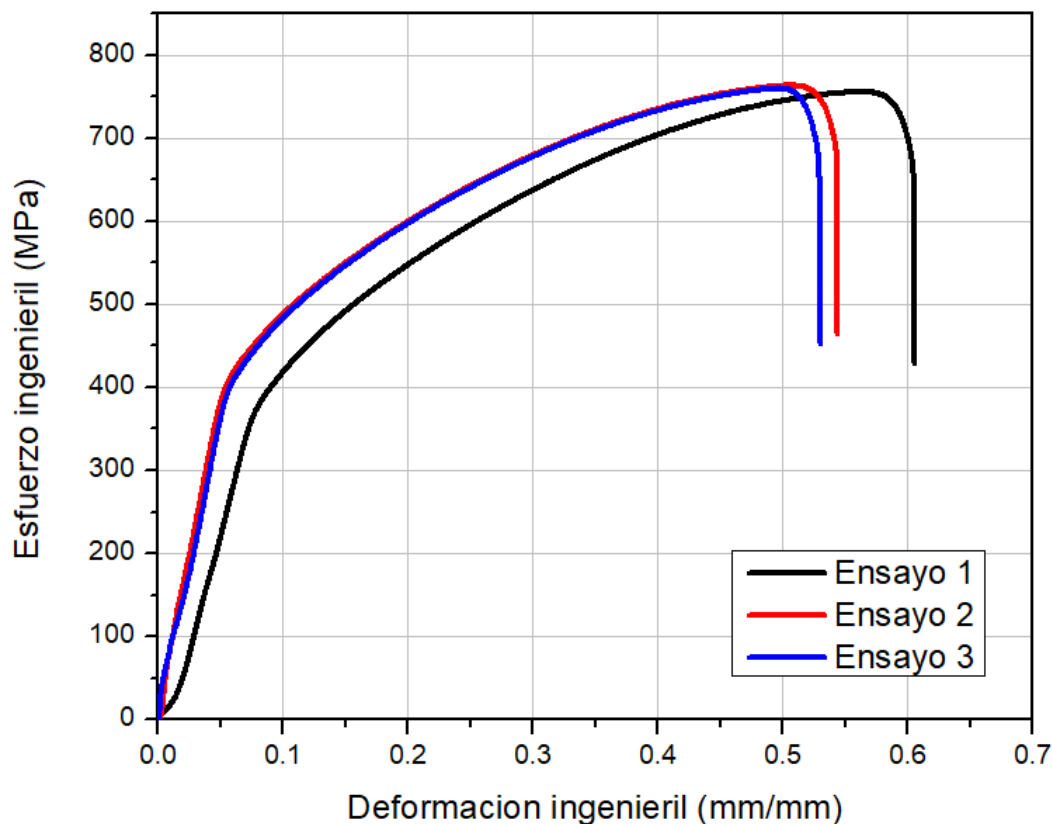


Figura 3.55 Diagrama esfuerzo-deformación ingenieril del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

A escala atómica, la deformación elástica macroscópica se manifiesta como pequeños cambios en el espaciado interatómico y los enlaces interatómicos son estirados. Por consiguiente, la magnitud del módulo de elasticidad representa la resistencia a la separación de los átomos contiguos, es decir, a las fuerzas de enlace inter-atómicas.

Se ha aceptado ampliamente que la propiedad mecánica de un acero TWIP depende en gran medida de la microestructura y el tamaño del grano, que está estrechamente relacionado con el laminado y el tratamiento térmico realizado.

Lan y col. [61] estudiaron la variación en las propiedades de tracción del acero Fe-22Mn-0.5C TWIP con respecto a la temperatura de recocido se muestra en la **Figura 3.56** se muestra que la resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad disminuyen a medida que aumenta la temperatura de recocido, mientras que el alargamiento total aumenta. El cambio más obvio en estas propiedades del acero Fe-22Mn-0.5C se ubica entre 750 y

850°C. A diferencia de lo anterior, la variación en el producto de la resistencia a la tracción y el alargamiento total contra la temperatura está relacionada con el tiempo de recocido. En el caso de 5 min y 10 min, el producto de la resistencia a la tracción y el alargamiento total aumenta principalmente a medida que aumenta la temperatura. Pero para los otros dos casos, varía en la tendencia opuesta.

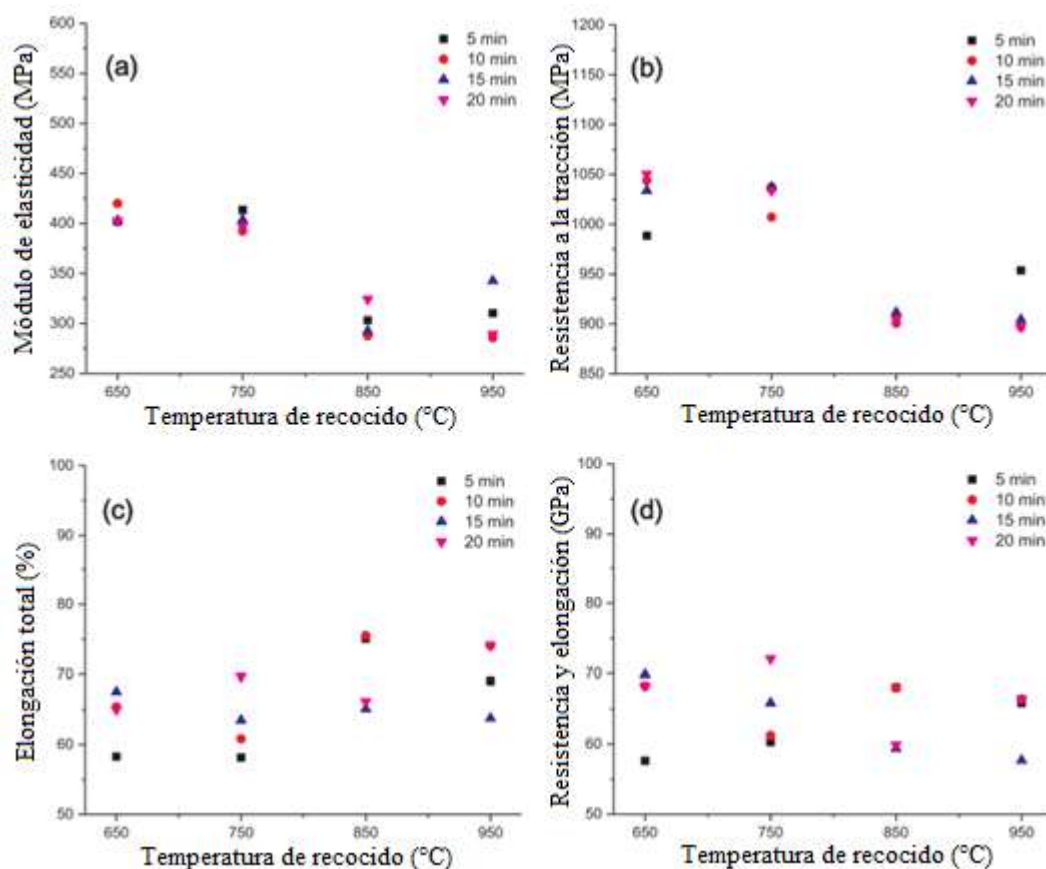


Figura 3.56 Propiedades mecánicas en función de la temperatura de recocido: a) módulo de elasticidad, b) resistencia a la tracción, c) elongación total y d) producto de resistencia total y elongación [61].

En la **Figura 3.57** se muestra que la resistencia a la tracción y la resistencia a la tracción disminuyen principalmente a medida que aumenta la temperatura de recocido, mientras que el alargamiento total aumenta en gran medida. La disminución en el esfuerzo de ingeniería de las muestras recocidas a 750°C y 850°C se presenta durante todo el proceso de deformación plástica. Se infiere que esto debería estar relacionado con el cambio repentino en la microestructura o el tamaño de grano del presente acero TWIP.

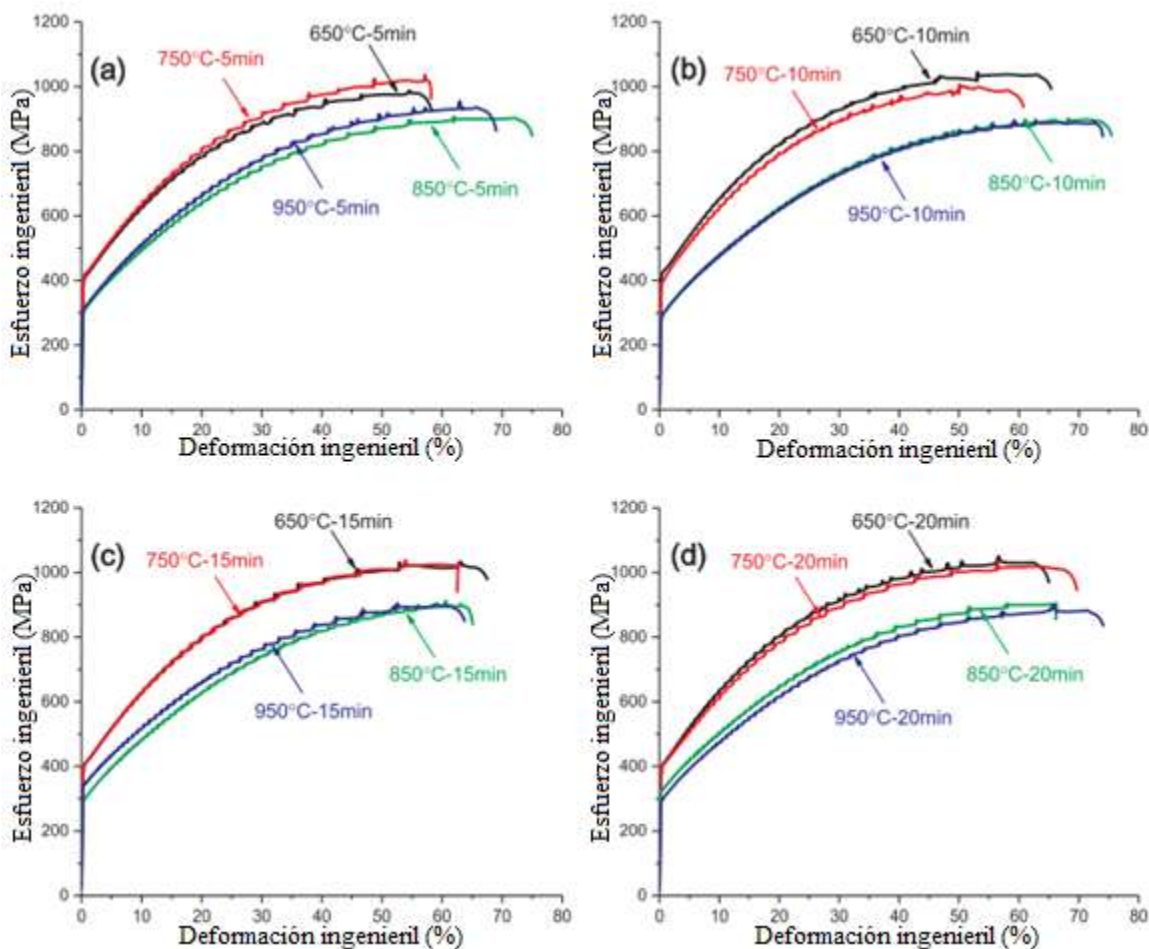


Figura 3.57 Diagramas esfuerzo-deformación ingenieril de un acero TWIP Fe-22Mn-0.5C a diferentes temperaturas de recocido: a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min y d) 20 min [61].

Kang y Jung [66] midieron la propiedad de tracción del acero TWIP Fe-18Mn-0.6C-1.5Al con diferentes tamaños de grano. Las resistencias a la tracción de ingeniería y las elongaciones totales son 1000 MPa y 60%, 900 MPa y 62%, y 810 MPa y 74% para las muestras con tamaños de grano promedio de 2 μm , 10 μm y 50 μm , respectivamente. En el estudio de Rahman y Vorontsov [67], la resistencia a la tracción y el alargamiento del acero TWIP Fe-15Mn-2Al-2Si-0.7C con tamaños de grano promedio de aproximadamente 0.7 μm , 4.3 μm , 10 μm , 45 μm y 84 μm son 1160 MPa y 55%, 1100 MPa y 52%, 960 MPa y 66%, 840 MPa y 64%, 780 MPa y 68%, respectivamente. Está claro que sigue bastante bien la ley de Hall-Petch. A medida que aumenta el tamaño de los granos de 8.8 μm a 57.4 μm , la resistencia a la cedencia disminuye de 420 MPa a 286 MPa y la resistencia a la tracción disminuye de 1050 MPa a 897 MPa, mientras que el alargamiento total aumenta de 58% a



75%. Dini y Ueji [60, 68] realizaron una investigación sobre el efecto del tamaño de grano en la deformación por tracción del acero Fe-31Mn-3Al-3Si TWIP. Encontraron que la variación en la resistencia y el alargamiento de la muestra respecto a la raíz cuadrada del tamaño de grano estaban en una relación lineal. El refinamiento del grano conduce al aumento de la resistencia a la tracción, pero provoca una disminución de la ductilidad del acero TWIP debido a la prevención del maclaje. Por el contrario, el grano grueso está a favor del maclaje y la deformación plástica, pero a costa de la pérdida de resistencia. Con el fin de obtener una buena combinación de resistencia y ductilidad para el acero TWIP Fe-Mn-C (-Al), se recomienda preferentemente el tamaño de grano dentro de 10–30 μm en el que se encuentra el equilibrio entre el producto de resistencia y ductilidad.

En la **Figura 3.58** se ilustra el diagrama esfuerzo deformación real del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu bajo estudio en condición de solubilizado. La curva esfuerzo real-deformación real, muestra realmente lo que sucede en el material. En este caso que es un material dúctil sometido a tensión, éste se hace inestable y sufre estricción localizada durante la última fase del ensayo y la carga requerida para la deformación disminuye debido a la reducción del área transversal, además la tensión media basada en la sección inicial disminuye también produciéndose como consecuencia un descenso de la curva esfuerzo-deformación después del punto de carga máxima. Pero lo que sucede en realidad es que el material continúa endureciéndose por deformación hasta producirse la fractura, de modo que la tensión requerida aumenta para producir mayor deformación. A este efecto se opone la disminución gradual del área de la sección transversal de la probeta mientras se produce el alargamiento de tal modo que la estricción comienza al alcanzarse la carga máxima.

