



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN
METALURGIA Y MATERIALES**



**“CARACTERIZACIÓN METALOGRAFICA, ESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE
UN ACERO AVANZADO DE BAJA DENSIDAD Fe-Mn-Al-C MICROALEADO
CON Ti/B”**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

**MAESTRO DE CIENCIAS EN METALURGIA
Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

PRESENTA:

ING. OMAR ENRIQUE VILLANUEVA PEREZ

ASESOR:

DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS
PROFESOR INVESTIGADOR TITULAR “C”
DEPARTAMENTO DE METALURGIA MECÁNICA, IIM-UMSNH

ASESOR EXTERNO:

DR. ANTONIO ENRIQUE SALAS REYES
PROFESOR DE CARRERA DE TIEMPO COMPLETO
DEPARTAMENTO DE METALURGIA
FACULTAD DE QUIMICA, UNAM

Morelia, Michoacán, México; Enero de 2019.



100 años



Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales

Of. Núm. IIM-ST-089-2018.

Morelia, Mich., Noviembre 28 del 2018.

C. ING. OMAR ENRIQUE VILLANUEVA PEREZ

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 Y MECANICA DE UN ACERO AVANZADO DE BAJA DENSIDAD Fe-Mn-Al-C MICROALEADO CON Ti/B”**, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

9300267-0	DR. IGNACIO MEJIA GRANADOS	(Presidente)
EXT18068	DR. ANTONIO ENRIQUE SALAS REYES	(Vocal)
0100306-2	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Vocal)
9700358-1	DR. JUAN ZARATE MEDINA	(Vocal)
7600546-1	DRA. MA. EUGENIA CONTRERAS GARCIA	(Vocal)
0300379-5	DR. HECTOR G. CARREON GARCIDUEÑAS	(Suplente)

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

Atentamente

Dr. Alberto Ruiz Marines
Director

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

U. M. S. N. H.



Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales

ARM/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 del programa de maestría.

Personas:

A mi asesor Dr. Ignacio Mejía estoy muy agradecido por darme la oportunidad de estar en su grupo de trabajo y confiar plenamente en mí desde el primer día que lo conocí, agradezco por enseñarme a trabajar y concentrarme bajo mucha presión, descubrí muchas cualidades las cuales nunca creí lograrlas.

A mi co-asesor Dr. Enrique Salas y familia, por todo su apoyo incondicional. Todas aquellas habilidades y enseñanzas en el desarrollo experimental se las debo a usted.

A los integrantes de mi comité tutorial: Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde, Dr. Juan Zarate, Dra. Ma. Eugenia de la Salud Contreras, por sus consejos, críticas y sugerencias para la realización exitosa de este proyecto de maestría, y por apoyarme a terminar este proceso de formación profesional.

A mis amigos del grupo de trabajo: Gladys, Humberto, Victor Garcia, Carlos, Ali, Maleny y Dulce, muchas gracias por todo su apoyo, consejos y sobre todo la amistad. Nunca olvidare aquellos momentos de convivencia y sufrimientos que pasamos juntos. A mis amigos del instituto: Luis, Paco, Rubén, Pablo, Kevin, Martin, Mane, Xitlali, Francisco Vapeani, Yareth, etc.

De igual manera mis sinceros agradecimientos al Dr. Victor López por su apoyo incondicional y confianza al igual que los técnicos: Frank, Tony, Sayil, Simón, Fer, Sra. Vicky y todos aquellos que apoyaron. Gracias por su amistad, conocimientos, consejos y apoyo. ¡¡¡Muchas gracias!!!

“No hagas amigos con los que te sientas cómodo,
haz amigos que te obliguen a crecer.
Thomas J. Watson”



DEDICATORIA.

Dedico esta tesis a mis papas Omar Villanueva y Enriqueta Perez que siempre confiaron en mí y ser el orgullo de la familia, agradezco todo su apoyo incondicionalmente en la parte moral y económica para poder ser la persona en la que hoy me he convertido. Doy gracias a Dios de haberme otorgado una familia tan maravillosa.

A mi esposa Daniela por toda su confianza que puso en mí, el apoyo moral y económico cuando más lo necesite. Tu afecto y cariño son los detonantes de mi felicidad, de mi esfuerzo, de mis ganas de buscar lo mejor para ti. En todos estos años, me has enseñado y me sigues enseñado muchas cosas en esta vida. Fuiste mi motivación más grande para concluir con éxito este proyecto.

A mi hermano Jonhy te agradezco el apoyo que me diste y sobre todo agradecerte el darme la confianza y el coraje para tomar decisiones. De igual manera a toda mi familia, gracias por el apoyo y la confianza.

“Una casa será fuerte e indestructible cuando esté sostenida por estas cuatro columnas: padre valiente, madre prudente, hijo obediente, hermano complaciente. Confucio”



Índice general

Resumen.....	xxi
Abstract.....	xxii

Capítulo I.

1.1 Introducción.....	1
1.2 Justificación.....	4
1.3 Objetivos.....	5
1.3.1 <i>Objetivo general</i>	5
1.3.2 <i>Objetivos particulares</i>	5
1.4 Hipótesis.....	6

Capítulo II: Revisión bibliográfica.

2.1 Generalidades de los aceros de baja densidad.....	7
2.2 Aplicaciones.....	8
2.3 Clasificación de aceros de baja densidad.....	9
2.3.1 <i>Aceros ferríticos (α)</i>	9
2.3.2 <i>Aceros austeníticos (γ)</i>	10
2.3.3 <i>Aceros de doble fase ($\gamma+\alpha$)</i>	11
2.3.4 <i>Aceros de triple fase ($\gamma+\alpha+\kappa$)</i>	12
2.4 Propiedades mecánicas.....	13
2.5 Sistema Fe-Mn-Al-C.....	17
2.5.1 <i>Diagrama de fase Fe-Mn-C, Fe-Al-C y Fe-Mn-Al-C</i>	17
2.6 Fases presentes en el sistema Fe-Mn-Al-C.....	21
2.6.1 <i>Austenita</i>	21
2.6.2 <i>Ferrita</i>	22
2.6.3 <i>Fase Kappa</i>	22
2.6.3.1 <i>Descomposición espinodal</i>	26
2.6.4 <i>Fase B2 y DO3</i>	28
2.6.5 <i>Fase Mn-β</i>	29
2.7 Diagrama de fase Ti-B.....	32
2.8 Efecto de los elementos aleantes en el sistema Fe-Mn-Al-C.....	33
2.8.1 <i>Efecto del contenido del Mn</i>	33
2.8.2 <i>Efecto del contenido del Al</i>	34



2.8.3 Efecto del contenido del C.....	35
2.9 Efecto de los elementos microaleantes en aceros avanzados.....	36
2.9.1 Efecto del Ti.....	36
2.9.2 Efecto del B.....	37
2.9.3 Efecto del Ti/B.....	38
2.10 Solidificación de aceros de baja densidad austeníticos.....	40
2.10.1 Modo de solidificación FA.....	40
2.11 Tratamiento térmicos en aceros de baja densidad.....	40
2.11.1 Tratamiento térmico de homogenizado.....	40
2.11.2 Tratamiento térmico de solubilizado.....	41
2.11.3 Tratamiento térmico de envejecido.....	42
2.12 Tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	43
2.12.1 Deformación en caliente.....	43
2.12.2 Mecanismos de ablandamiento.....	44
2.12.2.1 Recuperación dinámica.....	44
2.12.2.2 Recristalización dinámica.....	46
2.12.2.3 Aproximación microestructural de la recristalización dinámica.....	49
2.12.3 Retraso de la recristalización.....	50
2.12.3.1 Efecto de los elementos soluto.....	50
2.12.3.2 Efecto de los precipitados.....	50
 Capítulo III: Procedimiento experimental.	
3.1. Materiales.....	52
3.1.1 Análisis químico.....	53
3.2 Medición de densidad.....	53
3.2.1 Picnometría de helio.....	53
3.3 Predicciones mediante JMatPro.....	54
3.3.1 Diagramas de equilibrio/metaestables y transformación.....	54
3.3.2 Propiedades termo-físicas.....	54
3.4 Predicciones mediante ProCast.....	55
3.4.1 Velocidad de enfriamiento.....	60
3.4.2 Distribución de temperaturas.....	60
3.5 Tratamiento de acondicionamiento microestructural.....	62
3.5.1 Tratamiento térmico de homogenizado.....	62



3.5.2 Tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	63
3.5.3 Tratamiento térmico de solubilizado.....	64
3.5.4 Tratamiento térmico de envejecimiento.....	65
3.6 Caracterización metalográfica.....	67
3.6.1 Preparación metalográfica.....	67
3.6.2 Ataque químico.....	68
3.6.3 Microscopía óptica (MO).....	69
3.6.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB-EDS).	69
3.6.4.1 Replica de carbono.....	70
3.7 Caracterización mediante difracción de electrones retrodispersados.....	72
3.7.1 Preparación de muestra.....	72
3.7.2 Post-procesamiento.....	73
3.8 Caracterización estructural.....	74
3.8.1 Difracción de rayos-X (DRX).....	74
3.9 Microscopia electrónica de transmisión (MET) mediante capa fina.....	78
3.9.1 Preparación de muestra.....	78
3.9.2 Procesamiento de imágenes mediante Digital Micrograph.....	79
3.10 Caracterización mecánica.....	80
3.10.1 Microdureza Vickers.....	80
 Capítulo IV: Resultados y discusión.	
4.1 Análisis químico.....	81
4.2 Predicciones mediante picnometría de helio.....	81
4.3 Diagramas de equilibrio mediante el programa JMatPro.....	82
4.3.1 Diagramas de equilibrio.....	82
4.3.2 Distribución de fases a temperaturas: 450, 550 y 650 °C.....	85
4.3.3 Isopletras.....	86
4.3.4 Diagramas de transformación TTT Y CCT.....	88
4.4 Predicciones de la velocidad de enfriamiento durante la solidificación mediante ProCast.....	89
4.5 Condición de solidificación (as-Cast).....	93
4.5.1 Resultados de microscopía óptica de luz (MO).....	93
4.5.2 Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).....	96
4.5.3 Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.....	102
4.5.4 Microdureza Vickers.....	104