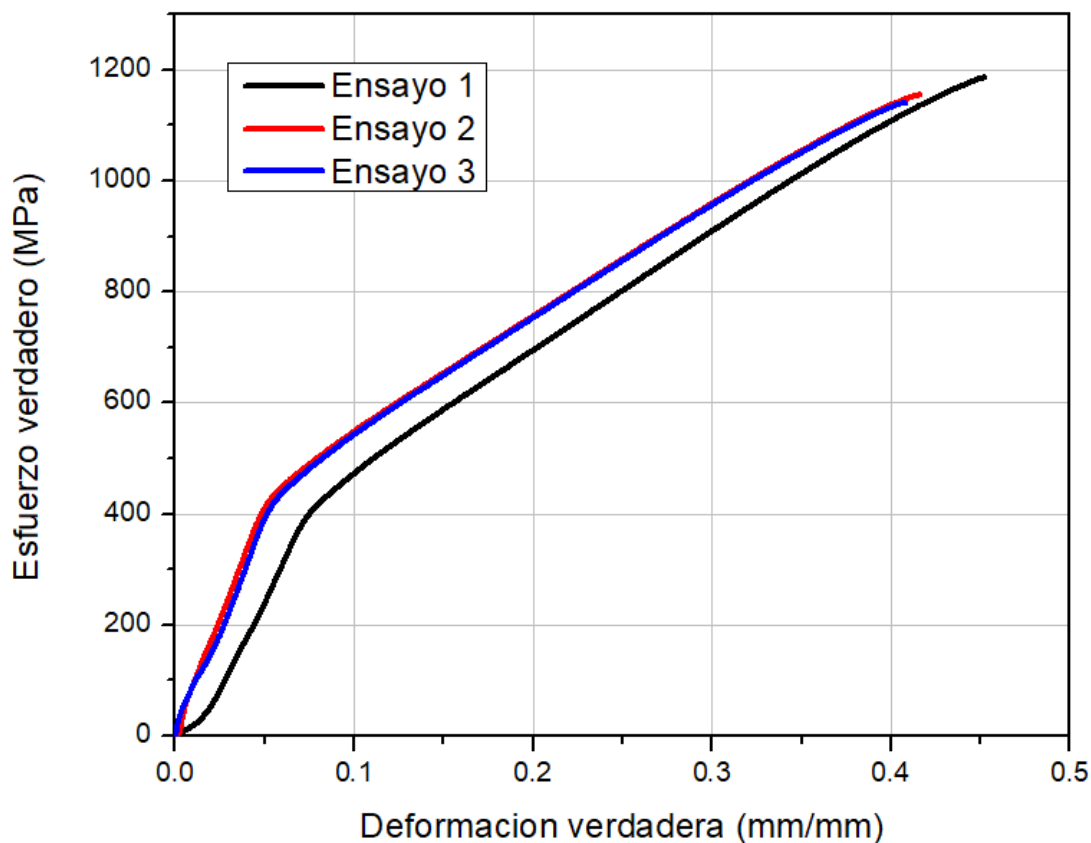


Figura 3.58 Diagrama esfuerzo-deformación verdadera del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

En la **Tabla 3.8** se concentra la información más relevante obtenida de este ensayo. Se puede observar que la probeta1 supera los 1180 MPa de resistencia máxima, mientras que seguido de una resistencia de 1154 se encuentra la probeta 2, finalmente el ensayo 3 con 1140 MPa de resistencia máxima. Estos valores se encuentran dentro de los resultados esperados para un acero TWIP, lo que corrobora que la adición de Cr-Ni-Mo-Cu no solo no desestabilizó la fase austenita para la formación de maclas de deformación, adicional los valores arrojados por la caracterización mecánica son sumamente favorables para su aplicación óptima, incluso con un mejor control sobre el tamaño de grano, se pueden superar los valores obtenidos en los ensayos de tracción.

Tabla 3.8 Valores derivados de las curva esfuerzo-deformación verdaderas: esfuerzo de cedencia máximo, esfuerzo máximo y porcentaje de alargamiento del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.



Acero	Esfuerzo a la cedencia MPa	Esfuerzo máximo MPa	% Alargamiento
TWIP mod. 1	413	1187	46%
TWIP mod. 2	435	1154	43%
TWIP mod. 3	433	1141	42%
Promedio	427	1160	43.6%
Desviación Est.	12.16	23.71	2.08

3.7.2.1 Fractografía.

En la **Figura 3.59**, se muestran las micrografías de las superficies fracturadas posterior al ensayo de tracción en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. Fueron tomadas con el microscopio electrónico de barrido (MEB). En la imagen a) se ilustra la fractura a 20x, lo que permite apreciar de forma general el modo de fractura dúctil, típica en aceros TWIP. El arranque de material provocó desgarramiento del acero y por ende la formación de los hoyuelos que se alcanzan a apreciar a 500x, 1500x y 3500x. Atómicamente, la deformación plástica asocia la rotura de los enlaces entre átomos vecinos y a su vez, un reacomodo con nuevos átomos vecinos debido a que existe un gran número de átomos que se deslizan. Al eliminar la tensión no es posible que regresen a sus posiciones originales.

La apariencia de las superficies de fractura de estos aceros fue consistente con una fractura dúctil por coalescencia de partículas. Específicamente, se observaron superficies de fractura con hoyuelos con inclusiones visibles dentro de algunos de los hoyuelos. El análisis SEM-EDS reveló que se trata de inclusiones no metálicas como AlN y MnS.

Estas inclusiones son menos deformables que la austenita. Por lo tanto, son propensos a la fractura. La coalescencia de las cavidades formadas por estos procesos puede dar lugar a una fractura antes del encuellamiento. La **Figura 3.59** muestra hoyuelos equiaxiales asociados con una partícula pequeña, que desempeña un papel clave como un sitio de iniciación de micro-huecos en el curso de la fractura dúctil. La apariencia de la superficie de fractura es similar a la reportada por Hamada et al. [22]. La fractura dúctil

prematura de los aceros TWIP, con poco o ningún cuello post uniforme, se atribuyó originalmente a grandes inclusiones.

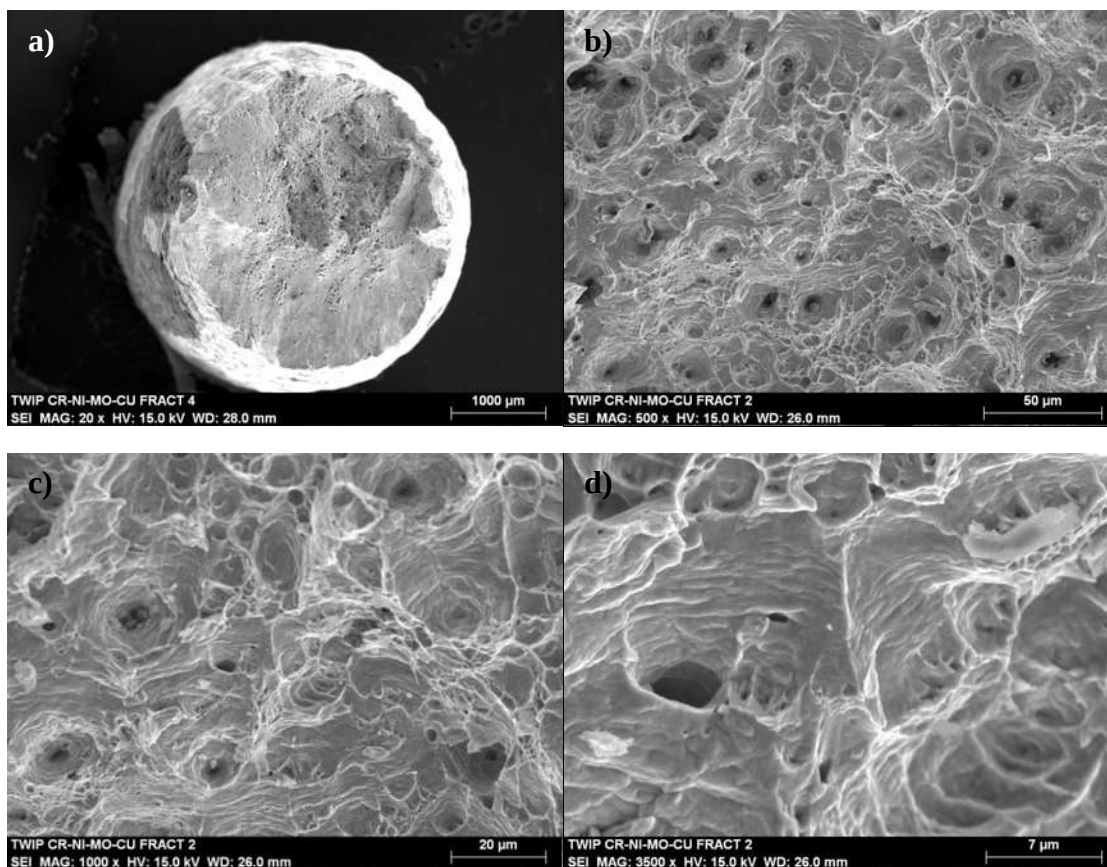


Figura 3.59 Imágenes de la zona de fractura posterior a los ensayos de tracción realizados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado en el microscopio electrónico de barrido a) 20x aumentos, b) 500x aumentos, c) 1000x aumentos y d) 3500x aumentos.

3.7.2.2 Exponente de endurecimiento por deformación “n” y curvas de endurecimiento.

La curva de tensión-deformación de los materiales metálicos se describe a menudo por medio de una expresión matemática simple. Este enfoque permite tratar el comportamiento posterior al rendimiento mediante un conjunto de parámetros, lo que permite una caracterización más sistemática del material y la ejecución de estudios paramétricos a través del modelado de elementos finitos. La mayoría de las ecuaciones de esfuerzo-deformación ampliamente utilizadas tienen un número limitado de parámetros del modelo, debido a razones de simplicidad. Sin embargo, esto restringe la posibilidad de representar con precisión formas complejas de curvas de endurecimiento por deformación.



Existe abundante literatura sobre metales que tienen dos etapas distintas de comportamiento de endurecimiento por deformación. Debido a su simplicidad inherente, las fórmulas de tensión-tensión utilizadas con más frecuencia no logran describir este fenómeno, o al menos muestran limitaciones al intentarlo [70].

Las ecuaciones implementadas se resumen en la **Tabla 3.9**.

Tabla 3.9 Ecuaciones de Hollomon, Ludwik, Crussard-Jaoul, y Swift.

Autor	Ecuación
Hollomon	$\sigma = K_H \varepsilon^{n_H}$ (5)
Ludwik	$\sigma = \sigma_0 + K_L \varepsilon^{n_L}$ (6)
Crussard-Jaoul	$\log\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right) = \log(K_L n_L) + (n_L - 1)\log(\varepsilon)$ (7)
Swift	$\sigma = K_S(\varepsilon + \varepsilon_0)^{n_s}$ (8)

(σ : esfuerzo verdadero; ε : deformación verdadera)

3.7.2.2.1 Modelo de Hollomon.

En 1945, Hollomon apuntó a una mayor simplicidad al eliminar el parámetro σ_0 de la ecuación de Ludwik, que arroja la siguiente expresión de dos parámetros $K_H n_H$:

$$\sigma = K_H \varepsilon^{n_H} \quad (5)$$

La aplicabilidad de esta ecuación a una curva experimental puede investigarse trazando los datos de tensión-deformación en un doble diagrama logarítmico. Si la ecuación de Hollomon es respetada, este diagrama muestra una línea recta, desde donde K_H y n_H se puede determinar "análisis de Hollomon":

$$\log(\sigma) = \log(K_H) + n_H \log(\varepsilon) \quad (9)$$

Dado que la ecuación de Hollomon puramente empírica tiene solo dos parámetros, a menudo se ha descrito como demasiado simplista para describir el comportamiento de rango completo de algunos metales. De hecho, una buena aproximación parece restringida

principalmente al área de grandes deformaciones plásticas. Esto fue, de hecho, ya reconocido por Hollomon en su artículo original [70].

En la **Figura 3.60** se muestra el ajuste matemático del modelo de Hollomon en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. Como se ha indicado anteriormente, el modelo de Hollomon simplifica la ecuación, por ende su ajuste representa el más bajo de todos los modelos con un valor R^2 de 0.64, 0.53 y 0.54 respectivamente para cada ensayo.

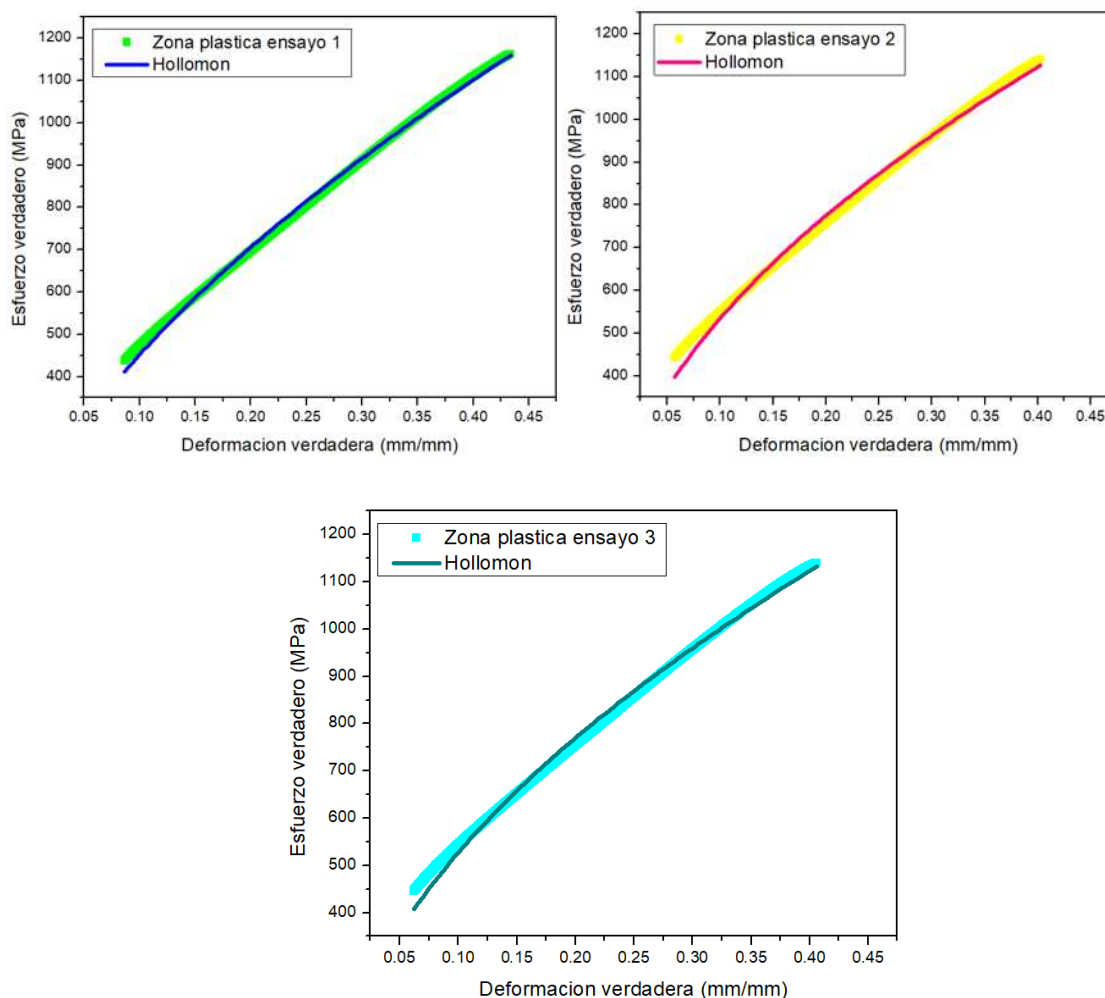


Figura 3.60 Ajuste matemático del modelo de Hollomon en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

3.7.2.2.2 Modelo de Ludwik.

Ludwik propuso un primer modelo comúnmente utilizado para el comportamiento de tensión-tensión. Sugirió una relación empírica en la forma de:

$$\sigma = \sigma_0 + K_L \varepsilon^{n_L} \quad (6)$$

Aquí, σ representa la tensión real y ε la deformación real (logarítmica). σ_0 , K_L y n_L , son tres parámetros del modelo [70].

La **Figura 3.61** muestra aplicación de este modelo matemático que se realizó a los 3 ensayos de tracción en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación real mediante el software Origin 8. El ajuste que se obtuvo con este modelo fue coeficiente de endurecimiento “n” 0.855, 0.854, 0.827 y los tres ensayos mostraron un ajuste R^2 de 0.9998. Es decir, el modelo de Ludwik presenta un excelente ajuste matemático para el cálculo del coeficiente de endurecimiento “n”, por ende el resultado que arroja es sumamente fiable para el material bajo estudio en esta investigación.

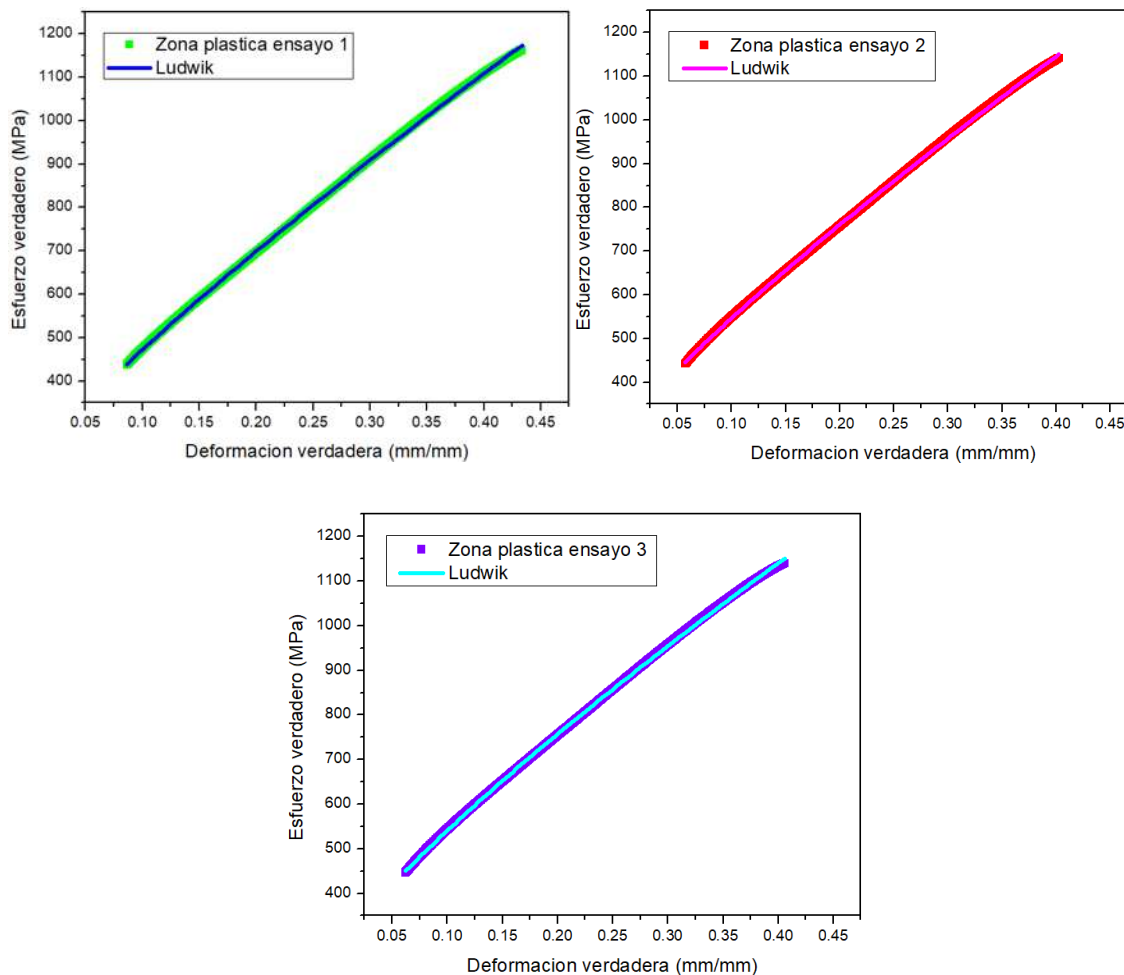


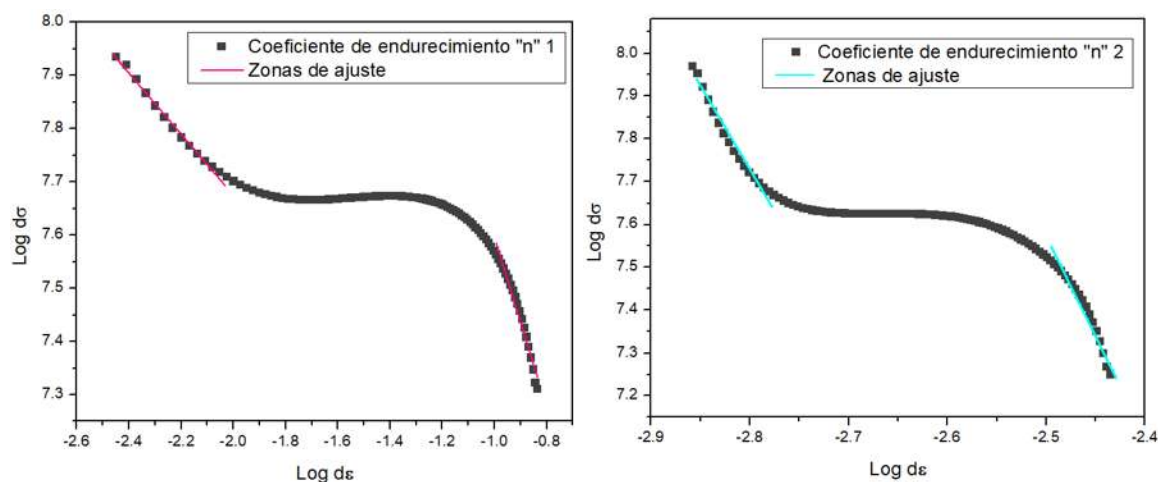
Figura 3.61 Ajuste matemático del modelo de Ludwik en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

3.7.2.2.3 Modelo C-J.

Crussard y Jaoul identificaron la posibilidad de determinar los parámetros de endurecimiento por deformación K_L y n_L en un diagrama doble logarítmico que expresa la derivada de la deformación con respecto a la tensión frente a la tensión (el llamado "análisis diferencial C – J"). De hecho, la curva de $\sigma - \varepsilon$ experimental sigue la ecuación de Ludwik [70].

$$\log\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right) = \log(K_L n_L) + (n_L - 1)\log(\varepsilon) \quad (7)$$

La **Figura 3.62** representa las gráficas obtenidas del ajuste matemático del modelo de C-J en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. Con este ajuste es posible observar la activación y propagación del mecanismo de endurecimiento, es este caso las distintas zonas indican el inicio de la formación de maclas hasta llegar a un punto de ablandamiento y posteriormente llegar a la recuperación dinámica. Es por esta razón que se alcanzan a distinguir perfectamente las 3 zonas de cambio, el ajuste matemático se realizó en la zona primera y última donde obtuvo los valores de “n” para el primer ensayo de 0.42 y 0.6, para el segundo ensayo de 0.41 y 0.55, por último el tercer ensayo con valores de 0.45 y 0.58 para cada zona respectivamente. Estos valores tienen un ajuste R^2 promedio de 0.97.



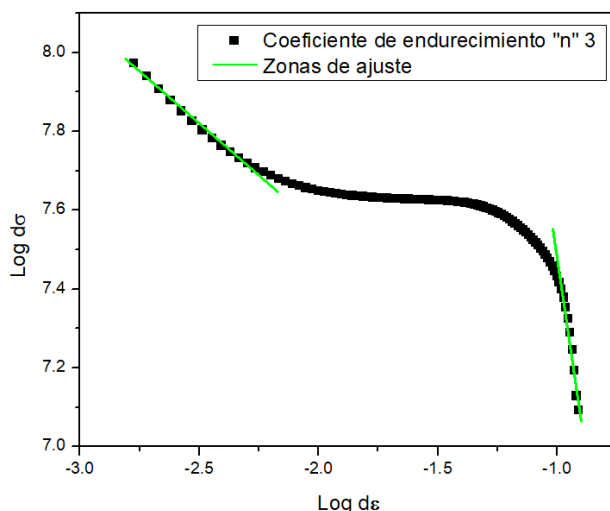


Figura 3.62 Ajuste matemático del modelo de C-J en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

3.7.2.2.4 Modelo de Swift.

Swift propuso otra ecuación, introduciendo un parámetro ε_0 , que puede explicar una posible tensión previa [70].

$$\sigma = K_S(\varepsilon + \varepsilon_0)^{n_s} \quad (8)$$

La **Figura 3.63** ilustra el ajuste matemático del modelo de Swift en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. El modelo de Swift al igual que el modelo de Ludwik mostrado anteriormente, obtuvo excelentes resultados en sus valores de ajuste “ R^2 ”, sin embargo su coeficiente de endurecimiento “ n ” obtuvo valores por debajo del modelo de Ludwik al alcanzar 0.87, 0.77 y 0.77 en cada uno de los ensayos respectivamente.

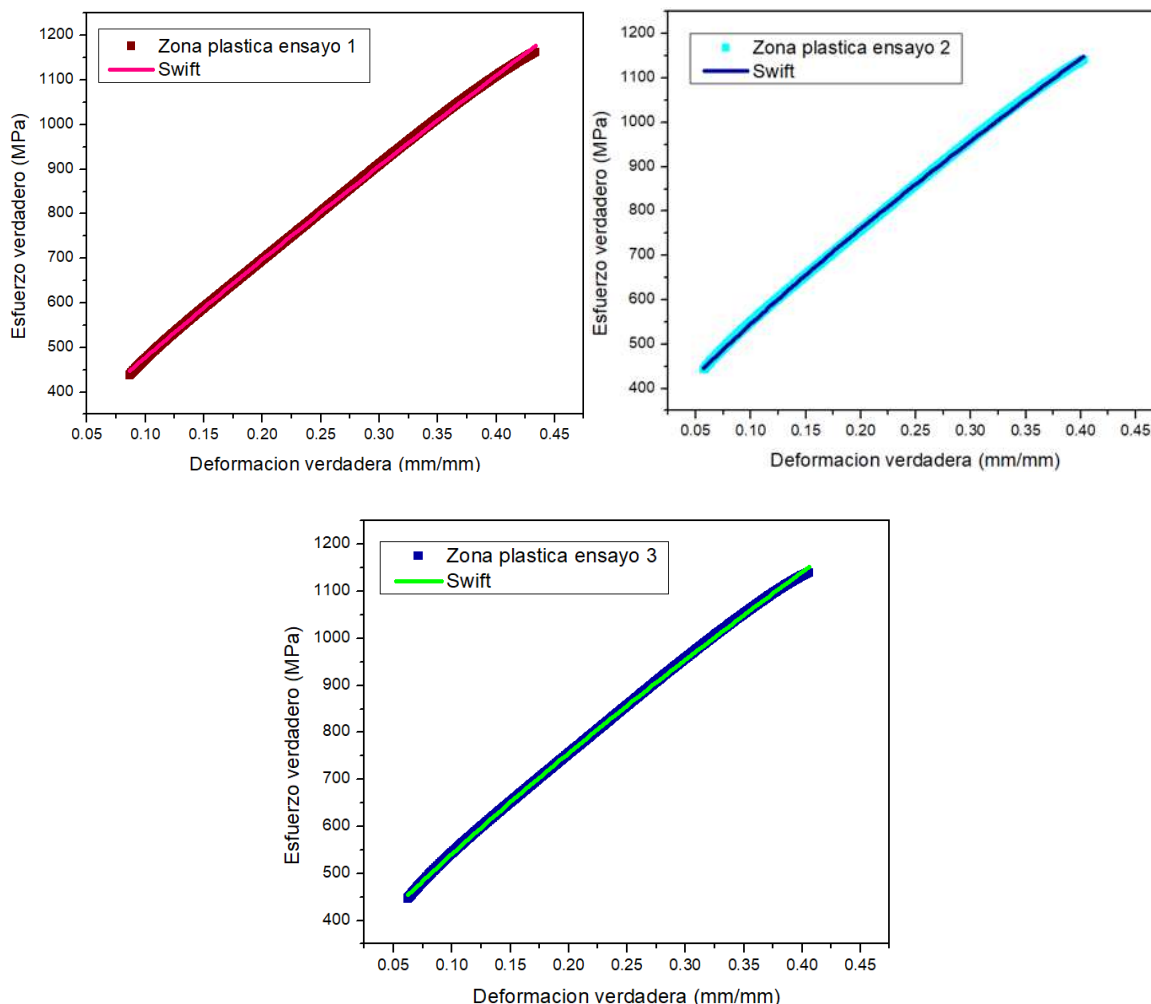


Figura 3.63 Ajuste matemático del modelo de Swift en la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

Una limitación de las leyes constitutivas mencionadas anteriormente es su incapacidad para describir con precisión el comportamiento elástico-lineal.