4.6 Condición de tratamiento térmico de homogenizado.....	105
4.6.1 <i>Resultados de microscopía óptica de luz (MO).....</i>	<i>105</i>
4.6.2 <i>Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).....</i>	<i>108</i>
4.6.3 <i>Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.....</i>	<i>112</i>
4.6.4 <i>Microdureza Vickers.....</i>	<i>114</i>
4.7 Condición de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....	115
4.7.1 <i>Resultados de microscopía óptica de luz (MO).....</i>	<i>115</i>
4.7.2 <i>Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).....</i>	<i>117</i>
4.7.3 <i>Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.....</i>	<i>120</i>
4.7.4 <i>Microdureza Vickers.....</i>	<i>121</i>
4.8 Condición de tratamiento térmico de solubilizado.....	121
4.8.1 <i>Resultados de microscopía óptica de luz (MO).....</i>	<i>121</i>
4.8.2 <i>Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).....</i>	<i>122</i>
4.8.3 <i>Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.....</i>	<i>124</i>
4.8.4 <i>Microdureza Vickers.....</i>	<i>125</i>
4.9 Condición de tratamiento térmico de envejecimiento.....	126
4.9.1 <i>Resultados de microscopía óptica de luz (MO).....</i>	<i>126</i>
4.9.1.1 <i>Envejecimiento a 450 °C.....</i>	<i>126</i>
4.9.1.2 <i>Envejecimiento a 550 °C.....</i>	<i>129</i>
4.9.1.3 <i>Envejecimiento a 650 °C.....</i>	<i>133</i>
4.9.2 <i>Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).....</i>	<i>139</i>
4.9.2.1 <i>Envejecimiento a 450 °C.....</i>	<i>139</i>
4.9.2.2 <i>Envejecimiento a 550 °C.....</i>	<i>142</i>
4.9.2.3 <i>Envejecimiento a 650 °C.....</i>	<i>145</i>
4.9.2.4 <i>Replica de carbono.....</i>	<i>148</i>
4.9.2.5 <i>Difracción de electrones retro-dispersados (EBSD).....</i>	<i>149</i>
4.9.2.5.1 <i>EBSD de envejecimiento a 450 °C y 48 h.....</i>	<i>152</i>
4.9.2.5.2 <i>EBSD de envejecimiento a 550 °C y 36 h.....</i>	<i>162</i>
4.9.2.5.3 <i>EBSD de envejecimiento a 650 °C y 48 h.....</i>	<i>169</i>
4.9.3 <i>Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.....</i>	<i>179</i>
4.9.4 <i>Resultados mediante microscopía electrónica de transmisión (MET).....</i>	<i>186</i>
4.9.5 <i>Microdureza Vickers.....</i>	<i>191</i>



Capítulo V: Conclusiones.....	193
Recomendaciones.....	195
Trabajo futuro.....	196
Referencias bibliográficas.....	197



Indice de figuras

CAPITULO I

Figura 1 Diagrama de resistencia-elongación de algunos aceros de baja densidad.....3

CAPITULO II

Figura 2.1 Esquema sobre la importancia de los aceros de baja densidad.....7

Figura 2.2 Resultados de un estudio de ingeniería para reemplazar los aceros HSLA en el chasis de Golf V, Volkswagen por un acero de doble fase o dúplex de matriz ferrítica: **(a)** espesor de lámina con aceros HSLA y **(b)** espesor de lámina con acero de baja densidad.....9

Figura 2.3 Cambio de microdureza en función del tiempo de envejecimiento a 550 °C.....13

Figura 2.4 Propiedades de tracción para la aleación Fe-30Mn-7.8Al-1.3C en función del tiempo de envejecimiento a 550 °C14

Figura 2.5 Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecido a 500, 600 y 700 °C.....15

Figura 2.6 Curvas de esfuerzo-deformación de muestras solubilizadas con velocidad de endurecimiento por deformación correspondiente en función de la deformación.....16

Figura 2.7 Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecido a 550 °C.....17

Figura 2.8 Efectos de la adición de Mn y Al en el componente de fase y los campos de fase del sistema Fe-C. **(a)** Fe-C; **(b)** Fe-15Mn-C; **(c)** Fe-7Al-C. La línea punteada en la figura 5c indica la temperatura de transición A2 a B2 causada por la adición de Al.....18

Figura 2.9 a) Celda unitaria de γ -desordenada, **b)** Estructura ordenada γ ($L1_2$) y **c)** Carburo kappa.....19

Figura 2.10 Las secciones poli-térmicas de los diagramas de fase para las aleaciones Fe-Mn-Al-0.85C calculadas a partir de FacStage, **(a)** como una función de Al para Mn = 20% y C = 0.85%; **(b)** en función de Mn para Al = 7% y C = 0.85%.....20

Figura 2.11 Celda unitaria de carburo kappa. El aluminio ocupa cada esquina, el hierro y el manganeso se ubican en los centros de las caras y el átomo de carbono se coloca en el centro de la celda unitaria que también es un sitio octaédrico formado por hierro y manganeso.....23

Figura 2.12 Estructuras cristalinas de **a)** $Fe_3Al-L12$, **b)** $Fe_3AlC-E21$, **c)** Fe_2MnAlC y **d)** $FeMn_2AlC$25

Figura 2.13 Estructuras moduladas obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido para una aleación Fe-30Mn-10Al-2C: **a)** 1 h y **b)** 4 h de envejecimiento.....26

Figura 2.14 a) Aleaciones entre los puntos espinodales son inestables y pueden descomponerse en dos fases coherentes 1 y 2 sin necesidad de alcanzar la barrera energética de nucleación. Aleaciones entre el campo de miscibilidad coherente y la espinodal son metaestables y pueden descomponerse solo después de la nucleación de la otra fase. **b)** Diagrama energía libre-composición mostrando la difusión hacia arriba.....27



Figura 2.15. a-d) Perfiles de composición esquemáticos al aumentar el tiempo para una aleación templada en la región espinodal (X_0). e-h) Fuera de la región espinodal (X'_0).....	28
Figura 2.16 Micrografías en MEB de muestras envejecidas a 550 °C: a) Acero A / 10,000 min, b) Acero B / 10,000 min y c) Acero C / 10,000 min respectivamente.....	29
Figura 2.17 Grafica de microdureza vickers de las aleaciones 9Al, 9Al-1Si y 11Al en función del tiempo de envejecimiento a 550 °C	30
Figura 2.18 Micrografías ópticas de b) 9Al (solubilizado), c) 9Al-1Si (solubilizado), d) 11Al (solubilizado), (e) 9Al envejecido durante 10,000 min, (f) 9Al-1Si envejecido durante 10,000 min, y (g) 11Al envejecido por 1000 min. γ y α representan austenita y ferrita, respectivamente	31
Figura 2.19 Mecanismo de formación de Mn- β para aceros de baja densidad.....	31
Figura 2.20 Diagrama de fase binario Titanio-Boro.....	33
Figura 2.21 Efecto del contenido de manganeso en las propiedades mecánicas para las siguientes aleaciones Fe-10Al-1C-Mn (<i>símbolos cerrados</i>) y Fe-3Si-3Al-Mn (<i>símbolos abiertos</i>).....	34
Figura 2.22 Efecto del contenido de aluminio en las propiedades mecánicas para las aleaciones: Fe-(20-22) Mn-0.6C-Al y aleaciones ferríticas (Fe-Al).....	35
Figura 2.23 Efecto del contenido de carbono en las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Al-Mn-C.....	36
Figura 2.24 Comportamiento del esfuerzo máximo en condición de as-cast.....	39
Figura 2.25 Micrografía óptica de acero solidificado Fe-9.3Mn-5.6Al-0.2C (% en peso) en la esquina del lingote.....	40
Figura 2.26. Productos de la descomposición de la solución sólida sobresaturada.....	42
Figura 2.27 Comparación del refuerzo de carburos kappa en aceros Fe-Mn-Al-C y otros carburos utilizados en aceros microaleados.....	43
Figura 2.28 Representación de las diferentes etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos y, e) Crecimiento de granos.....	44
Figura 2.29 Jerarquía de microestructuras en metales policristalinos deformados por deslizamiento: a) Dislocaciones, b) Límites de dislocaciones, c) Bandas de deformación y transición dentro de un grano, d) Bandas de corte y e) Barreras densas de dislocaciones.....	45
Figura 2.30 Esquema de la recristalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recristalización, b) El crecimiento de un grano recristalizado estáticamente, c) El crecimiento de un grano recristalizado dinámicamente y e) Cinéticas de la recristalización.....	46
Figura 2.31 Efecto de la velocidad de deformación a altas temperaturas para la recristalización dinámica continua en acero de baja densidad Fe-17.5Mn-8.3Al-0.74C-0.14Si.....	48



Figura 2.32 Evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente en una curva típica para deformación en caliente.....49

CAPITULO III

Figura 3.1. Diagrama de flujo para el desarrollo experimental de acero de baja densidad microaleado Ti/B.....52

Figura 3.2 a) Equipo de análisis químico Q4 TASMÁN, **b)** Espectrometría de chispa en acero de baja densidad.....53

Figura 3.3 Modelo: AccuPyc 1330.....54

Figura 3.4 Modelo importado del programa SolidWorks.....56

Figura 3.5 Mallado 3D del modelo para los 3 volúmenes (material, lingotera y base).....56

Figura 3.6 Lingotera dentro de horno de inducción al vacío.....57

Figura 3.7 Asignación de termopares a distintas distancias (3-6 cm) centro-pared del molde.....59

Figura 3.8 Sincronización y determinación de velocidades de enfriamiento en función del llenado del material.....60

Figura 3.9 Distribución de temperatura en función del tiempo.....61

Figura 3.10 Ciclo de tratamiento térmico de homogenizado en función de la temperatura y tiempo 20, 50, 100, 150 y 200 min) para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.....62

Figura 3.11 Tratamiento térmico de homogenizado en horno RHF 1500 CARBOLITE.....63

Figura 3.12 Ciclo de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.....63

Figura 3.13 Proceso del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.....64

Figura 3.14 Ciclo de tratamiento térmico de solubilizado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.....65

Figura 3.15 Proceso del tratamiento térmico de solubilizado.....65

Figura 3.16 Proceso del tratamiento térmico de envejecimiento.....66

Figura 3.17 Ciclo de tratamiento térmico de envejecimiento para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.....66

Figura 3.18 Diferentes etapas de la preparación metalográfica de muestras. **a)** Pasta de diamante, **b)** Pasta de diamante en paño con lubricante, **c)** Limpieza con alcohol, **d)** Secado con aire frío.....67

Figura 3.19 Modelo de equipo: Nikon EPIPHOT 300.....69

Figura 3.20 Microscopio electrónico de barrido: **a)** Modelo de equipo JEOL - JMS-6400, **b)** FEG - SEM 7600F.....70

Figura 3.21 Extracción de precipitados por réplica de carbono para MEB: **a)** Preparación metalográfica y efecto del ataque químico, **b)** Equipo de recubrimiento de carbono y **c)** Remoción de película de carbono en agua destilada.....71



Figura 3.22 Extracción de especímenes por réplica de carbono para MEB: d) Recuperación de los precipitados flotados en agua destilada, e) Precipitados sobre rejillas de Cu y f) Microscopio electrónico de barrido FEG-SEM 7600F.....	71
Figura 3.23 Representación esquemática del montaje de la muestra en MEB para análisis EBSD.....	72
Figura 3.24 Post-procesamiento mediante programa Sprit 2.1.....	74
Figura 3.25 Difractómetro modelo D8 Advance Bruker.....	75
Figura 3.26 Procedimiento para la obtención de imágenes en alta resolución (HRTEM).....	79
Figura 3.27 Mediciones interplanares en alta resolución mediante Gatan-TEM.....	79
Figura 3.28 Microdurómetro Wilson Hardness Tukon 1102.....	80