No todos los metales muestran un comportamiento lineal, una curva de esfuerzo-deformación experimental a menudo tiene una forma bilineal en una o más de estas parcelas. Dicho comportamiento, consiste en dos fases distintas e independientes y se dice que el material exhibe un endurecimiento por deformación de dos etapas o un comportamiento "doble-n". Según el conocimiento de los autores, se ha observado un endurecimiento por deformación en dos etapas en varios tipos de acero, aceros inoxidables y algunos otros metales y aleaciones. Sin seguir discutiendo la naturaleza del comportamiento del "doble n", se puede concluir que una amplia variedad de materiales



metálicos exhibe claramente este fenómeno. A pesar de la abundancia de materiales que se han encontrado que se endurecen en dos etapas, los esfuerzos que se han realizado para describir estos metales o aleaciones con mayor precisión parecen bastante modestos [70].

En la **Tabla 3.10** se resume la información obtenida de cada uno de los modelos matemáticos ajustados a la zona plástica del diagrama esfuerzo-deformación real del ensayo de tensión en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu.

Tabla 3.10 Valores del coeficiente de endurecimiento “n”, su máxima resistencia obtenida y ajuste matemático de los modelos de Hollomon, Crussard-Jaoul, Swift y Ludwik.

Ensayo	Estado	Hollomon			Crussard-Jaoul		
		n	K (MPa)	R ²	n	K (MPa)	R ²
1	Completo	0.64	1983	0.998			
	I				0.42	1583	0.993
	II				0.6	665	0.966
2	Completo	0.53	1835	0.994			
	I				0.41	1453	0.974
	II				0.55	631	0.952
3	Completo	0.54	1848	0.995			
	I				0.45	1350	0.996
	II				0.58	598	0.968



Swift				Ludwik		
n	K (MPa)	ϵ_0 (MPa)	R ²	n	K (MPa)	R ²
0.87	2090	437	0.9997	0.855	2005	0.9998
0.77	1994	448	0.9995	0.854	1887	0.9998
0.77	1997	440	0.9998	0.827	1875	0.9998

3.7.2.3 Maclas de deformación.

Es bien sabido que la capacidad de endurecimiento por deformación generado en los aceros TWIP se debe principalmente a la formación de maclas inducidas por deformación, las cuales reducen gradualmente la distancia efectiva de deslizamiento de las dislocaciones, lo que da como resultado el “efecto Hall-Petch dinámico” [9]. La **Figura 3.64** muestra la generación de maclas de deformación en las probetas sometidas al ensayo de tensión en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado. La formación de las maclas se dio dentro del interior de los granos de la matriz austenítica, donde adicionalmente se puede observar un alargamiento de los granos en dirección de la aplicación de la fuerza de tracción, la cual es mayor cercana a la zona de fractura y disminuye a medida que se aleja. La relación que existe entre cantidad de maclas está en función del grado de deformación, es por ello que hay mayor intensidad de maclas en la zona próxima a la fractura que en el resto de las zonas. Adicionalmente, la velocidad de endurecimiento por deformación del acero TWIP, está relacionada con la formación de maclas de deformación, es decir, a mayor capacidad de endurecimiento por deformación mayor será la densidad de maclas de deformación [68].

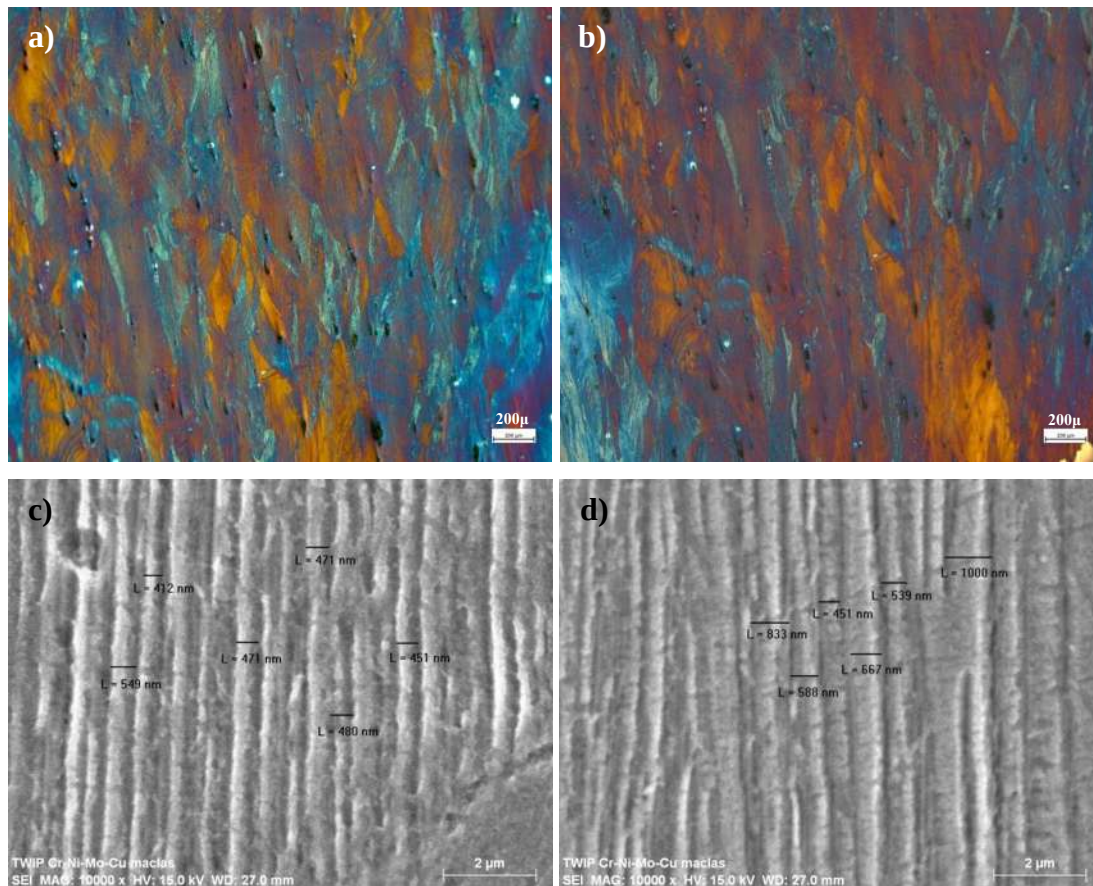


Figura 3.64 Maclas de deformación después del ensayo de tracción en el acero TWIP Cr-Mo-Ni-Cu. En a) y b) ilustran la coloración que tomaron las maclas con el ataque químico (Nital 10%) observadas en el microscopio óptico, mientras que en c) y d) se hicieron mediciones del espesor de las maclas de deformación con el microscopio electrónico de barrido.

Los estudios realizados por Kim y col. [35], demostraron que la velocidad de endurecimiento por deformación aumentó a medida que incrementó el nivel de deformación en el ensayo de tensión. Adicionalmente concluyeron que las maclas se formaron en la mayoría de los granos pero no en todos, lo cual depende de la orientación del grano con respecto a la dirección de tracción, por lo cual no todos los granos contendrán maclas de deformación.

3.7.3 Ensayo de impacto.

La resistencia al impacto se define como una capacidad para deformar y absorber permanentemente las energías en altas velocidades de deformación. El esfuerzo de fluencia aumenta enormemente a velocidades de deformación que van de $1 \times 10^3 s^{-1}$ a $5 \times 10^3 s^{-1}$



porque la activación térmica del movimiento de dislocación a menudo está restringida por un efecto de arrastre viscoso [71].

La **Tabla 3.11** muestra los resultados del ensayo de impacto Charpy-V realizados en las 4 probetas del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado, donde el promedio de energía absorbida es de 126 J a temperatura ambiente.

Tabla 3.11 Valores del ensayo de impacto Charpy-V del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado.

Ensayo	1	2	3	4	Promedio	Desv. Est.
Energía (J)	129	125	124	126	126	2.16

Garnica y col. [72], estudiaron el comportamiento de un acero TWIP 9Mn-2Si-1.3Al-0.14C en condición de tratamiento térmico de laminación en caliente posterior al ensayo de impacto Charpy-V donde corroboraron que cuando la muesca era perpendicular al plano de rodadura (pruebas transversales), la energía de impacto era mayor que en la dirección longitudinal donde la mayor energía de impacto alcanzó 55 J, los autores atribuyen a que es muy probable que esta condición experimental promueva una mayor estabilidad de la austenita. Sin embargo, los valores reportados en este trabajo de investigación se encuentran muy por arriba de los reportados por Garnica y col. [72], esto se puede atribuir a la diferencia de composición química y tratamiento térmico y termo-mecánico del acero TWIP bajo estudio. Mientras que la condición de laminación enfatiza la recristalización dinámica y con ello también adhiere energía suficiente para la formación de carburos, en la condición de solubilizado del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu fueron disueltos la mayoría de estos, sugiriendo así que el endurecimiento por precipitación también conduce a la reducción de la tenacidad.

3.7.3.1 Fractografía.

En las **Figuras 3.65 y 3.66**, se muestran las micrografías de las superficies fracturadas posterior al ensayo de tracción en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. Las micrografías muestran la formación de hoyuelos de entre 100-200 μm .

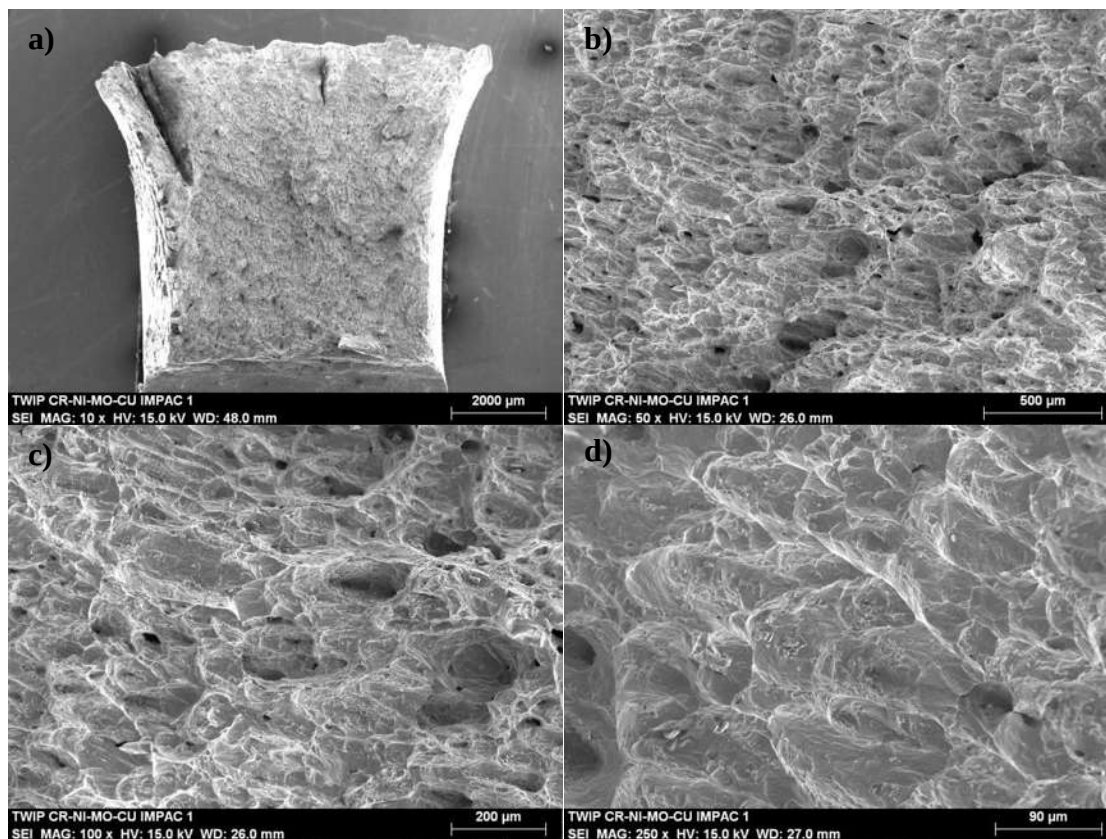


Figura 3.65 Fractografía tomadas mediante microscopía electrónica de barrido posterior al ensayo de impacto Charpy-V en el acero TWIP-Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado con una energía absorbida de 129 J.

La tipografía de fractura es totalmente dúctil, ya que debido a las propiedades de alta elongación antes de proceder a la ruptura del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu, se alcanza a apreciar la formación de hoyuelos típicos en el modo de fractura dúctil, es evidente que hubo arranque de material durante el ensayo de impacto Charpy-V.

Yuan y col. [25], han estudiado el efecto del contenido de cromo (1.13%, 2.35% y 3.95%) en la matriz de un acero TWIP sobre el comportamiento a la fractura. Ellos encontraron que con un contenido de 1.13% de Cr, los hoyuelos dúctiles son más grandes y más profundos que los del acero con un contenido de Cr del 2.35%, además el número de hoyuelos dúctiles es comparativamente menor a medida que incrementa el contenido de Cr. Para el acero con 3.95% de Cr, las características de la fractura cambiaron principalmente a fractura intergranular. En el caso del acero bajo estudio en esta investigación, el contenido de Cr al 2% mantuvo el modo de fractura dúctil.

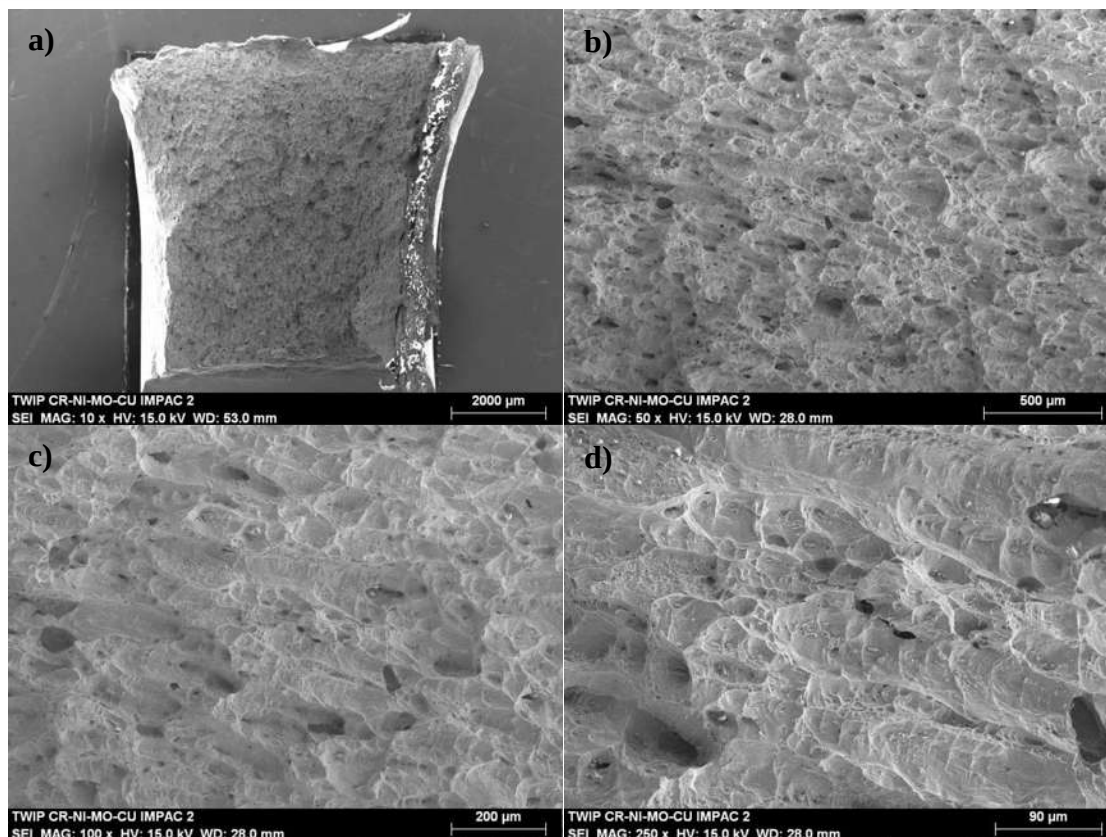


Figura 3.66 Fractografía tomadas mediante microscopía electrónica de barrido posterior al ensayo de impacto Charpy-V en el acero TWIP-Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado con una energía absorbida de 124 J.

3.8 Caracterización electro-química.

3.8.1 Pruebas de polarización.

En la **Figura 3.67** se muestra una gráfica comparativa de todas las condiciones de acondicionamiento microestructural, tanto del acero bajo estudio, así como un acero TWIP de referencia con la finalidad de poder comparar el comportamiento de las curvas respecto a cada etapa. Hay un evidente agrupamiento de las 4 condiciones en ambos materiales, es decir, que hay un desplazamiento negativo del potencial de corrosión en las curvas del material de referencia. Este es un primer indicio de que los elementos de aleación tuvieron un efecto positivo frente a la resistencia a la corrosión. En cualquiera de los casos, las curvas carecen de la formación de un efecto de pasivación.

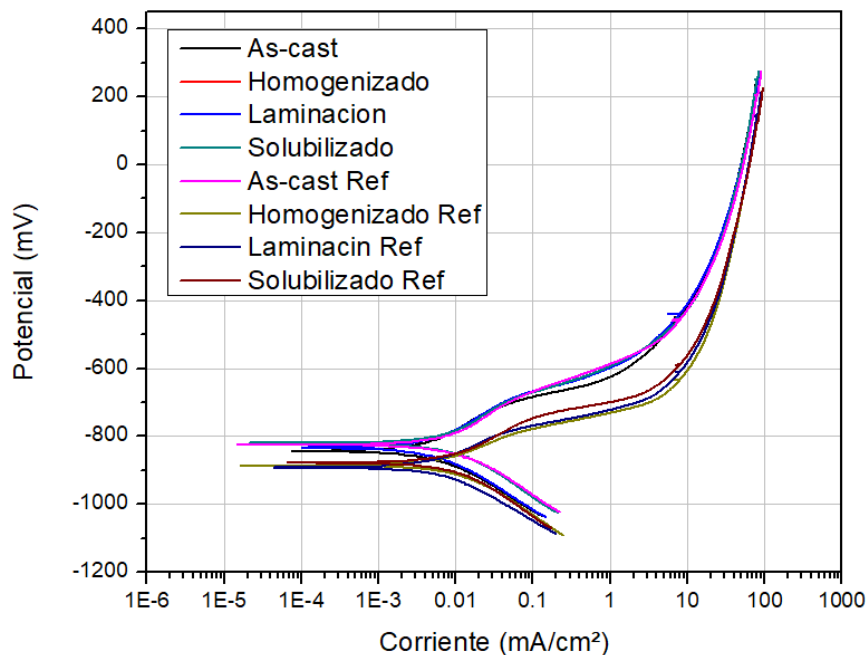


Figura 3.67 Curvas de polarización comparativas del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condicion de colada, tratamiento térmico de homogenizado, tratamiento termomecánico de laminación en caliente y tratamiento térmico de solubilizado.

De las curvas de polarización se obtuvieron los datos de potencial de corrosión (E_{corr}), el cual representa el potencial de una superficie sometida a un proceso corrosivo en un electrolito. Es el potencial al cual la corriente pasa de ser catódica a anódica. También se obtuvo la densidad de corriente de corrosión (I_{corr}), que es la densidad de corriente que circula a través de una pila electroquímica al potencial de corrosión. Los parámetros E_{corr} e I_{corr} han sido obtenidos a partir de las curvas potencio-dinámicas aplicando el método de intersección, también llamado método de las pendientes de Tafel.

3.8.1.1 Condición de colada.

La **Figura 3.68** presenta la curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condicion de colada.

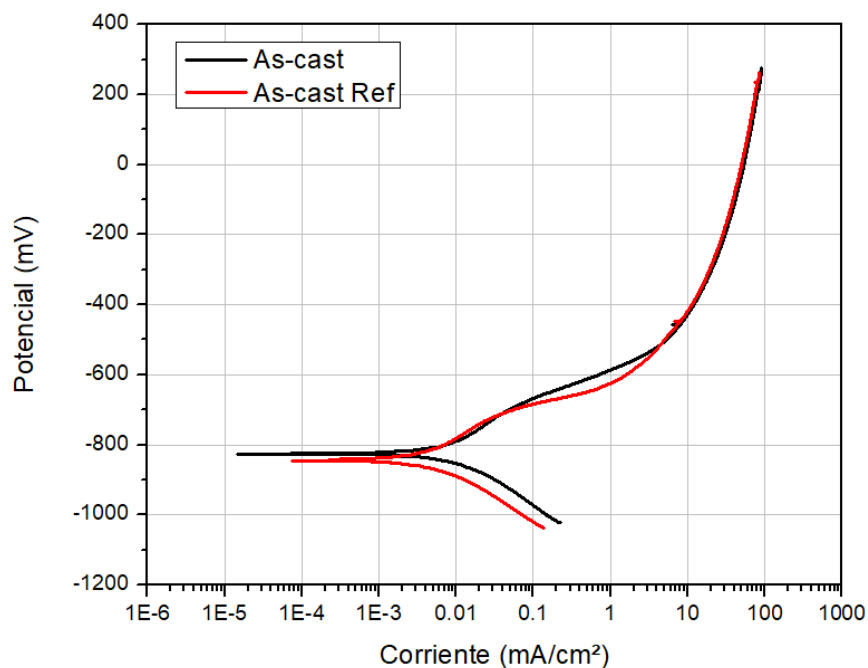


Figura 3.68 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condicion de colada.

Tabla 3.12 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de colada.

Parámetros	TWIP Cr-Ni-Mo-Cu	TWIPS Referencia
Ba (mV)	609.75	881.04
Bc (mV)	96.724	114.01
Ba (mA/m^2)	2.9469	8.3326
Bc (mA/cm^2)	0.000202	0.0011185
Rp	-736.12	-773.42
iCorr(mA/cm^2)	1.8854	2.0656
Velocidad de corrosión (mm/año)	20.174	22.102

3.8.1.2 Condición de tratamiento térmico de homogenización.

La **Figura 3.69** presenta la curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condicion de térmico de homogenización.

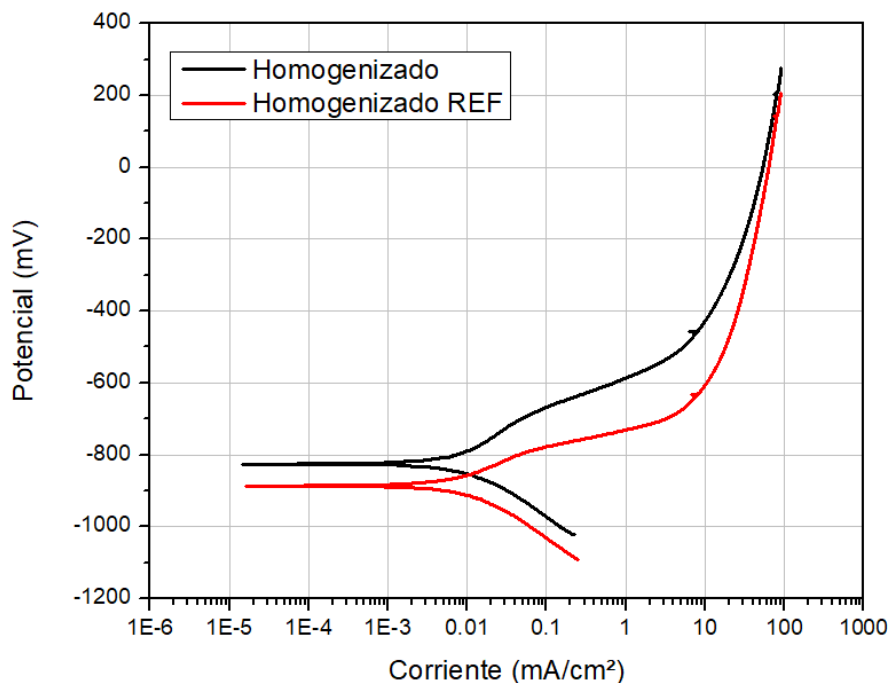


Figura 3.69 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de homogenizado.

Tabla 3.13 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de tratamiento térmico de homogenizado.

Parámetros	TWIP Cr-Ni-Mo-Cu	TWIPS Referencia
Ba (mV)	631.88	941.06
Bc (mV)	96.066	96.856
Ba (mA/cm^2)	3.6008	9.1965
Bc (mA/cm^2)	0.0003459	0.0004131
Rp	-721.97	-790.67
iCorr(mA/cm^2)	2.0759	1.9951
Velocidad de corrosión (mm/año)	21.212	22.348

3.8.1.3 Condición de tratamiento térmico de laminación en caliente.

La **Figura 3.70** presenta la curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de termo-mecánico de laminación en caliente.

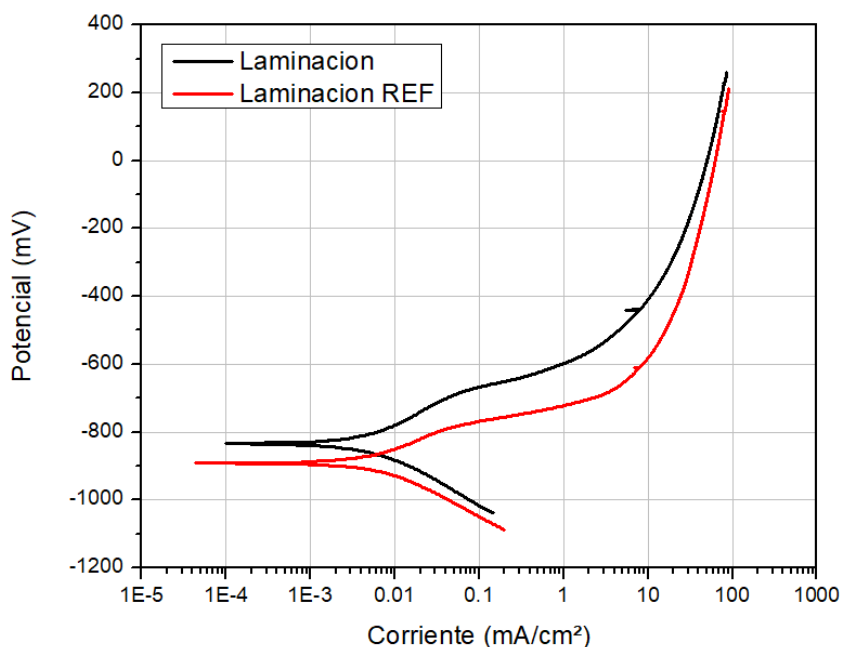


Figura 3.70 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

Tabla 3.14 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

Parámetros	TWIP Cr-Ni-Mo-Cu	TWIPS Referencia
Ba (mV)	489.86	878.98
Bc (mV)	93.245	93.873
Ba (mA/cm^2)	1.7573	8.0486
Bc (mA/cm^2)	0.0008742	0.0002424
Rp	-683.45	-768.77
iCorr(mA/cm^2)	2.1157	2.0109
Velocidad de corrosión (mm/año)	21.638	22.517

3.8.1.4 Condición de tratamiento térmico de solubilización.

La **Figura 3.71** presenta la curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de térmico de solubilizado.