CAPITULO IV

Figura 4.1 Predicción de densidad con respecto a la temperatura para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B realizada mediante el programa JMatPro.....	82
Figura 4.2 Diagrama de fases en equilibrio del acero bajo estudio (0-100%) calculado mediante JMatPro v9.1.....	83
Figura 4.3 Diagrama de fases en equilibrio del acero bajo estudio (0-0.1%) calculado mediante JMatPro v9.1.	83
Figura 4.4 Diagrama de fases metaestable del acero bajo estudio (0-100%) calculado mediante JMatPro v9.1.	84
Figura 4.5 Diagrama de fases metaestable del acero bajo estudio (0-0.05%) calculado mediante JMatPro v9.1.	85
Figura 4.6 Fases presentes a: a) 450°C, b) 550°C y c) 650°C.	85
Figura 4.7 Efecto del contenido de Al, C y Mn en el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	86
Figura 4.8 Isopletras en relación al contenido del porcentaje en peso de los elementos: a) C, b) Al y c) Mn.	87
Figura 4.9 Diagrama TTT para el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.	88
Figura 4.10 Diagrama CCT para el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	89
Figura 4.11 Sincronización de curvas de enfriamiento y vaciado del material en molde.....	89
Figura 4.12 Curvas de enfriamiento simuladas en ProCast® representando la velocidad de enfriamiento del acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	90
Figura 4.13 Representación esquemática de la fracción sólida durante el porcentaje de llenado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	91
Figura 4.14 Representación esquemática de la contracción y rechupe durante la fracción sólida y el porcentaje de llenado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	92



Figura 4.15 Distribución de temperaturas durante la solidificación a diferentes distancias: **a)** $x = 3.95$, **b)** 2.70 cm, **c)** 0 cm y **d)** -3.80 cm para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....93

Figura 4.16 Microestructura en condición de solidificación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....94

Figura 4.17 Línea de solidificación (centro-pared) para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....95

Figura 4.18 Distribución normal del tamaño promedio de: **a)** brazos primarios **b)** secundarios para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....96

Figura 4.19 Microanálisis puntuales en regiones dendríticas e inter-dendríticas para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.....97

Figura 4.20 Mapeo químico de la región dendrítica e inter-dendrítica para el acero en Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.....98

Figura 4.21 Microanálisis en diferentes zonas de la ferrita en condición de solidificación.....98

Figura 4.22 Mapeo químico de la fase ferrita- α para el acero en Fe-27Mn-7Al-1.2C-Ti-B en condición de solidificación.....99

Figura 4.23 Mapeo químico elemental de una partícula de Ti/B.....100

Figura 4.24 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de solidificación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....101

Figura 4.25 Patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.....103

Figura 4.26 Microdureza Vickers para zona columnar-equiaxial en condición de solidificación.....104

Figura 4.27 Evolución microestructural para diferentes tiempos de homogenizado **a-c)** 20 min, **d-f)** 50 min, **g-i)** 100 min, **j-l)** 150 min y **m-o)** 200 min.....105

Figura 4.28 Evolución del tamaño de grano promedio durante el tratamiento térmico de homogenización del acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....106

Figura 4.29 Distribución normal para el tamaño de grano promedio para diferentes tiempos de homogenizado **a)** 20 min, **b)** 50 min, **c)** 100 min, **d)** 150 min y **e)** 200 min.....107

Figura 4.30 Micrográficas en condición de homogenizado: **a-b)** 20min, **c-d)** 50min, **e-f)** 100 min, **g-h)** 150 min y **i-j)** 200min.....108

Figura 4.31 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de homogenizado: **a)** 20 min, **b)** 50 min, **c)** 100 min, **d)** 150 min y **e)** 200 min.....109

Figura 4.32 Evolución del tamaño de grano promedio versus Concentración de manganeso en la matriz austenítica.....111



Figura 4.33 Mapeos de concentración química de los elementos de la aleación base en el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de homogenizado.....	112
Figura 4.34 Patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de homogenizado.....	113
Figura 4.35 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de homogenizado.....	114
Figura 4.36 Microdureza en condición de homogenizado para tiempos: 20, 50, 100, 150 y 200 minutos de permanencia.....	115
Figura 4.37 Microestructura bimodal (<i>Grano deformado-recristalizado</i>) en condición de laminación en caliente para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	116
Figura 4.38 Micrografías en condición de deformación en caliente (sección transversal)	118
Figura 4.39 Partículas precipitadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de deformación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	118
Figura 4.40 Patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de laminación.....	120
Figura 4.41 Evolución de la microdureza incluyendo la condición de laminación en caliente.....	121
Figura 4.42 Microestructura en condición de solubilizado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.....	122
Figura 4.43 Micrografías en condición de solubilizado a 1100 °C.....	123
Figura 4.44 a) Estructura modulada y b) Partículas precipitadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de solubilizado a 1100 °C.....	123
Figura 4.45 Patrón de difracción de rayos-X en condición de solubilizado.....	125
Figura 4.46 Evolución de la microdureza incluyendo la condición de solubilizado.....	126
Figura 4.47 Microestructura en condición de envejecimiento a 450 °C durante 6 h.....	126
Figura 4.48 Microestructura en condición de envejecimiento a 450 °C durante 12 h.....	127
Figura 4.49 Microestructura en condición de envejecimiento a 450 °C durante 24 h.....	127
Figura 4.50 Microestructura en condición de envejecimiento a 450 °C durante 36 h.....	128
Figura 4.51 Microestructura en condición de envejecimiento a 450 °C durante 48 h.....	128
Figura 4.52 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 6 h.....	130
Figura 4.53 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 12 h.....	130
Figura 4.54 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 24 h.....	131
Figura 4.55 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 36 h.....	131
Figura 4.56 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 48 h.....	132
Figura 4.57 Microestructura en condición de envejecimiento a 650 °C durante 6 h.....	134
Figura 4.58 Microestructura en condición de envejecimiento a 650 °C durante 12 h.....	134



Figura 4.59 Microestructura en condición de envejecimiento a 650 °C durante 24 h.....	135
Figura 4.60 Microestructura en condición de envejecimiento a 650 °C durante 36 h.....	135
Figura 4.61 Microestructura en condición de envejecimiento a 650 °C durante 48 h.....	136
Figura 4.62 Cuantificación de fase Mn- β (zonas <i>rojas</i>) por medio de análisis de imagen a 650 °C durante 48 h de envejecimiento para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.....	137
Figura 4.63 Evolución total tamaño de grano LD Ti/B.....	138
Figura 4.64 Micrografías en condición de envejecimiento a 450 °C durante tiempos de envejecimiento a- b) 6 h, c-d) 12 h, e-f) 24 h, g-h) 36 h y i-j) 48 h.....	139
Figura 4.65 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de envejecimiento a 450 °C durante: a) 6 h, b) 12 h, c) 24 h, d) 36 h y e) 48 h.....	140
Figura 4.66 Micrografías en condición de envejecimiento a 550 °C durante tiempos de envejecimiento a- b) 6 h, c-d) 12 h, e-f) 24 h, g-h) 36 h y i-j) 48 h.....	142
Figura 4.67 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de envejecimiento a 550 °C durante: a) 6 h, b) 12 h, c) 24 h, d) 36 h y e) 48 h.....	143
Figura 4.68 Micrografías en condición de envejecimiento a 650 °C durante tiempos de envejecimiento a- b) 6 h, c-d) 12 h, e-f) 24 h, g-h) 36 h y i-j) 48 h.....	145
Figura 4.69 Partículas precipitadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de envejecimiento a 650 °C durante: a-b) 36 h y c-d) 48 h.....	146
Figura 4.70 Mapeo químico de la fase Mn- β en condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h.....	147
Figura 4.71 Imágenes en MEB de carburos kappa (Fe,Mn) ₃ AlC localizados en límite de grano a T=550 °C durante 36 h de envejecimiento mediante réplica de carbono.....	149
Figura 4.72 Leyenda de mapas IPF y direcciones cristalográficas.....	150
Figura 4.73 Leyenda correspondiente al mapa de Euler.....	151
Figura 4.74 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	154
Figura 4.75 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	155
Figura 4.76 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica desorientación.....	156
Figura 4.77 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	157



Figura 4.78 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	157
Figura 4.79 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	157
Figura 4.80 ODFs para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita.....	158
Figura 4.81 ODFs para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita.....	159
Figura 4.82 ODFs para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa.....	160
Figura 4.83 Localización de la fase kappa (perovskita) en grano austenítico contrastada en zonas azules en condición de envejecimiento a 450 °C y 48h.....	161
Figura 4.84 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	164
Figura 4.85 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	165
Figura 4.86 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	166
Figura 4.87 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	166
Figura 4.88 ODFs para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita.....	167
Figura 4.89 ODFs para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita.....	168
Figura 4.90 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase austenita: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	171
Figura 4.91 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase ferrita: a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	172
Figura 4.92 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase Mn-β a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.....	173
Figura 4.93 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	174
Figura 4.94 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....	174



Figura 4.95 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase Mn-β: a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.....174

Figura 4.96 ODFs para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase austenita.....175

Figura 4.97 ODFs para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase ferrita.....176

Figura 4.98 ODFs para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase Mn-β.....178

Figura 4.99 Patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 450°C.....180

Figura 4.100 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 450°C.....181

Figura 4.101 Patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 550°C.....182

Figura 4.102 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 550°C.....183

Figura 4.103 Patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 650°C.....184

Figura 4.104 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 650°C.....185

Figura 4.105 Imágenes de MET del acero de baja densidad envejecido por 36 h a 550 °C: a-b) Estructura modulada y c) Partículas precipitadas.....186

Figura 4.106 Post-procesamiento de imágenes de alta resolución (HRTEM) en el software Gatan: a-b) Sin tratamiento y c-d) Con tratamiento mediante el uso de filtros.....187

Figura 4.107 Acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C envejecido por 36 h a 550 °C: a) Imagen de alta resolución (HRTEM), b) Patrón de difracción en imagen FFT y c) Medición de la distancia interplanar para la fase austenita.....189

Figura 4.108 Acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C envejecido a 550 °C por 36 h: a-c) Tratamiento de imagen de alta resolución (HRTEM) conteniendo una estructura modulada, d-f) Acercamiento a una región de la estructura modulada y resolución las capas atómicas y g-i) Patrón de difracción y mediciones interplanares.....190

Figura 4.109 a) Estructura modulada en un acero Fe-31Mn-8Al-0.8C y b-c) Patrón de difracción de área selecta (SAD) con $z = [011]$ en la fase austenítica.....191

Figura 4.110 Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecimiento a 450, 550 y 650°C para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.....191

Figura 4.111 Comportamiento de la microdureza Vickers durante el tratamiento de acondicionamiento microestructural y envejecimiento.....192



Índice de tablas.