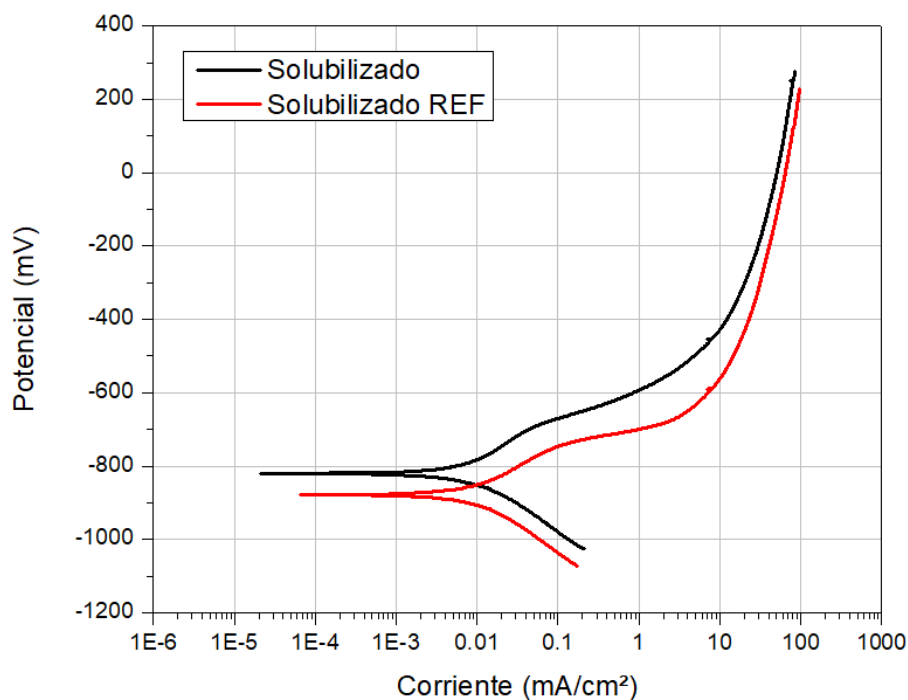


Figura 3.71 Curva de polarización comparativa del acero TWIP Cr-Ni-M-Cu y acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de tratamiento térmico de solubilizado.

Tabla 3.15 Valores obtenidos de las curvas de polarización en condición de tratamiento térmico de solubilizado.

Parámetros	TWIP Cr-Ni-Mo-Cu	TWIPS Referencia
Ba (mV)	630.73	837.35
Bc (mV)	94.937	100.86
Ba (mA/cm^2)	3.39.08	7.6618
Bc (mA/cm^2)	0.0003105	0.0003858
Rp	-724.3	-770.04
iCorr(mA/cm^2)	1.9444	2.1384
Velocidad de corrosión (mm/año)	20.806	22.881



Se ha informado que la baja resistencia a la corrosión de los aceros de alto Mn puede atribuirse al hecho de que el Mn en los aceros forma un óxido de Mn inestable y, por lo tanto, reduce su resistencia a la corrosión [44]. En presencia de elementos de aleación de Al y Si, la corrosión por picadura se ve obstaculizada por el mayor contenido de Al y el menor contenido de Si [73]. Aunque el Al es un metal más electro-activo que el Mn, es decir, el potencial de reducción estándar de Al ($E^\circ Al^3 + / Al = -1.66$ V) es más negativo que el de Mn ($E^\circ Mn^{2+} + / Mn = -1.18$ V). Por lo tanto, el Al puede promover la pasivación formando una capa de Al_2O_3 estable y compacta, que dificulta la reacción del electrodo. Además de las buenas propiedades mecánicas y metalúrgicas, las cualidades requeridas para los aceros TWIP utilizados para automóviles comprenden resistencia, ductilidad, endurecimiento por deformación, buena conformabilidad y estructura austenítica estable de alta resistencia a la corrosión [20].

Finalmente, ninguno de los materiales probados mostró un comportamiento pasivo, como se indica en las curvas de polarización potenciodinámicas por la ausencia de una meseta de pasividad y la histéresis negativa que se muestra en la exploración inversa. Es interesante observar que durante el escaneo inverso se exhibió una reversión en la polaridad a valores potenciales por debajo de -0.73 V, seguido de un proceso controlado por difusión. Teniendo en cuenta la ausencia de oxígeno en la solución desaireada, es posible que este comportamiento pueda estar asociado con la electrodeposición de iones ferrosos en solución resultante de la disolución previa. Suponiendo que se alcanzó una concentración de iones Fe^{2+} de 10^{-3} M cerca de la superficie del electrodo durante el escaneo hacia adelante, el Erev calculado, $Fe^{2+} + / Fe$ es -0.74 V. Esto es consistente con la noción de que, por debajo de este valor potencial, la cinética de reacción puede estar dominada por la electrodeposición de iones ferrosos previamente disueltos.

3.8.2 Pruebas de impedancia.

El fundamento de esta técnica consiste en la aplicación al sistema de una onda senoidal de potencial (a distintas frecuencias) y del registro de la respuesta de intensidad de dicho sistema. Así, la impedancia se define como el cociente entre el potencial aplicado y la intensidad medida a la salida.

La interpretación del espectro de impedancia electroquímica requiere la selección de un modelo eléctrico apropiado que se ajuste a los datos experimentales. A través del modelo, las medidas obtenidas utilizando esta técnica proporcionan información relacionada con la resistencia de la disolución, la resistencia de polarización y la capacitancia de la doble capa de Helmholtz.

El diagrama de Nyquist (**ver Figura 3.72**) se observa un comportamiento capacitivo similar para los 2 aceros TWIP probados en sus diferentes etapas de acondicionamiento microestructural, el semicírculo definido en aumentos de baja frecuencia con el tiempo. Al igual que en las curvas de polarización potencia dinámicas el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu presenta un semicírculo más amplio, lo cual infiere una mayor resistencia a la corrosión.

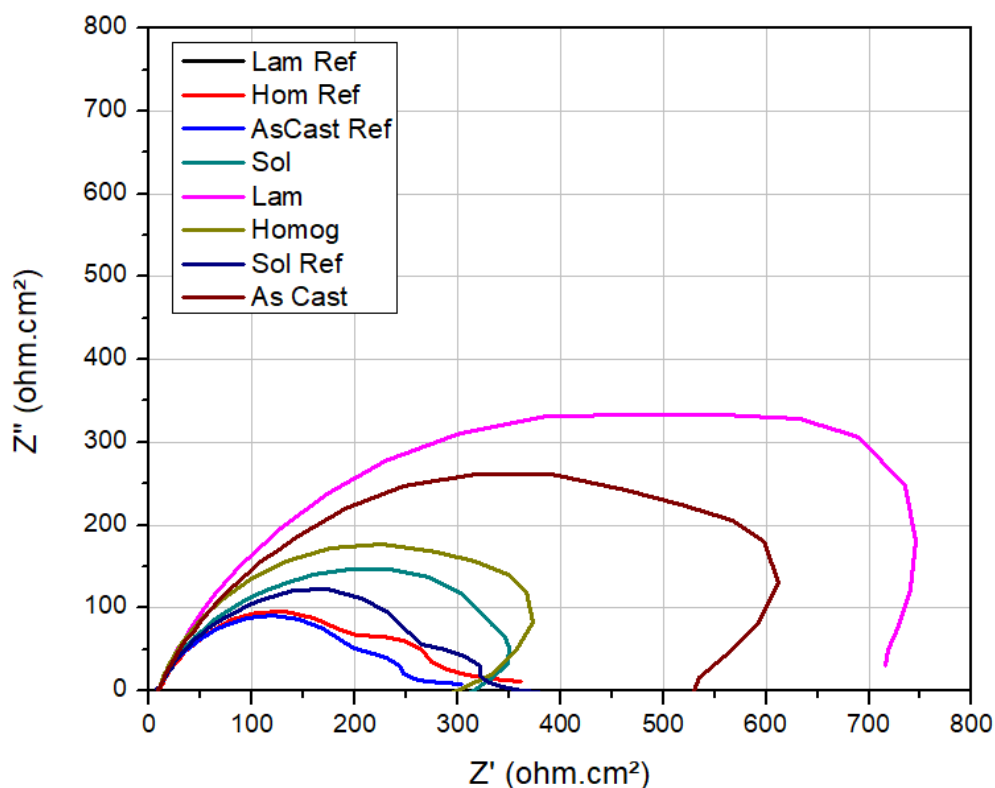


Figura 3.72 Diagrama de Nyquist del circuito R_s para el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu y el acero TWIP de referencia en sus diferentes etapas de acondicionamiento microestructural.

Fajardo y col. [5], estudiaron la influencia del Mn en la resistencia a la corrosión de un acero TWIP. Encontraron que a una mayor concentración de Mn condujo a mayores densidades de corriente de disolución, lo que indica una resistencia a la corrosión más baja

y confirma los resultados de la polarización potenciodinámica. Adicionalmente, hay enriquecimiento gradual de los óxidos de Mn en la capa más externa a medida que aumentaba el contenido de Mn, acompañado por una disminución en las especies oxidadas de Fe. Este hallazgo y la ausencia de enriquecimiento de óxido de Al explican el efecto perjudicial de la concentración de Mn como elemento de aleación en la resistencia a la corrosión.

4.8.2.1 Análisis de los productos de corrosión.

4.8.2.1.1 Acero TWIP de referencia.

En la **Figura 3.73** se presentan imágenes de SEM de los productos de corrosión del acero TWIP de referencia en condición de solubilizado. En la imagen se puede observar que los productos formados se encuentran concentrados en ciertas zonas de la superficie, sin ninguna tendencia en particular.

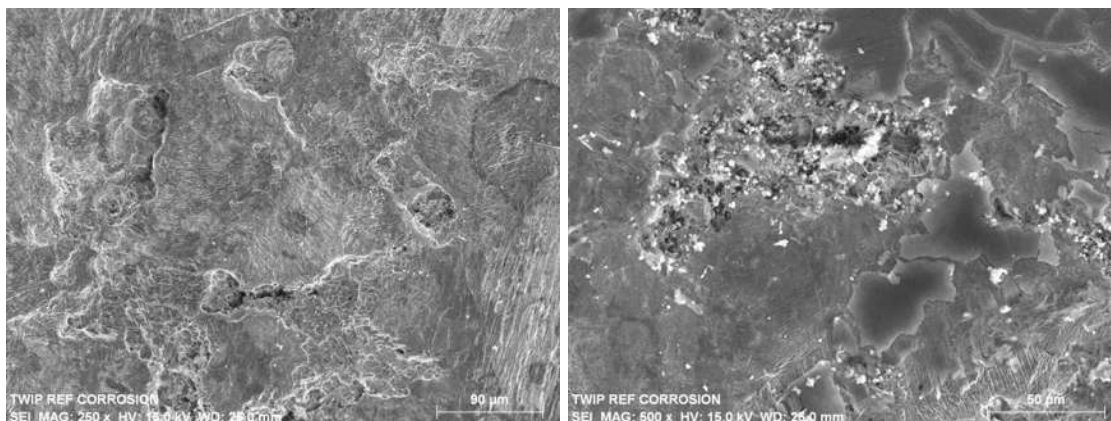


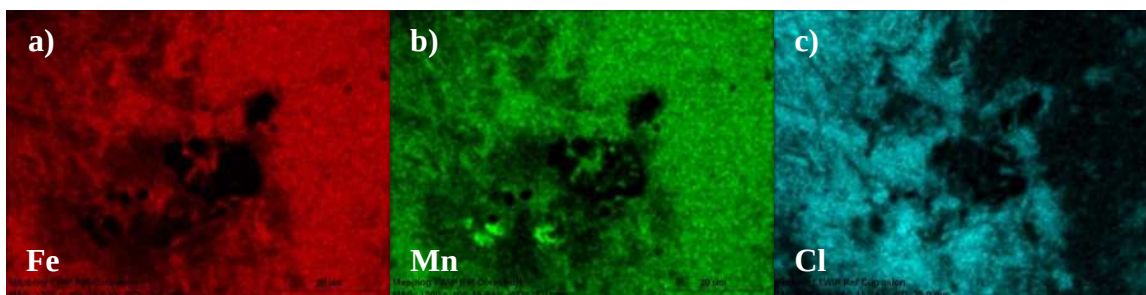
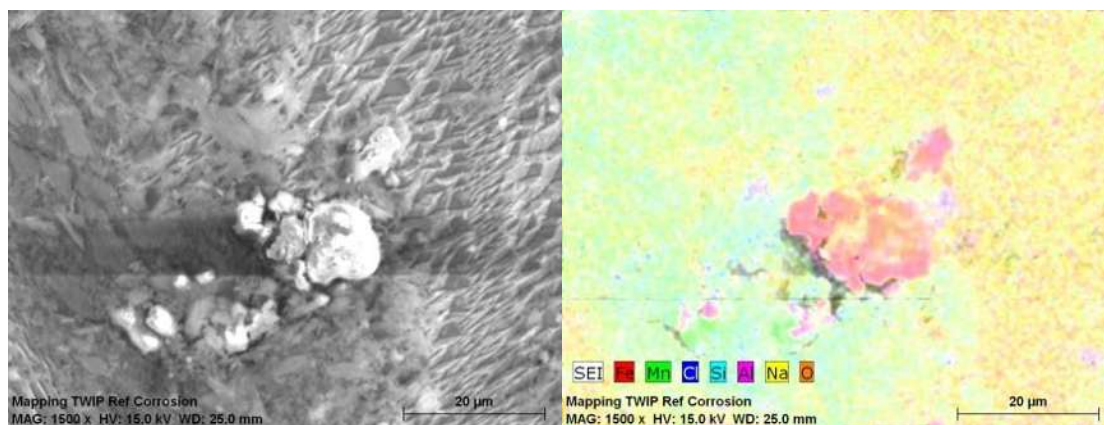
Figura 3.73 Productos de corrosión formados en el acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de solubilizado.

El análisis químico puntual realizado se puede observar en la **Tabla 3.16**.

Tabla 3.16 Presenta el análisis químico de los productos de corrosión del acero TWIP de referencia en condición de solubilizado. La partícula analizada se infiere que es un AlN por el porcentaje de nitrógeno y aluminio tan elevados que se manifiestan en los análisis químicos.

Elemento	[% peso]	[%atómico]	% error
C	3.7	5.8	0.56
N	33.3	44.8	4.56
O	14.3	16.8	2.13
Al	42.3	29.5	2.24
S	2.7	1.8	0.15
Mn	0.8	0.2	0.06
Fe	2.6	0.8	0.12

La **Figura 3.74** muestra el mapeo químico realizado a los productos de corrosión del acero TWIP de referencia en condición de solubilizado. Debido a la coloración rojiza de la imagen, nuevamente se puede observar presente el aluminio, oxígeno y hierro.



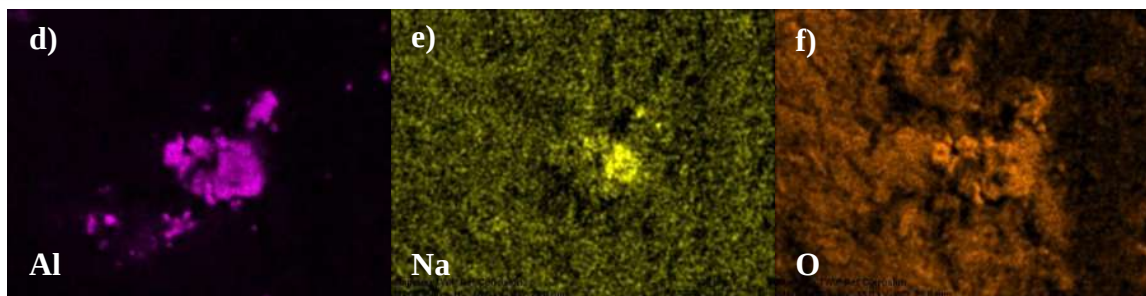


Figura 3.74 Mapeo químico de los productos corrosión formados en el acero TWIP de referencia en condición de tratamiento térmico de solubilizado.

4.8.2.1.2 Acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu.

En la **Figura 3.75** se muestran los productos de corrosión del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. La imagen difiere de la **Figura 3.72**, aquí se puede observar la formación de una fina capa de productos de corrosión, cuyo rompimiento podría deberse a las inclusiones existentes en la superficie del acero TWIP bajo estudio, tal como es el caso de los nitruros de aluminio.

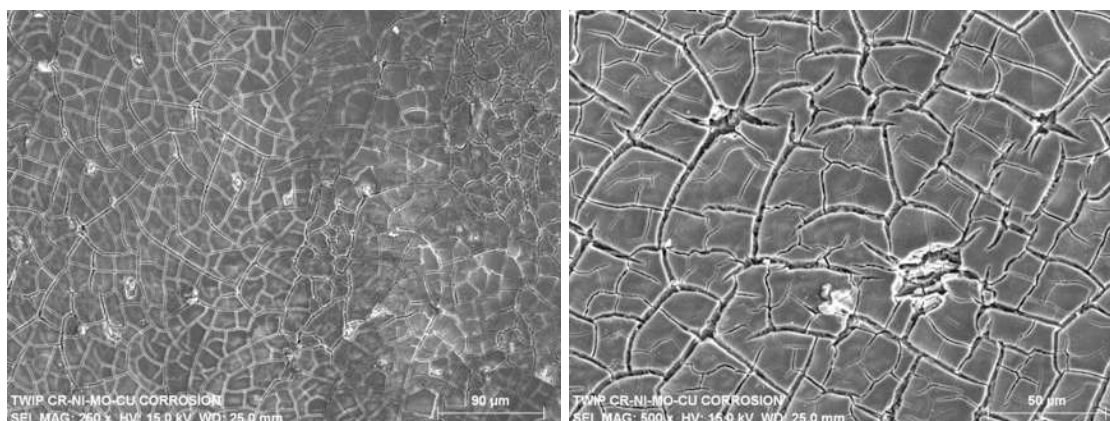


Figura 3.75 Productos de corrosión formados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado.

El análisis químico de los productos de corrosión en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado se muestran en la **Tabla 3.17**, donde el cloro y el sodio se hacen presentes en pequeñas cantidades. La partícula formada podría ser alúmina por las concentraciones tan altas de oxígeno y aluminio.



Tabla 3.17 Análisis químico de los productos de corrosión.

Elemento	[% peso]	[% atómico]	% error
C	6.2	12.27	1.10
N	2.5	4.24	3.82
O	32.8	48.005	38.03
Al	18.9	16.42	0.82
Si	3.6	3.03	0.16
S	1.5	1.10	0.07
Ca	0.9	0.53	0.05
Cr	2.03	0.91	0.13
Mn	5.2	2.25	0.18
Fe	11.2	4.71	0.33
Ni	3.4	1.37	0.13
Cu	4.1	1.53	0.16
Cl	0.3	0.24	0.03

La **Figura 3.76** muestra el mapeo químico realizado a los productos de corrosión del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de solubilizado. A altos aumentos es posible ver el deterioro de la capa formada por los productos de corrosión, propiciada en parte por las partículas complejas propias de la matriz del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu. En este caso se observa por la coloración del mapeo nuevamente el caso de un nitruro de aluminio principalmente.

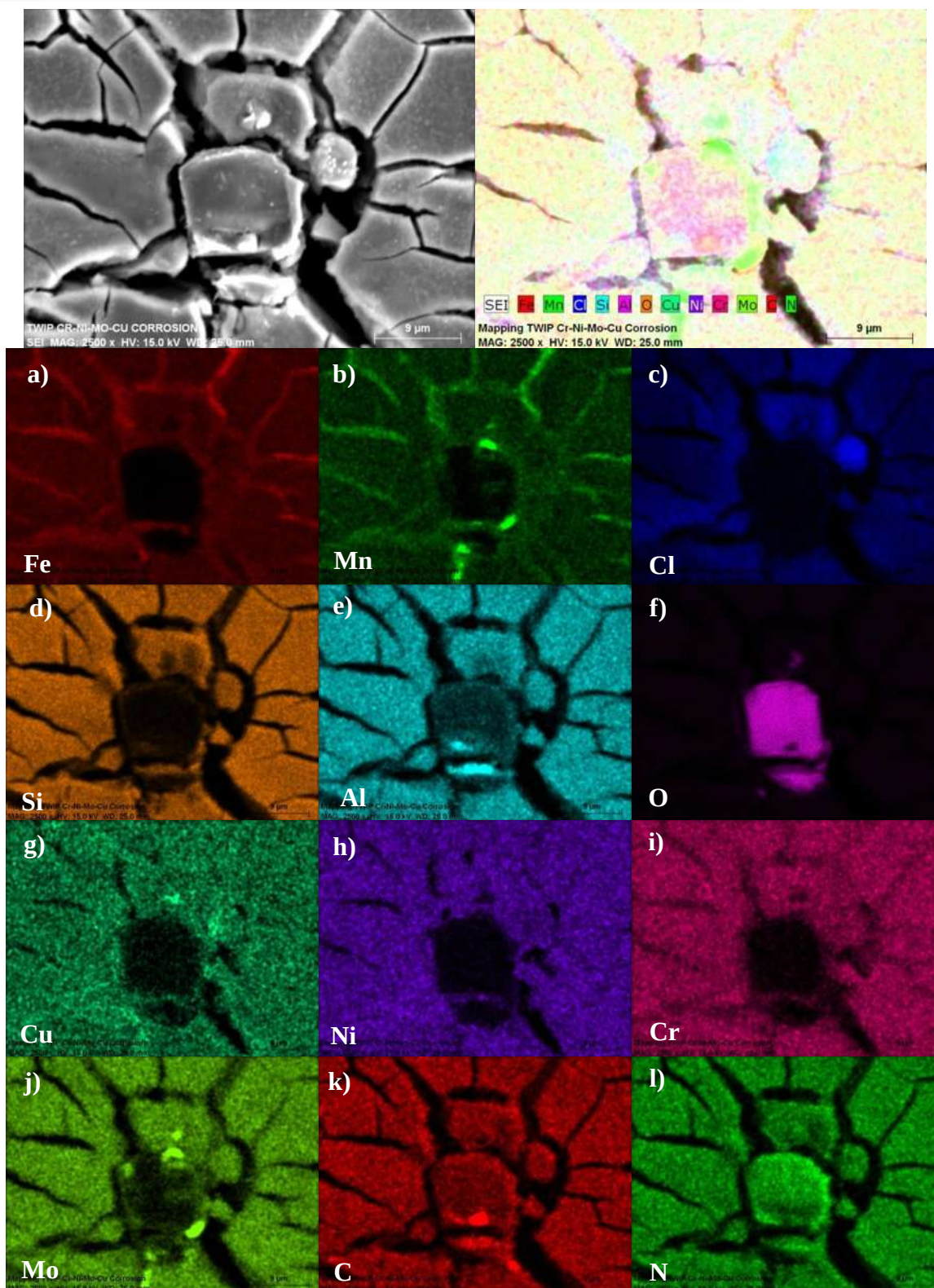


Figura 3.76 Mapeo químico de los productos de corrosión formados en el acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu en condición de tratamiento térmico de solubilizado



CONCLUSIONES.

1. Mediante el programa JMatPro se calcularon diagramas de equilibrio de fases, energía de falla de apilamiento y resistencia a la corrosión por picaduras.
2. La simulación ProCast permitió determinar las velocidades de enfriamiento durante la solidificación en función del espesor de los escalones de la pieza colada en arena. Las diferencias de tamaño dendrítico tiene relación con las velocidades de enfriamiento, a mayores velocidades el tamaño del eje dendrítico es menor y viceversa.
3. El tamaño de grano cambió considerablemente a través de las etapas de acondicionamiento microestructural, influyendo directamente en los valores de dureza. El valor más bajo fue de 50 μm posterior a la segunda laminación, mientras que el valor más alto se obtuvo de la condición de homogenización (4h/pulg) siendo de 400 μm .
4. La disolución de MnS y AlN no fue posible debido a sus altas temperaturas de formación.
5. Los difractogramas realizados demuestran la alta estabilidad de la fase austenita en todas las condiciones de tratamiento térmico y termo-mecánico.
6. Los valores más bajos de microdureza se alcanzaron en la etapa de colada (55 mm de espesor) con un promedio de 180 HV_{500} . Se alcanzó el máximo valor de dureza con un promedio de 450 HV_{500} durante la segunda laminación en caliente.
7. La influencia de los elementos aleantes no generaron decremento de la resistencia mecánica, alcanzando una resistencia máxima real de 1187 MPa y un porcentaje de alargamiento del 45% en los ensayos de tensión y un promedio de 126 J de energía absorbida en los ensayos de impacto Charpy-V.
8. La adición de Cr, Ni, Mo, Cu no modificó el mecanismo de maclaje, a pesar del incremento en la energía de falla de apilamiento.



9. El análisis de superficies de la fractura muestra un tipo de fractura es dúctil, tanto del ensayo de tracción uniaxial, como de impacto Charpy "V".
10. Se logró un incremento de la resistencia a la corrosión en el acero TWIP Cr-Mo-Ni-Cu en comparación a un acero TWIP de referencia.
11. Los mecanismos de corrosión del acero TWIP Cr-Ni-Mo-Cu son por activación y por difusión.



REFERENCIAS.

- [1] G. Frommeyer, E. J. Drewes. Physical and Mechanical Properties of Iron-Aluminum - (Mn, Si) Lightweights Steels. *La Revue De Métallurgie* 97(2000) pp. 1245-1253.
- [2] G. Frommeyer, O. Grässel, L. Krüger. High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP Steels development properties and application. *International Journal of Plasticity* (2000), pp. 1391-1409.
- [3] Committee on automotive applications. Advanced High Strength Steels (AHSS) Application guidelines. *Int. Iron & Steel Inst.* 3(2006) pp. 1-338.
- [4] O. Bouaziz, S. Allain, C. P. Scott. Effect of Grain and Twin Boundaries on the Hardening Mechanisms of Twinning Induced Plasticity Steels. *Scripta Mater.* 58(2011) pp. 484-487.
- [5] S. Fajardo, I Llorente, J. A. Jiménez, J. M. Bastidas, D. M. Bastidas. Effect of Mn Additions on The Corrosion Behaviour of TWIP Fe-Mn-Al-Si Austenitic Steel in Chloride Solution. *Corrosion Science.* 154(2019) pp. 246-253.
- [6] S. Liu, L. Qian, J. Meng, D. Li, P. Ma, F. Zhang. Simultaneously Increasing Both Strength and Ductility of Fe-Mn-C Twinning-Induced Plasticity Steel Via Cr/Mo Alloying. *Scripta Mater.* 127(2017) pp. 10-14.
- [7] J. T. Benzing, W. A. Poling, D. T. Pierce, J. Bentley, K. O. Findley, D. Raabe, J. E. Wittig. Effects of Strain Rate on Mechanical Properties and Deformation Behavior of an Austenitic Fe-25Mn-3Al-3Si TWIP-TRIP Steel. *Materials Science and Engineering: A.* 711(2018) pp. 78-92.
- [8] H. Aydin, E. Essadiqi, I. H. Jung, S. Yue. Development of 3rd Generation AHSS with Medium Mn Content Alloying Compositions. *Materials Science and Engineering: A.* 564(2013) pp. 501-508.
- [9] O. Bouaziz, S. Allain, C. P. Scott, P. Cugy, D. Barbier. High Manganese Austenitic Twinning Induced Plasticity Steels: A Review of The Microstructure Properties Relationships. *Current Opinion in Solid State and Materials Science.* 15(2011) pp. 141-168.
- [10] G. Cole A. Glove, R. Jeryan, And G. Davies. *Steel World* 2. (1997) pp. 75-83.
- [11] A. Jambor, M. Beyer. *New Cars-New Materials.* (1997) pp. 203-209.