CAPÍTULO II

Tabla 2.1 Propiedades mecánicas en aceros alto-Manganeso con variaciones de Titanio como elemento microaleante.....	37
Tabla 2.2 Parámetros de ciclo térmico de homogenizado para algunas aleaciones.....	41
Tabla 2.3 Parámetros de ciclo térmico de solubilizado para algunas aleaciones.....	42
Tabla 2.4 Parámetros de ciclo térmico de envejecido para algunas aleaciones.....	42

CAPÍTULO III

Tabla 3.1 Composición química del acero de baja densidad microaleado Ti/B (% en peso).....	52
Tabla 3.2 Propiedades termofísicas para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.....	55
Tabla 3.3 Algunas propiedades termo-físicas para la simulación en ProCast en el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.	58
Tabla 3.4 Condiciones frontera para la simulación en ProCast.	58
Tabla 3.5 Parámetros del proceso de laminación en caliente.	64
Tabla 3.6 Resumen de ataques químicos realizados para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B en condición de solidificación, homogenizado, laminado en caliente y solubilizado.....	68
Tabla 3.7 Resumen de ataques químicos realizados para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B en condición de envejecido.	68
Tabla 3.8 Condiciones de operación para la técnica de EBSD.....	73
Tabla 3.9 Ángulos de difracción para fase austenita- γ correspondiente al sistema Fe-Mn-Al-C.....	75
Tabla 3.10 Ángulos de difracción para fase ferrita- α correspondiente al sistema Fe-Mn-Al-C.....	76
Tabla 3.11 Ángulos de difracción para fase kappa correspondiente al sistema Fe-Mn-Al-C sistema Fe-Mn-Al-C.	76
Tabla 3.12 Ángulos de difracción para fase DO ₃ correspondiente al sistema Fe-Mn-Al-C.....	77
Tabla 3.13 Ángulos de difracción para fase B2 correspondiente al sistema Fe-Mn-Al-C.....	77
Tabla 3.14 Ángulos de difracción para fase Mn- β correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.....	77

CAPITULO IV

Tabla 4.1 Análisis químico del acero de baja densidad bajo estudio determinado por espectrometría de chispa y SEM-EDS.....	81
Tabla 4.2. Variables para la determinación de la densidad para el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.....	81



Tabla 4.3 Resultados de los microanálisis puntuales en regiones dendríticas e inter-dendríticas para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.....	97
Tabla 4.4 Resultados de los microanálisis puntuales de la fase ferrita para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.....	99
Tabla 4.5 Microanálisis de partículas complejas de Ti, Zr, Nb en condición de solidificación.....	102
Tabla 4.6 Microanálisis de partículas complejas Ti, Zr, Nb en condición de homogenizado.....	110
Tabla 4.7 Composición química de la matriz en condición de homogenizado.....	111
Tabla 4.8 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de laminación en caliente.....	119
Tabla 4.9 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de solubilizado.....	124
Tabla 4.10 Tamaño de grano promedio a 450°C de envejecimiento.....	129
Tabla 4.11 Tamaño de grano promedio a 550°C de envejecimiento.....	132
Tabla 4.12 Cuantificación de fase Mn-β a 550°C y 48 h de envejecimiento.....	133
Tabla 4.13 Tamaño de grano promedio a 650°C de envejecimiento.....	136
Tabla 4.14 Cuantificación de fase Mn-β para T=650°C durante 6, 12, 24,36 y 48h de envejecimiento.....	137
Tabla 4.15 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de envejecimiento a 450 °C.....	141
Tabla 4.16 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de envejecimiento a 550 °C.....	144
Tabla 4.17 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de envejecimiento a 650 °C.....	148
Tabla 4.18 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita.....	158
Tabla 4.19 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita.....	159
Tabla 4.20 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa.....	160
Tabla 4.21 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita.....	167
Tabla 4.22 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita.....	168
Tabla 4.23 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase austenita.....	175
Tabla 4.24 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase ferrita.....	177
Tabla 4.25 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase Mn-β.....	178
Tabla 4.26. Parámetros estructurales más significativos para las fases de austenita y kappa.....	188



Lista de abreviaturas.

- DRX:** Dynamic Recrystallization (recristalización dinámica).
- EBSD:** Diffraction of back-scattered electrons (difracción de electrones retro-dispersados).
- HRTEM:** High resolution transmission electron microscopy (Microscopía electrónica de transmisión alta-resolución).
- LD:** Low Density (baja densidad).
- MBIP:** Microbands Induced Plasticity (plasticidad inducida por microbandas).
- MEB:** Microscopia electrónica de barrido.
- MET:** Microscopia electrónica de transmisión.
- MO:** Microscopia óptica.
- ODF:** Orientation of Density Functions (función de densidad de orientación).
- SBIP:** Shear Bands Induced Plasticity (plasticidad inducida por corte de bandas).
- SRO:** Short-Range Order (Orden de corto alcance).
- TRIP:** Transformation-Induced Plasticity (plasticidad inducida por transformación).
- TWIP:** Twin Induced Plasticity (plasticidad inducida por maclaje).
- XRD:** Difracción de rayos-X.

Tabla de símbolos.

Símbolo	Descripción
α	Ferrita (temperaturas bajas)
δ	Ferrita (temperaturas altas)
γ	Austenita
β	Betha
Δ	Delta
θ	Theta
μ	Micra
\pm	Desviación estándar
Å	Angstrom
φ	phi



Resumen.

Los aceros de baja densidad (LD) del sistema Fe-Mn-Al-C pertenecen a la tercera generación de aceros avanzados de alta resistencia. El desarrollo de aceros LD está acorde con las nuevas políticas energéticas y ecológicas, enfocadas a disminuir el consumo de combustibles para mitigar el problema de la contaminación ambiental, ya que estos aceros presentan una excelente relación de alta resistencia y elevada ductilidad, además de una reducción en densidad de hasta 20%. El objetivo principal de este proyecto de investigación fue caracterizar metalográfica, estructural y mecánicamente un acero austenítico de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B. Para este propósito se realizaron predicciones mediante programas JMatPro y ProCast para predecir propiedades termo-físicas, diagramas de fases y transformación en función de la composición química, así como simular las condiciones de solidificación. Se llevaron a cabo una serie de tratamientos térmicos como homogenizado, solubilizado y envejecimiento por precipitación, así como tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente. El acero bajo estudio presentó una densidad de 6.87 g/cm^3 , lo cual representa una disminución de 12.5% respecto a los aceros convencionales. En general, la adición de Ti y B generó endurecimiento por solución sólida, refinamiento de grano, inhibición del crecimiento de grano y aceleración de la recrystalización. Durante los tratamientos de acondicionamiento microestructural se detectó la presencia de austenita- γ , ferrita- α , carburo kappa, fase B2/DO3 y Mn- β , siendo predominante la presencia de austenita- γ . En la condición de envejecimiento a 450°C se presentó la formación de fase B2/DO3 producto de la descomposición de la ferrita- α ; mientras que a 550°C precipitó preferencialmente la fase kappa y a 650°C se presentó la fase Mn- β , la cual es una fase indeseable para este tipo de aceros ya que tiende a fragilizar el material. Los valores de dureza más elevados se presentaron en la condición de envejecimiento a 550°C . Todas las fases presentes fueron corroboradas mediante difracción de rayos-X. Adicionalmente, imágenes de alta resolución de microscopía electrónica de transmisión (HRTEM) en la condición de envejecimiento a 550°C por 36 h, constataron la presencia de fase kappa en la matriz austenítica, contenida en la dirección [210] a lo largo del eje de zona [011] con una distancia interplanar de 1.174 \AA . Finalmente, la técnica de EBSD permitió determinar la distribución de fases y componentes de texturas en muestras envejecidas resultando únicamente componentes (hkl) $\langle uvw \rangle$ débiles.

Palabras clave: Acero de baja densidad, microaleante Ti/B, alto Mn, carburo kappa, austenita.



Abstract.

The low density steels (LD) of the Fe-Mn-Al-C system belong to the third generation of advanced high-strength steels. The development of LD steels is in line with the new energy and ecological policies, focused on reducing fuel consumption to mitigate the problem of environmental pollution, since these advanced steels have an excellent ratio of high strength and high ductility, as well as a reduction in density of up to 20%. The main objective of this research project was to characterize metallographically, structurally and mechanically a Fe-27Mn-7Al-1.2C low density austenitic steel microalloyed with Ti/B. For this purpose, calculations were made using JMatPro and ProCast software packages in order to predict thermo-physical properties, phase and transformation diagrams according to the chemical composition, as well as to simulate solidification conditions. Heat treatments of homogenization, solubilization and aging were designed and performed, as well as thermo-mechanical treatment of hot-rolling. The studied LD steel exhibited a density of 6.87 g/cm³, which represents a decrease of 12.48% compared to conventional steels. In general, Ti and B addition to LD steel generated hardening by solid solution, grain refinement, grain growth inhibition and recrystallization acceleration. During the microstructural conditioning treatment the presence of γ -austenite, α -ferrite, kappa carbide, phase B2/DO3 and β -Mn was detected, being γ -austenite the predominant phase. In the precipitation aging condition at 450 °C, the formation of phase B2/DO3 was produced by the decomposition of α -ferrite; while the kappa phase preferentially precipitated at 550 °C and the β -Mn phase occurred at 650 °C, which is an undesirable phase in low-density steels because it generates embrittlement. The aging condition at 550 °C presented the highest hardness values. All the present phases were corroborated by X-ray diffraction. Additionally, high resolution images of transmission electron microscopy (HRTEM) in the aging condition at 550 °C and 36 h, corroborated the presence of kappa phase in the austenitic matrix in the crystallographic direction [210] along the zone axis [011] with an interplanar distance of 1.174 Å. Finally, EBSD results allowed determining the distribution of phases and texture components in the aging conditions resulting in only weak (hkl) <uvw> texture components.

Keywords: Low density steel, microalloying Ti/B, high Mn, carbide kappa, austenite.



Capítulo I: Parte introductoria.

1.1 Introducción.

El acero es un material conocido y utilizado por la humanidad desde la antigüedad. La combinación de sus propiedades mecánicas con la disponibilidad en la naturaleza de sus dos elementos principales (Fe y C), lo han convertido en la aleación más utilizada a nivel mundial. El interés por los aceros 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 más eficientes a nivel energético manteniendo la elevada resistencia característica de los aceros. Los aceros de baja densidad (LD) son un tipo de aleaciones que pertenecen a esta nueva generación de aceros avanzados de alta resistencia, AHSS (Advanced High-Strength Steels).

Es bien conocido que Mn y C son formadores de austenita, mientras que el Al es un fuerte formador de ferrita. El Al juega un papel de suma importancia en la reducción de peso, mientras que los elementos, Fe, Mn y C causan la formación de carburos kappa, los cuales tienen una estructura cristalina tipo perovskita, siendo la característica de los aceros de baja densidad. La reducción en densidad se debe al elevado contenido de Al. Un 1% en peso de Al reduce aproximadamente la densidad de aceros ordinarios 1.3% por los efectos combinados de masa y dilatación de la red. El sistema Fe-Mn-Al-C posee una excelente combinación de resistencia-ductilidad, principalmente debido al endurecimiento por deformación asociado con el deslizamiento de dislocaciones.

Los elementos ligeros expanden los parámetros de red de los aceros y al mismo tiempo reducen la densidad gracias a sus bajas masas atómicas. Además de la densidad, existen consecuencias mayores de los elementos de aleación en la estabilidad termodinámica de las alotropías del hierro. Por ejemplo, un excesivo uso de aluminio sin compensación con carbón permitiría a la fase ferrita ser estable a todas las temperaturas donde el hierro es sólido, eliminando la posibilidad de optimizar por tratamiento térmico la microestructura.



Además, las fases tales como $(Fe, Mn)_3AlC$, nombrados carburos tipo kappa, se forman cuando el Mn es usado para compensar el efecto de Al en la transformación $\gamma \rightarrow \alpha$. En el caso de los aceros alto Mn completamente austeníticos, sus propiedades mecánicas son en gran medida determinadas por el mecanismo de deformación de la austenita en conjunto con la energía de falla de apilamiento (EFA). El comportamiento de deformación de los aceros austeníticos de baja densidad depende del tamaño, fracción volumétrica, ubicación y distribución de la fase kappa. La precipitación de esta fase ordenada es inevitable que ocurra en el sistema Fe-Mn-Al-C debido a los elementos de aleación Mn y Al. El desarrollo de aceros avanzados con alta resistencia, buena ductilidad y tenacidad ha sido perseguido durante mucho tiempo. Esta familia de aceros se clasifica como aceros avanzados de alta resistencia; incluyendo aceros de doble fase, aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP) y aceros austeníticos de alto manganeso para aplicaciones en automoción, como se muestra en la **Figura 1**.