- [12] T. Klein, E. Hertz, S. Borener. A Collection of Recent Analyses of Vehicle Weight and Safety. NHTSA. 28(1991) pp. 1-23.
- [13] Transportation Research Board and National Research Council. Effectiveness and Impact of Corporate Average Fuel Economy (CAFE) Standards. Washington, DC: The National Academy Press. DOI: 10.17226/10172. (2002) pp. 184
- [14] J. Adamczyk A. Grajcar. Effect of Heat Treatment Conditions on the Structure and Mechanical Properties of DP-Type Steel. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. 17(2006) pp. 305-308.
- [15] M. Iker, D. Gaude-Fugarolas, P. J. Jacques, F. Delannay. Improvement of the Mechanical Properties of High Manganese Steels by Combination of Precipitation Hardening and Mechanical Twinning. Advanced Materials Research. 15-17(2006) pp. 852-857.
- [16] A. S. Hamada, P. Sahu, D. A. Porter. Indentation Property and Corrosion Resistance of Electroless Nickel–Phosphorus Coatings Deposited on Austenitic High-Mn TWIP Steel. Applied Surface Science. (2015)356 pp. 1-8.
- [17] O. Bouaziz, S. Allain, J-P. Chateau. A Physical Model of the Twinning-induced Plasticity Effect in a High Manganese Austenitic Steel. Materials Science and Engineering: A. 387-389(2004) pp. 143-147.
- [18] B. C. De Cooman, O. Kwon, K. G. Chin. State of knowledge on TWIP-Steel Materials Science and Technology. 28(2012) pp. 531-527.
- [19] I. Mejía, A. E. Salas-Reyes, A. Bedolla-Jacuinde, J. Calvo, J. M. Cabrera. Effect of Nb and Mo on the Hot Ductility Behavior of a High-Manganese Austenitic Fe–21mn–1.3Al–1.5Si–0.5C TWIP Steel. Materials Science and Engineering: A. 616(2014) pp. 229-239.
- [20] H. Liu, J. Liu, B. Wu, Y. Shen, Y. He, H. Ding, X. Su. Effect of Mn and Al Contents on Hot Ductility of High Alloy Fe-Xmn-C-Yal Austenite TWIP Steels. Materials Science and Engineering: A. 708(2017) pp. 360-374.
- [21] J. E. Jin, Y. K. Lee. Effects of Al on Microstructure and Tensile Properties of C-Bearing High Mn TWIP Steel. Acta Mater. 60(2012), 1680-1688.



- [22] A. Hamada, T. Juuti, A. Khosravifard, A. Kisko, P. Karjalainen, D. Porter, J. Kömi. Effect of Silicon on the Hot Deformation Behavior of Microalloyed TWIP-Type Stainless Steels. *Materials & Design*. 154(2018) pp. 117-129.
- [23] L. Chen, Y. Zhao, X. Qin. Some Aspects of High Manganese Twinning-Induced Plasticity (TWIP) Steel, A Review. *Acta Metallurgica Sinica*. 26(2013), 1-15.
- [24] B. C. De Cooman, Y. Estrin, S. K. Kim. Twinning-Induced Plasticity (TWIP) Steels. *Acta Mater*. 142(2017) pp. 1-80.
- [25] X. Yuan, Y. Zhao, X. Li, Chen L. Effect of Cr on Mechanical Properties and Corrosion Behaviors of Fe-Mn-C-Al-Cr-N TWIP Steels. *Journal of Materials Science & Technology*. 33(2017) pp. 1555-1560.
- [26] Y. J. Kwon, T. Lee, J. Lee, Y. S. Chun, C. S. Lee. Role of Cu on Hydrogen Embrittlement Behavior in Fe-Mn-C-Cu TWIP Steel. *International Journal of Hydrogen Energy*. 40(2015) pp. 7409-7419.
- [27] Reed-Hill E.R., *Principios de Metalurgia Física*. 2da ed. Princeton, New Jersey. 1971.
- [28] B. C. De Cooman, B. C. Kwang-Geun, K. Jinkyung. High-Mn TWIP Steels for Automotive Applications. *New Trends and Developments in Automotive System Engineering*. (2011) pp. 101-128.
- [29] J. W. Christian, S. Mahajan. Deformation Twinning. *Progress in Materials Science*. A. 39(1995), 1-157.
- [30] A. H. Cottrell, B. A. Bilby. A Mechanism for the Growth of Deformation Twins in Crystals. *London, Edinburgh And Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*. 42(2010) pp. 573-581.
- [31] P. M. Anderson, J. P. Hirth, J. Lohte. *Theory of Dislocations*. 2da ed. John Wiley, New York. 1982.
- [32] M. Niewczas, G. Saada. Twinning Nucleation in Cu-8 At. % Al Single Crystals. *Philosophical Magazine*. A, 82(2002) pp. 167-191.
- [33] S. Mahajan G. Y. Chin. Formation of Deformation Twins in FCC Crystals. *Acta Metallurgica Sinica*. 21(1973) pp.1353-1363.



- [34] G. Casillas, A. A. Gazder, E. V. Pereloma, A. A. Saleh. Evidencing Extrinsic Stacking Faults in Twinning-Induced Plasticity Steel. *Materials Characterization*. 123(2017) pp. 275-281.
- [35] B. C. De Cooman, S. K. Kim. Stacking Fault Energy and Deformation Mechanisms in Fe-Xmn-0.6c-Yal TWIP Steel. *Materials Science and Engineering: A*. 676(2016) pp. 216-231.
- [36] F. Reyes-Calderón, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde. Effect of microalloying elements (B, Nb, and V) on solution heat treatment microstructure of Fe-Mn-Al-Si-C TWIP steels). PhD Thesis. Departamento de Metalurgia Mecánica, IIM, UMSNH. México 2013.
- [37] P. Lan, H. Tang, J. Zhang. Solidification Microstructure, Segregation, and Shrinkage of Fe-Mn-C Twinning-Induced Plasticity Steel by Simulation and Experiment. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 47(2016) pp. 2964-2984.
- [38] M. Asta, C. Beckermann, A. Karma, W. Kurz, R. Napolitano, M. Plapp, G. Purdy, M. Rappaz, R. Trivedi. Solidification Microstructures and Solid-State Parallels: Recent Developments, Future Directions. *Acta Mater*. 57(2009) pp.941-971.
- [39] J. Yang, Y-N. Wang, X-M. Ruan, R-Z.Wang, K. Zhu, Fan Z-J. Effects Of Manganese Content on Solidification Structures, Thermal Properties, and Phase Transformation Characteristics in Fe-Mn-Al-C Steels. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 46(2015) pp. 1365-1375.
- [40] S. S. Sohn, S. Hong, J. Lee, B-C. Suh, S-K. Kim, B-J. Lee, N. J. Kim, S. Lee . Effects of Mn and Al Contents on Cryogenic-Temperature Tensile and Charpy Impact Properties in Four Austenitic High-Mn Steels. *Acta Mater*. 100(2015) pp. 39-52.
- [41] K. Sato, M. Ichinose, Y. Hirotsu, Y. Inoue. Effects of Deformation Induced Phase Transformation and Twinning on the Mechanical Properties of Austenitic Fe-Mn-Al Alloys. *ISIJ International*. 29(1989) pp. 868-1877.
- [42] S. Curtze, V. T. Kuokkala. Dependence of Tensile Deformation Behavior of TWIP Steels on Stacking Fault Energy, Temperature and Strain Rate. *Acta Mater*. 58(15)(2010) pp. 5129-5141.



- [43] J. Chen, F-T. Dong, H-L. Jiang, Z-Y. Liu, G-D Wang. Influence of Final Rolling Temperature on Microstructure and Mechanical Properties in a Hot-Rolled TWIP Steel for Cryogenic Application. *Materials Science and Engineering: A*. 724(2018) pp. 330-334.
- [44] T. Dieudonné, L. Marchetti, M. Wery, F. Miserque, M. Tabarant, J. Chêne, C. Allely, P. Cugy, C. P. Scott. Role of Copper and Aluminum on the Corrosion Behavior of Austenitic Fe–Mn–C TWIP Steels in Aqueous Solutions and the Related Hydrogen Absorption. *Corrosion Science*. 83(2014) pp. 234-244.
- [45] I-J. Park, S-M. Lee, M. Kang, S. Lee, Y-K. Lee. Pitting Corrosion Behavior in Advanced High Strength Steels. *Journal of Alloys and Compounds*. 619(2015) pp. 205-210.
- [46] E. P. Degarmo, J. T. Black, A. Ronald A. *Materials and Processes in Manufacturing*. 9^a ed. John Wiley, New York. pp. 388 2003
- [47] ASTM E3-11(2017), Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017
- [48] R. Mussini, M. González. Nuevas tendencias en la evaluación de daño por creep. 3rd panamerican conference for ndt (panndt). Brasil 2003.
- [49] ASTM E384 Standard, Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, DOI: 10.1520/E0384-11E01 www.astm.org. (2011) pp. 43.
- [50] ASTM E8 Standard, Standard test methods for tension testing of metallic materials, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, DOI: 10.1520/E0008_E0008M-11 www.astm.org. (2011) pp. 27.
- [51] ASTM E23-18, Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018
- [52] ASTM A370-19, Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019
- [53] R. W. Cahn. *The Coming of Materials Science*. Vol. 5, Pergamon, Amsterdam. 2001.
- [54] H. Essoussi, S. Ettaqi, E. Essadiqi. The effect of alloying elements on the stacking fault energy of a TWIP steel. *Procedia Manufacturing*. 22(2018) pp. 129-134.



- [55] M. Madivala, A. Schwedt, S. Wong, L. Roters, U. Prahl. Temperature dependent strain hardening and fracture behavior of TWIP steel. *International Journal of Plasticity*. 104(2018) pp. 80-103.
- [56] Y. C. Jaehong, S. Kim, Y. Park, J. Choi. Characteristics of The Hot Cracking and Segregation Behavior in The High Manganese Steel Welds. *Proceedings of the 1st International Conference on High Manganese Steels*. (2011) pp. 1-8.
- [57] X. Zhenming, G. Qingfeng, J. Qichuan. TiC as Heterogeneous Nuclei of the (Fe, Mn) 3C and Austenite Intergrowth Eutectic in Austenite Steel Matrix Wear Resistant Composite. *Materials Research Bulletin*. 39(2004) pp.457-463.
- [58] D. C. Saha, S. Han, K. G. Chin, I. Choi. Weldability Evaluation and Microstructure Analysis of Resistance-Spot-Welded High-Mn Steel in Automotive Application. *Steel Research International*. 83(2012) pp. 352-357.
- [59] M. Sasaki, K. Matsuura, K. Ohsasa, M. Ohno. Effects of Addition of Titanium and Boron on Columnar Austenite Grain in Carbon Steel. *Isij International*. 49(2009) pp. 1367-1371.
- [60] R. Ueji, N. Tsuchida, D. Terada, N. Tsuji, Y. Tanaka, A. Takemura, K. Kunishige. Tensile Properties and Twinning Behavior of High Manganese Austenitic Steel with Fine-Grained Structure. *Scripta Mater*. 59(2008) pp. 963-966.
- [61] P. Lan, J. Zhang. Tensile Property and Microstructure of Fe-22mn-0.5c TWIP Steel. *Materials Science and Engineering: A*. 707(2017) pp. 373-382.
- [62] S. Kang, Y-S. Jung, J-H. Jun, Y-K. Lee. Effects of Recrystallization Annealing Temperature on Carbide Precipitation, Microstructure, and Mechanical Properties in Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP Steel. *Materials Science and Engineering: A*. 527(2010) pp. 745-751.
- [63] X. Yuan, L. Chen, Y. Zhao, H. Di, F. Zhu. Influence of Annealing Temperature on Mechanical Properties and Microstructures of a High Manganese Austenitic Steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 217(2015) pp. 278-285.
- [64] A. A. Saleh, E. V. Pereloma, A. A. Gazder. Texture Evolution of Cold Rolled and Annealed Fe-24mn-3al-2si-1ni-0.06c TWIP Steel. *Materials Science and Engineering: A*. 528(2011) pp. 4537-4549.



- [65] A. A. Saleh, E. V. Pereloma, A. A. Gazder. Microtexture Analysis of Cold-Rolled and Annealed Twinning-Induced Plasticity Steel. *Scripta Mater.* 65(2011) pp.560-563.
- [66] S. Kang, J-G. Jung, M. Kang, W. Woo, Y-K. Lee. The Effects of Grain Size on Yielding, Strain Hardening, and Mechanical Twinning in Fe–18Mn–0.6C–1.5Al Twinning-Induced Plasticity Steel. *Materials Science and Engineering: A.* 652(2016) pp. 212-220.
- [67] K. M. Rahman, V. A. Vorontsov, D. Dye. The Effect of Grain Size on the Twin Initiation Stress in a TWIP Steel. *Acta Mater.* 89(2015) pp. 247-257.
- [68] G. Dini, A. Najafizadeh, R. Ueji, S. M. Monir-Vaghefi. Tensile Deformation Behavior of High Manganese Austenitic Steel: The Role of Grain Size. *Materials & Design.* 31(2010) pp. 3395-3402.
- [69] A. Dumay, J. P. Chateau, S. Allain, S. Migot, O. Bouaziz. Influence of Addition Elements on the Stacking-Fault Energy and Mechanical Properties of an Austenitic Fe–Mn–C Steel. *Materials Science and Engineering: A.* 483-484(2008) pp. 184-187.
- [70] S. Hertelé, W. De Waele, R. A. Denys. Generic Stress–Strain Model for Metallic Materials with Two-Stage Strain Hardening Behaviour. *International Journal of Non-Linear Mechanics.* 46(2011) pp. 519-531.
- [71] D. T. Pierce, J. A. Jiménez, J. Bentley, D. Raabe, J. E. Wittig. The Influence of Stacking Fault Energy on the Microstructural and Strain-Hardening Evolution of Fe–Mn–Al–Si Steels During Tensile Deformation. *Acta Mater.* 100(2015) pp. 178-190.
- [72] E. D. Palma-Elvira, P. Garnica-Gonzalez, J. S. Pacheco-Cedeño, J. J. Cruz Rivera, M. Ramos-Azpeitia, C. G. Garay-Reyes, J. L. Hernández-Rivera. Microstructural Development and Mechanical Properties During Hot Rolling and Annealing of an Automotive Steel Combining TRIP/TWIP Effects. *Journal of Alloys and Compounds.* 798(2019) pp. 45-52.
- [73] K. Jeong, J-E. Jin, Y-S. Jung, S. Kang, Y-K. Lee. The Effects of Si on the Mechanical Twinning and Strain Hardening of Fe–18mn–0.6c Twinning-Induced Plasticity Steel. *Acta Mater.* 61(2013) pp. 3399-3410.