En los últimos años, otro concepto de acero avanzado ha ganado gran atención por la necesidad de reducir aún más el peso del vehículo. Una alternativa para aumentar la resistencia específica es hacer aceros con menor densidad mediante la adición de elementos ligeros tales como Al y/o Si con el sistema de aleación base Fe-Mn-C. Durante las últimas dos décadas, se ha dedicado mucho esfuerzo al desarrollo de aceros dúctiles ligeros con alta resistencia y densidad reducida para aplicaciones estructurales. Un programa de investigación y desarrollo del sistema Fe-Al-Mn-C para aplicaciones automotrices se ha activado desde principios de los años 2000 en Europa y Japón.

El concepto de acero de baja densidad parece bastante simple, pero los problemas metalúrgicos subyacentes son complicados. Esto se debe a que el acero de baja densidad puede tener estructura ferrítica, austenítica o incluso multifásica dependiendo del contenido de elementos de aleación primaria de C, Mn o Al; esto complica también el mecanismo de deformación. Los estudios de aceros de baja densidad han sido esporádicos a pesar de las impresionantes prestaciones mecánicas que acompañan a una reducción de densidad significativa [1].

Existe la necesidad de una evaluación oportuna de estos aceros emergentes con respecto a la influencia de los elementos de aleación en los constituyentes y el comportamiento mecánico con la finalidad de obtener una mejor comprensión y un punto de vista más amplio en el sistema Fe-Mn-Al-C que es el objetivo de este estudio.

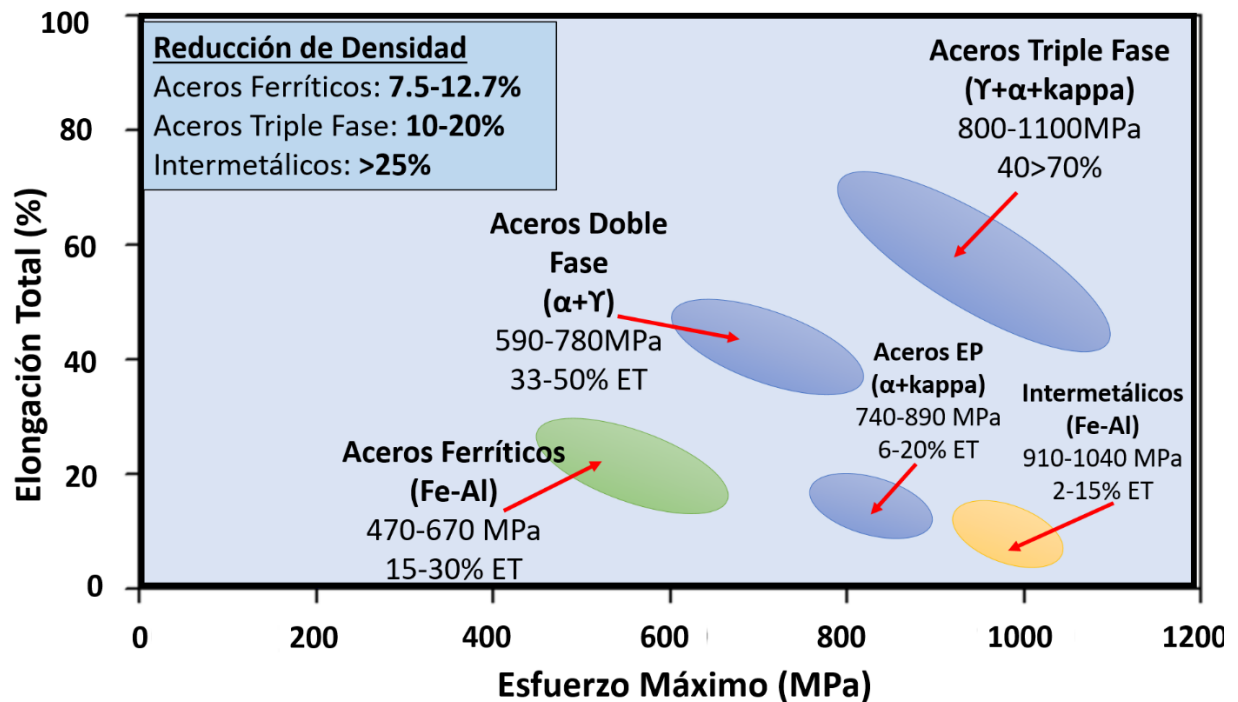


Figura 1 Diagrama de resistencia-elongación de algunos aceros de baja densidad [2].



1.2 Justificación.

Los aceros de baja densidad (LD) han mostrado una característica muy singular en términos de propiedades mecánicas, ya que presentan una relación de alta resistencia y elevada ductilidad, además de reducción en densidad de hasta 18%.

El desarrollo de aceros de baja densidad (LD) está acorde con las nuevas políticas energéticas y ecológicas, enfocadas a disminuir el consumo de combustibles, que ayudan a mitigar el problema de la contaminación ambiental. Esto se logra a través del uso de materiales de alta resistencia que permitan reducir el peso de componentes. Así mismo, de la mano está el tema de la seguridad de los usuarios de automóviles, hablando en términos de choques y colisiones; requiriéndose materiales más resistentes, más dúctiles y de gran capacidad de absorción de energía, que garanticen la integridad física de los usuarios.

Existe muy poca información en la literatura especializada sobre la metalurgia, caracterización y propiedades de aceros de baja densidad del sistema Fe-Mn-Al-C bajo estudio, particularmente el efecto de microaleantes como Ti y B. La correcta elección de los elementos de aleación y microaleación, a través del tratamiento térmico o mecánico y el diseño óptimo en su aplicación final, lo mantienen como un material potencial y económico en comparación con otros aceros y en muchas aplicaciones de automoción e industrial.



1.3 Objetivos.

1.3.1 Objetivo General:

El objetivo principal de este proyecto de investigación es caracterizar metalográfica, estructural y mecánicamente un acero avanzado de alta resistencia de tercera generación de baja densidad del sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B.

1.3.2 Objetivos Particulares:

1. Determinar diagramas de fases de equilibrio/metaestabilidad, transformación y precipitación teóricos de un acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B.
2. Predecir condiciones de solidificación de un acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B.
3. Diseñar y aplicar tratamientos térmicos y termo-mecánicos de acondicionamiento microestructural de un acero de baja densidad Fe-27MnAl-1.2C microaleado con Ti/B.
4. Optimizar el método de preparación metalográfica y ataque químico para revelar en alto contraste la microestructura de un acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B.
5. Determinar la naturaleza metalográfica y microestructural de un acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B mediante microscopía óptica (LOM), electrónica de barrido (MEB), transmisión (MET) y difracción de electrones retrodispersados (EBSD).
6. Determinar las transformaciones de fase presentes de un acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B mediante difracción de Rayos -X (DRX).
7. Determinar la resistencia de un acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B mediante ensayos de microdureza.



1.4 Hipótesis.

De acuerdo con investigaciones previas sobre aceros de baja densidad se sabe que estos presentan propiedades mecánicas de alta resistencia y alta ductilidad. También es sabido que la adición del 1% de Al en estos aceros disminuye la densidad entre 1.3% y 1.5%. Asimismo, es bien sabido que el Mn estabiliza la fase austenítica y el Al estabiliza la fase ferrítica. También se ha reportado que el sistema Fe-Mn-Al-C presenta la formación de la fase kappa. Por otro lado, la adición de elementos microaleantes como Ti y B, generan endurecimiento por solución sólida y precipitación, así como refinamiento de grano.

Por lo cual, en base a los argumentos mencionados, se espera que el acero bajo estudio presente una microestructura triplex ($\gamma + \alpha + \text{kappa}$) durante las diferentes etapas de acondicionamiento microestructural por tratamientos térmicos y termo-mecánicos, particularmente en la condición de envejecimiento por precipitación. Asimismo, se espera que la adición de microaleantes de Ti y B genere refinamiento de grano y una disminución del grado de segregación durante la solidificación, inhibición del crecimiento de grano durante el tratamiento térmico de homogenizado, adelanto del inicio de la recristalización dinámica durante la deformación plástica por laminado en caliente, inhibición del crecimiento de grano durante el tratamiento térmico de solubilizado y la formación de precipitados kappa finos y distribuidos uniformemente debido a una mayor velocidad de nucleación durante el envejecimiento.

Capítulo II: Revisión bibliográfica.

En este capítulo se hace mención a la importancia que destacan los aceros de baja densidad microestructural y mecánicamente en función de composición química, temperatura, tiempo y elementos microaleantes con la finalidad de obtener las mejores propiedades mecánicas para aplicaciones en la industria automotriz.

2.1 Generalidades de los aceros de baja densidad.

Los aceros de baja densidad pertenecen al sistema Fe-Mn-Al-C cuyos principales mecanismos de endurecimiento son por solución sólida y precipitación. Estos aceros se caracterizan por la formación de fases frágiles durante su procesamiento, como son las fases kappa, B2 y DO₃, que si bien aumentan la resistencia, limitan la ductilidad. Rana [3] reportó la importancia de los aceros de baja densidad resumida en la **Figura 2.1**.

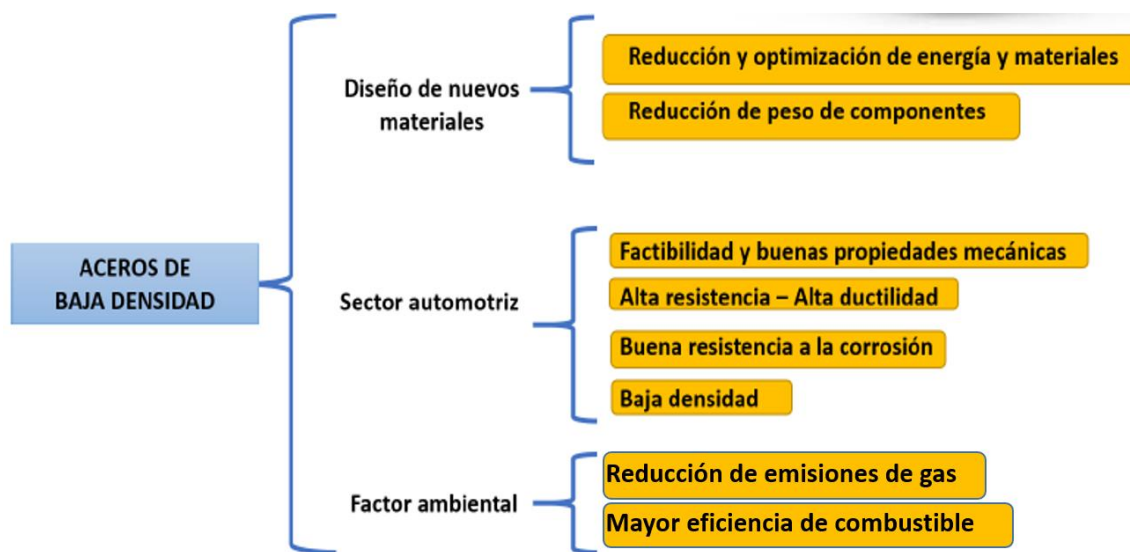


Figura 2.1 Esquema sobre la importancia de los aceros de baja densidad [3].

La primera información sobre "aceros de baja densidad" se remonta a los años treinta, R. Rana [3] y Zuazo y col. [4] reportaron sobre el uso del sistema Fe-Mn-Al-C por primera vez. En la década de 1950, Ham y col. [5] se enfocaron en la posibilidad de sustituir los costosos elementos de aleación Ni y Cr en los aceros inoxidables por Mn y Al más baratos, respectivamente, y en el proceso de obtener ventaja en la densidad también.



La reducción del peso de una estructura de ingeniería ahorra tanto material como energía, por lo que es deseable siempre que se cumpla esta condición. Para lograr este objetivo, los metales ligeros como el aluminio, el manganeso, magnesio y sus aleaciones se consideran preferentemente a los aceros de baja densidad [3]. Durante las décadas de 1980 y 1990, los aluminuros basados en (Fe-Al y Fe₃Al) fueron investigados a fondo [6-8] como reemplazos menos costosos para aceros inoxidables y superaleaciones base Ni [9-10]. Recientemente se han observado serios esfuerzos para comprender y desarrollar aceros de baja densidad en el contexto de las aplicaciones automotrices. Kim y col. [11] refirieron, el interés académico e industrial en la reciente publicación de un "punto de vista" en Scripta Materialia y en una serie de patentes de empresas siderúrgicas.

2.2 Aplicaciones.

En los últimos años, la industria del automóvil ha centrado sus esfuerzos en reducir el consumo de energía y las emisiones de CO₂ a través de la reducción de peso de los vehículos. Los aceros Fe-Mn-Al-C se han investigado como materiales ligeros para automóviles [12].

Los aceros de estas calidades aún tienen muchos problemas que deben abordarse antes de que puedan ser aplicados en la industria automotriz. Por ejemplo, el alto contenido de carbono ha dificultado la soldadura de estructuras automotrices y su alto costo de producción también es un obstáculo para su aplicación. Sin embargo, muchos estudios han intentado desarrollar un acero ligero de alto rendimiento Fe-Mn-Al-C debido a sus excelentes propiedades mecánicas y baja densidad.

En un estudio realizado por Kim y col. [12] se reporta que la adición de 1% de Al tiene el efecto de reducir la densidad en aproximadamente 0.1 g/cm³. Además, los aceros ligeros Fe-Mn-Al-C de alto rendimiento se pueden considerar como materiales estructurales para vehículos militares debido a que la baja densidad ayuda a mejorar la movilidad de los vehículos a través de reducciones de peso. Rana y col. [2] reportaron una simulación virtual de ingeniería asistida por computadora (CAE), donde todas las láminas de acero HSLA utilizadas en el automóvil fueron virtualmente reemplazadas mediante un acero ferrítico de baja densidad con contenido 3.3Mn-6.57 Al (% peso). El acero de baja densidad seleccionado tiene una densidad de 7.27 g/cm³ y un módulo de Young de 181 Gpa.

En la **Figura 2.2**, se muestran los espesores de las láminas de diferentes piezas del chasis del automóvil, hechas de HSLA y aceros de baja densidad que proporcionan los mismos valores de rigidez torsional. Para lograr el mismo nivel de rigidez torsional simplemente se modificaron todos los espesores de las láminas por aceros de baja densidad, obteniendo una reducción de peso del 14.5% [2].

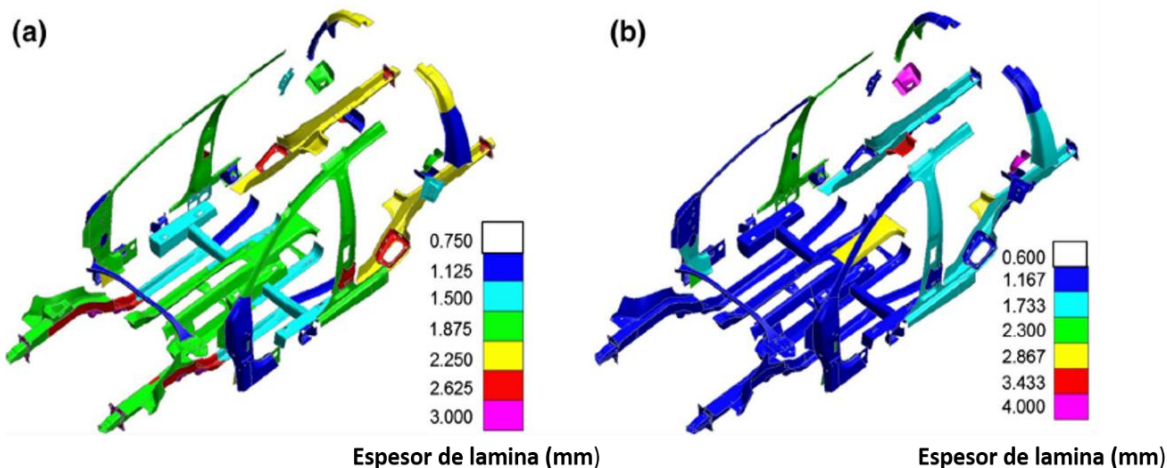


Figura 2.2 Resultados de un estudio de ingeniería para reemplazar los aceros HSLA en el chasis de Golf V, Volkswagen por un acero de doble fase o dúplex de matriz ferrítica: (a) espesor de lámina con aceros HSLA y (b) espesor de lámina con acero de baja densidad [2].

2.3 Clasificación de los aceros de baja densidad.

Dependiendo de los constituyentes de la fase matriz, los aceros de baja densidad del sistema Fe-Al-Mn-C pueden clasificarse en cuatro categorías:

2.3.1 Aceros ferríticos (a).

Los aceros ferríticos de baja densidad Fe-Al contienen esencialmente Al que, al ser un estabilizador de ferrita, reduce significativamente la región de la fase austenítica y al mismo tiempo se expande la región de la fase ferrítica. Esto da como resultado una microestructura completamente ferrítica a temperatura ambiente. Aunque se puede añadir Al en aceros ferríticos de baja densidad hasta una cantidad máxima de 11% en peso, se ha sugerido que el contenido de Al debe restringirse a menos de 6.5% en peso. Un incremento adicional del contenido de Al da lugar a la formación de compuestos intermetálicos base Fe-Al tales como Fe_3Al tipo DO3 y FeAl tipo B2. [2].



El efecto de Al es muy importante ya que causa un efecto en el tamaño de grano de los aceros ferríticos de baja densidad. Cuando se agrega aluminio a los aceros en pequeñas cantidades (<0.04% en peso) actúa como un desoxidante y causa un refinamiento del grano a través del mecanismo de arrastre de Zener, ejercido por las partículas de AlN [2].

De acuerdo con Kubaschewski [13] los aceros ferríticos Fe-Al se basan principalmente en el diagrama binario Fe-Al. Se encontró que el orden de corto alcance ocurre en las aleaciones de Fe-Al con contenidos de Al en el rango de 6.2-9.6% a temperaturas por debajo de 400 °C durante el enfriamiento. Las características principales se destacan de la siguiente manera:

- a) $FeAl$, tiene superred B2 ordenada, donde los átomos de Fe se acomodan en las posiciones centrales y los átomos de Al están en las esquinas, o viceversa.
- b) Fe_3Al , se forma a través de una transformación de fase secundaria de FeAl por debajo de 550 °C, estando presente en el rango de 12-22% de Al a temperatura ambiente.

El grado más alto orden de corto alcance se observó a 250 °C afectando la resistencia y la ductilidad, así como el comportamiento elástico [13-14]. Las fases B2 y DO₃ muestran baja ductilidad y fractura frágil a temperatura ambiente [15].

2.3.2 Aceros austeníticos (γ).

Los aceros austeníticos de baja densidad contienen un mayor contenido de Mn, típicamente entre 12 y 30%, Al entre 5- 12% y C entre 0.6 y 2.0%. Alcanzando una resistencia máxima entre 800-1500 MPa y un alargamiento entre 30-80% [16].

Este tipo de aleaciones puede tener una microestructura austenítica totalmente equiaxial a temperaturas de trabajo en caliente y la austenita es metaestable después del enfriamiento rápido. El orden de corto alcance (SRO) generalmente tiene lugar en la austenita debido a los factores termodinámicos causados por los elementos de aleación del sistema.



Este orden de corto alcance existe en aceros procesados incluso con una alta velocidad de enfriamiento, como el enfriamiento en agua. Los carburos kappa precipitan en aceros austeníticos en el orden de corto alcance. La energía de falla de apilamiento de la austenita, así como la existencia de carburos kappa modifican las características de deformación de los aceros austeníticos y da lugar a diferentes mecanismos de mejora de la ductilidad, tales como TWIP (*plasticidad inducida por maclaje*), SBIP (*plasticidad inducida por bandas de corte*) o MBIP (*plasticidad inducida por microbandas*), obteniendo propiedades mecánicas muy atractivas. Sin embargo, los carburos kappa no solo aumentan la ductilidad, sino que también son efectivos para aumentar la resistencia de los aceros debido al aumento de la velocidad de endurecimiento por deformación [2].

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

Los aceros Fe-Al de baja densidad son básicamente de naturaleza ferrítica. Por lo tanto, para que la transformación de fase sea factible en estos aceros, se agregan estabilizadores de austenita como C y Mn, y este es el aspecto clave para el diseño de la composición de los aceros de doble fase.

Dependiendo de las cantidades relativas de Al, Mn y C, en los aceros de doble fase, la ferrita (alto contenido de Al) o la austenita (alto contenido de Mn + C) pueden emerger como la fase principal en la microestructura, permitiendo así que estos aceros se subdividan aceros de doble fase (matriz ferrita y matriz austenita) [2]. En aceros de doble fase laminados en caliente, se observan bandas de ferrita con orientación paralela a la dirección de deformación. Existen dos tipos de aceros de doble fase de baja densidad:

1. **Aceros doble fase con matriz ferrítica:** Tienen un contenido de 2-12% de Mn, 3-7% de Al y 0.05-0.5% de C, con una microestructura de γ + ferrita- δ a temperaturas de trabajado en caliente, con una fracción de ferrita- δ mayor del 50%. La estabilidad de la austenita es relativamente baja debido a menores cantidades de elementos de aleación, diferencia en los contenidos de C y Mn y a la diferencia en los parámetros de procesamiento [16]. Estos aceros alcanzan una resistencia máxima entre 400-900 MPa y un alargamiento entre 10-40%.



2. **Aceros doble fase con matriz austenítica:** Estos aceros presentan una microestructura de $\gamma + \delta$ (ferrita- δ) a temperatura de trabajado en caliente con la fase austenítica formando la matriz continua. La estabilidad de la austenita es muy alta debido a las grandes cantidades de los elementos de aleación [16].

2.3.4 Aceros de triple fase ($\gamma + \alpha + \text{kappa}$).

Los aceros triple fase de baja densidad son también aleaciones de Fe-Mn-Al-C con básicamente tres fases: ferrita, austenita y carburo kappa. Dependiendo de la composición química de estos aceros, la ruta de procesamiento para estos aceros de triple fase implica un tratamiento térmico de solubilizado generalmente en la región bifásica ($\alpha + \gamma$) o trifásica ($\alpha + \gamma + \text{kappa}$) y temple en agua, seguido de un tratamiento térmico de envejecido. Los carburos kappa crecen dentro de áreas enriquecidas en C de la matriz austenítica formadas por descomposición espinodal durante el temple y la precipitación.

A temperaturas más bajas, la austenita se descompone en ferrita y carburo kappa a través de una reacción eutectoide. Si esta transformación es parcialmente completa, los carburos kappa precipitan en austenita dando lugar a una estructura modulada. Los aceros austeníticos o de triple fase generalmente enfrían rápidamente en agua desde temperaturas de tratamiento térmico de solubilizado (900-1100 °C) hasta temperatura ambiente para evitar la formación de carburos kappa gruesos.

Rana y col. [2] reportaron que, dependiendo de la composición química de las aleaciones y del perfil de temperatura-tiempo de envejecido, las fases de carburo kappa, ferrita- α , B2, DO3 y/o Mn- β pueden producirse por diferentes mecanismos. Algunos otros carburos como $M_{23}C_6$, M_7C_3 o M_3C , se pueden observar durante el tratamiento térmico de envejecido, si el contenido de Mn es relativamente bajo y / o se agregan otros elementos de aleación. Se ha demostrado que el Si elimina la formación de Mn- β , pero promueve la formación de precipitados B2 y/o DO3 [2].

2.4 Propiedades mecánicas.

Para fines estructurales, es deseable una buena combinación de resistencia mecánica y tenacidad a la fractura. You y col. [17] estudiaron las propiedades de tracción y la tenacidad al impacto en función de la temperatura para este sistema, Fe-30Mn-10Al-1C-1Si y un Fe-28.3Mn-5.38Al-1.04C aceros [18], respectivamente.

La energía de impacto Charpy “V” se determinó en la condición de solubilizado y después del envejecimiento a una temperatura de 550 °C durante 16 h. Las muestras en condición de solubilizado muestran una alta energía de impacto de 200 J/cm² a temperatura ambiente, que es equivalente a la de un acero inoxidable austenítico común. Sin embargo, estos dos aceros Fe-Mn-Al-C (Si) exhiben una transición de dúctil a frágil a temperaturas inferiores a -100 °C. Después del envejecimiento, la energía de impacto a temperatura ambiente es muy reducida. Acselrad y col. [19] estudiaron el comportamiento de fractura de un acero Fe-29.4Mn-8.8Al-1C-1.33Si sometido a distintos tratamientos térmicos de envejecimiento y se llegó a una conclusión similar. La formación del carburo kappa fue la principal responsable del aumento simultáneo de la resistencia y la reducción de la resistencia al impacto. La resistencia al impacto de los aceros austeníticos de baja densidad se reduce en gran medida en las condiciones de endurecimiento por envejecimiento y también se ve influida significativamente por la velocidad de enfriamiento después del solubilizado.

El comportamiento para valores de microdureza frente al tiempo de envejecimiento en la aleación Fe-30.0Mn-7.8Al-1.3C se observa en la **Figura 2.3**.

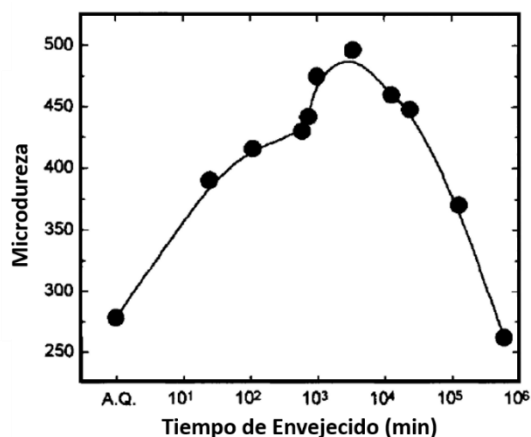


Figura 2.3 Cambio de microdureza en función del tiempo de envejecimiento a 550 °C [20].

Choo y col. [20] reportaron dos etapas de endurecimiento por envejecimiento. En la primera etapa, la microdureza aumentó rápidamente seguida de la nivelación del endurecimiento en un envejecimiento posterior, debido a procesos secuenciales retardados en el tiempo de dos mecanismos de endurecimiento, descomposición espinodal y nucleación/crecimiento de partículas ordenadas. En la **Figura 2.4**, se muestran las variaciones del esfuerzo de cedencia, esfuerzo máximo y alargamiento durante el tiempo de envejecimiento. Donde se observa claramente el endurecimiento por envejecido en ambas etapas.

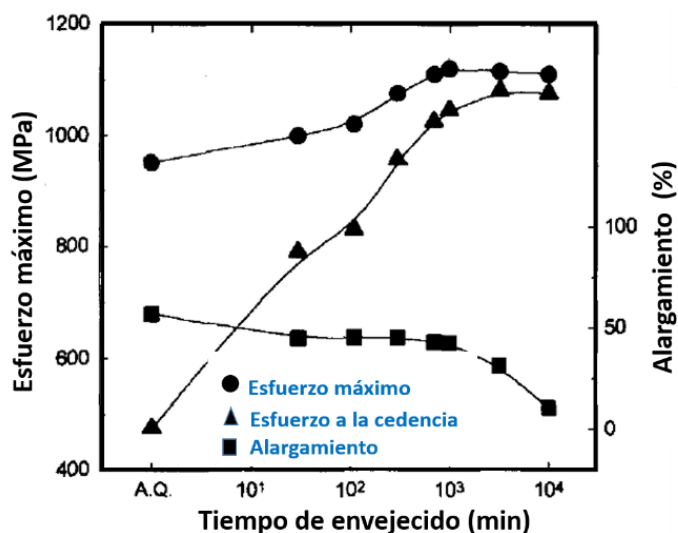


Figura 2.4 Propiedades de tracción de la aleación Fe-30.0Mn-7.8Al-1.3C en función del tiempo de envejecimiento a 550 °C [20].

Chen y col. [21] muestran los resultados de dureza Vickers del acero Fe-30Mn-10Al-2C como se observa en la **Figura 2.5**, tratado a diferentes temperaturas de envejecimiento: 500, 600 y 700 °C. Se puede ver claramente que las tendencias en el desarrollo de las tres temperaturas fueron notablemente diferentes, lo que significa que las propiedades del sistema de aleación presente dependen fuertemente de la temperatura de envejecimiento. A 500 °C el acero muestra una curva de dureza de envejecimiento típica de las aleaciones de envejecimiento. Al comienzo del tratamiento, la dureza aumentó rápidamente, y luego presenta un aumento acercándose a un valor constante con el tiempo de envejecimiento prolongado, lo que demuestra la presencia de la precipitación de carburos kappa [22-23].

Para el tratamiento de envejecimiento de 700 °C, el aumento de la dureza también se pudo observar en la etapa temprana del envejecimiento, la dureza no cambió después del envejecimiento durante 2 h, manteniendo un valor constante aproximado de alrededor de 400 HV. La respuesta de endurecimiento reflejó el establecimiento de un equilibrio entre el endurecimiento por envejecimiento y el ablandamiento a altas temperaturas debido a la formación de ferrita- α masiva a lo largo de los límites del grano.

Sin embargo, a 600 °C después de 12 h de envejecimiento se observó un aumento continuo en la dureza y un endurecimiento secundario debido a la formación de la fase Mn- β . La dureza se estabilizó dentro de las 28 h de envejecimiento alrededor de 660 HV puede observarse en la **Figura 2.5**, en la parte superior izquierda donde se muestra la continuación del tiempo de envejecimiento 20-40 h de envejecimiento. Por otro lado, después de tiempos largos de envejecimiento, la fase Mn- β podría encontrarse en límites de grano de la austenita- γ a temperaturas de 500 y 700 °C. Sin embargo, la fase Mn- β condujo a una fragilización en el acero. Chen y col. [21] reportaron que la transformación Mn- β se debe a la difusión y redistribución de elementos, considerando que la cinética de formación para Mn- β depende de la temperatura de envejecimiento.

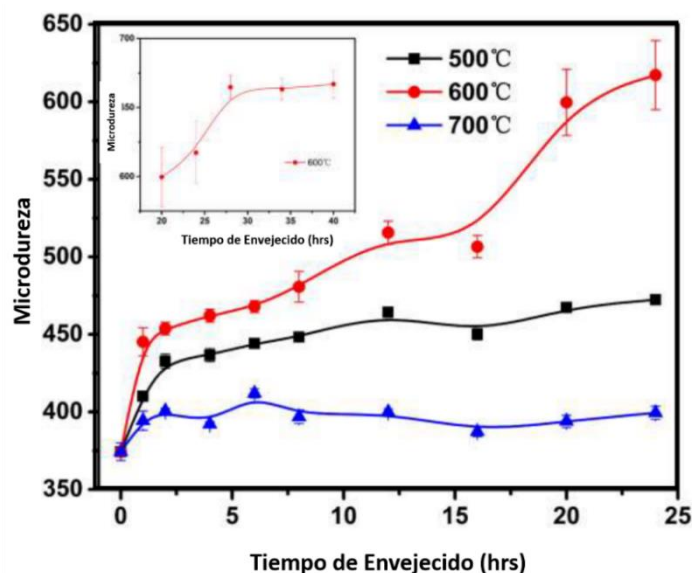


Figura 2.5 Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecido a 500, 600 y 700 °C [21].

Por otro lado, Moon y col. [24] estudiaron el comportamiento del tratamiento térmico de envejecimiento y las propiedades mecánicas de los aceros de baja densidad microaleados con V y Nb del sistema Fe-30Mn-9Al-0.9C. Los aceros base se envejecieron a 550 °C durante un tiempo de hasta 10,000 minutos. Los autores reportaron que las curvas esfuerzo-deformación de las muestras solubilizadas de las distintas aleaciones antes del envejecimiento mostraron que la adición de Nb y/o V mejora la resistencia mediante el refinamiento del grano y el endurecimiento por precipitación.

Durante el proceso de deformación por tracción, la velocidad de endurecimiento por deformación del acero Fe-30Mn-9Al-0.9C aumentó constantemente debido a la plasticidad inducida por microbandas (MBIP) desde el inicio de la deformación plástica a $\epsilon = 25\%$ como se observa en la **Figura 2.6**, mientras que dicho comportamiento no se observó en las aleaciones microaleadas con Nb y/o V a pesar de la plasticidad inducida por microbandas (MBIP).

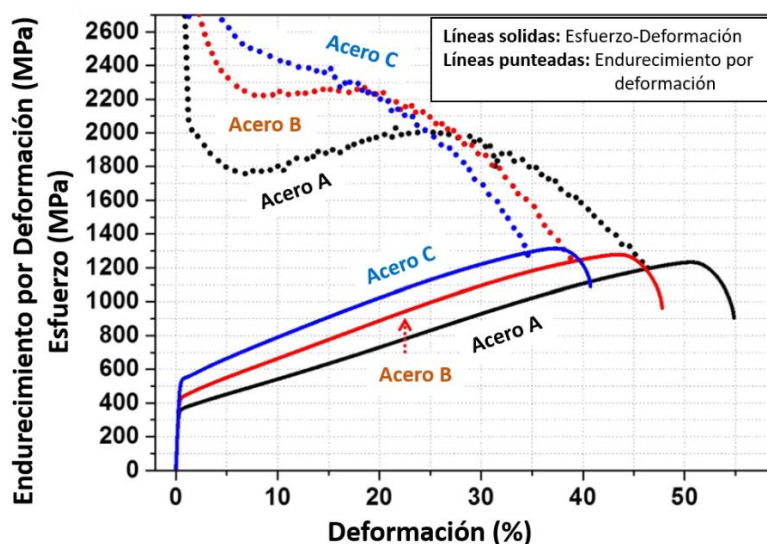


Figura 2.6 Curvas de esfuerzo-deformación de muestras solubilizadas con velocidad de endurecimiento por deformación correspondiente en función de la deformación [24].

En la primera etapa de envejecimiento, la dureza Vickers incremento gradualmente con un aumento en el tiempo de envejecimiento debido a la precipitación de carburos kappa $(Fe, Mn)_3 AlC$ y se mantuvo estancada entre los tiempos de envejecimiento de 1000 y 3000 minutos (ver **Figura 2.7**).

La dureza aumentó nuevamente después de 3000 minutos debido a la formación de ferrita- α y presencia de Mn- β [24].

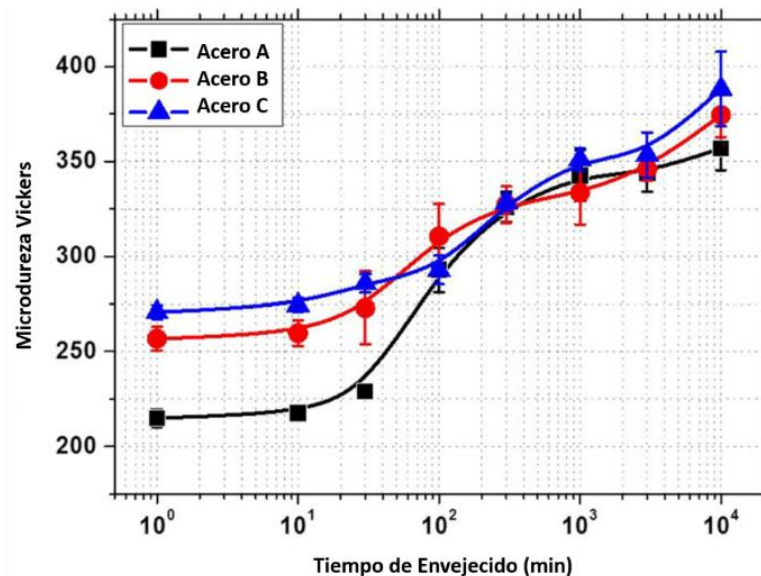


Figura 2.7 Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecido a 550 °C [24].

2.5 Sistema Fe-Mn-Al-C.

Las propiedades mecánicas del sistema Fe-Mn-Al-C están fuertemente influenciadas por la energía de falla de apilamiento en aleaciones totalmente austeníticas con alto contenido de Mn (> 15% Mn) y bajo contenido de Al (<3-6% Al). Sin embargo, cuando el contenido de Al es mayor, las propiedades mecánicas también son controladas por precipitación de carburos [21]. En la actualidad, el contenido máximo de Al en aleaciones Fe-Al-Mn-C es de alrededor del 12%. Un aumento adicional del contenido de Al será interesante para obtener una reducción de densidad más alta, siempre que se pueda evitar la formación incontrolable de carburos [21].

2.5.1 Diagramas de fase Fe-Mn-C, Fe-Al-C y Fe-Mn-Al-C.

Para formar austenita en los aceros Fe-Al, se agregan elementos como Mn y C ya que son estabilizadores de austenita FCC. Los efectos de Mn y C sobre la constitución de la fase se han estudiado por separado en los diagramas de equilibrio para el sistema Fe-Al-Mn [25] y Fe-Al-C [26]. Estos efectos se ilustran con los diagramas de fases parciales en la **Figura 2.8**.

En el sistema de aleación Fe-C, (**Figura 2.8a**), las fases sólidas básicas son ferrita (α , δ), austenita- γ y cementita (M_3C).

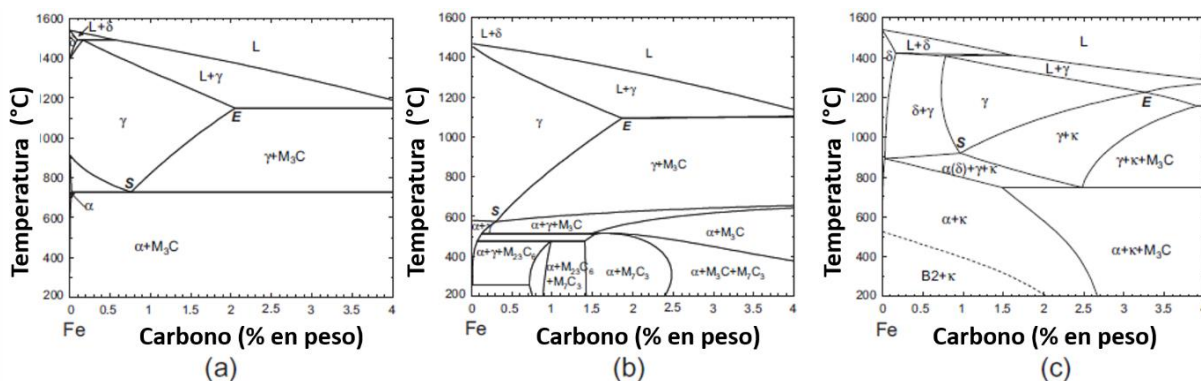


Figura 2.8 Efectos de la adición de Mn y Al en el componente de fase y los campos de fase del sistema Fe-C. **(a)** Fe-C; **(b)** Fe-15Mn-C; **(c)** Fe-7Al-C. La línea punteada en la figura 5c indica la temperatura de transición A2 a B2 causada por la adición de Al [27].

Cuando el Mn es adicionado al sistema Fe-C, la reacción peritética que está a alta temperatura se desplaza a un rango de C más bajo con el incremento de Mn y desaparece completamente cuando el contenido de Mn es mayor de ~13% como se puede observar en la **Figura 2.8b** para el sistema Fe-15Mn-C. El campo de la austenita- γ se extiende a temperaturas más bajas. El punto S, el punto eutectoide en el diagrama de fase Fe-C, indica la temperatura más baja donde la fase γ existe como fase única. Por debajo de la temperatura del punto S, la austenita- γ es metaestable y comienza a descomponerse en ferrita (α) y carburos. El contenido de C y la temperatura del punto S se reducen y disminuyen al aumentar el contenido de Mn. La temperatura del punto S es de aproximadamente 386 °C, cuando se agrega 30% de Mn. Sin embargo, la concentración de C del punto E (la solubilidad máxima de C en c en el diagrama de fase Fe-C) se ve menos afectada por el contenido de Mn. La adición de Mn al sistema Fe-C formará carburos tipo M_7C_3 y $M_{23}C_6$ además de cementita (M_3C).

Otra nueva fase, llamada Mn- β , podrá aparecer cuando el contenido de Mn sea superior al 20% [27]. La adición de Al al sistema Fe-C tiene un gran efecto en los campos de fase y constituyentes, como se ve en la **Figura 2.8c**. Los rangos de composición y temperatura para la transformación peritética a alta temperatura se agrandan, lo que indica que puede ocurrir un mayor nivel de segregación elemental (micro y macro) durante el proceso de solidificación.

El área ($\delta + \gamma$) se extiende y el área de la fase γ se desplaza hacia la derecha a medida que aumentan las temperaturas y las concentraciones de C. El área ($\gamma + M_3C$) en el sistema Fe-C se reemplaza por áreas ($\gamma + \text{carburo kappa}$) y ($\gamma + \text{carburo kappa} + M_3C$).

Una nueva fase, llamada kappa, se presenta cuando el contenido de Al es superior al 2%. El carburo kappa está presente en un amplio rango de temperaturas. Esta fase kappa tiene una estructura cristalina tipo perovskita designada como E21 en la clasificación de Strukturbericht. El carburo kappa mantiene una estequiometria $(Fe, Mn)_3AlC$ [28-29]. La **Figura 2.9** ilustra la estructura cristalina de la fase kappa en comparación con la fase austenítica. En la austenita, los átomos de Fe/Mn y Al se encuentran aleatoriamente en posiciones cúbicas o en posiciones centradas en una red fcc, como se muestra en la **Figura 2.9a**.

Cuando los átomos de Al se encuentran en las posiciones de las esquinas, los átomos de Fe y Mn en las posiciones de la cara, se produce una γ ordenada, también llamada estructura $L1_2$, como se muestra en la **Figura 2.9b**. El ordenamiento adicional de C al centro del cuerpo octaédrico ($\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$) posición intersticial forma el carburo kappa, como se ve en la **Figura 2.9c**.

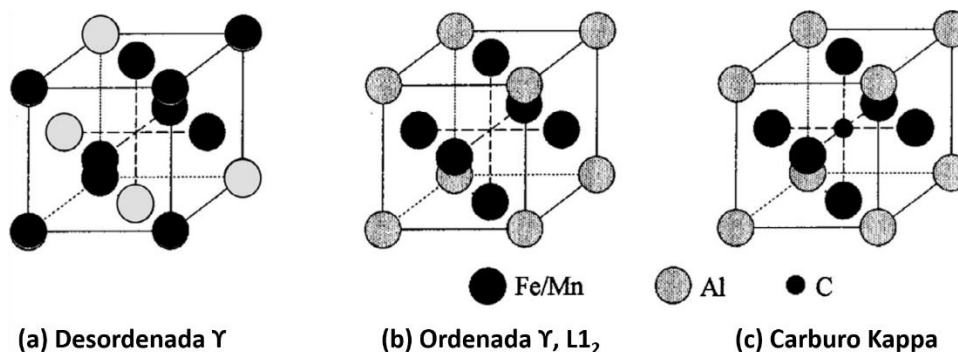


Figura 2.9 a) Celda unitaria de γ -desordenada, **b)** Estructura ordenada γ ($L1_2$) y **c)** Carburo kappa [28-29].

En el diagrama de fase Fe-Mn-Al-C, se deben mencionar dos líneas importantes:

1. La temperatura de solvus de formación de carburo kappa, línea SE en la **Figura 2.10**.
2. El desorden a la temperatura de transición de orden de la ferrita, línea discontinua en la **Figura 2.10**.

La temperatura de límite de solubilidad del carburo kappa en la fase γ aumenta a medida que aumenta el contenido de C y/o el contenido de Al. La ferrita α y A_2 desordenada se transforma en fase B2 ordenada a una temperatura inferior a 500 °C, y esta temperatura de transición disminuye a medida que aumenta el contenido de C.

Para tener una visión general del sistema de aleación cuaternario Fe-Mn-Al-C, se utilizó FacStage para calcular algunas secciones poli-térmicas de los diagramas de fase. La Figura 1.12 muestra los diagramas de fase de las aleaciones de Fe-Mn-Al-C como una función del Al para un contenido fijo de 0.85C-20Mn (% en peso) (ver **Figura 2.10a**), y en función del Mn para un contenido de C fijo de 0.85C-7Al (% en peso) (ver **Figura 2.10b**).

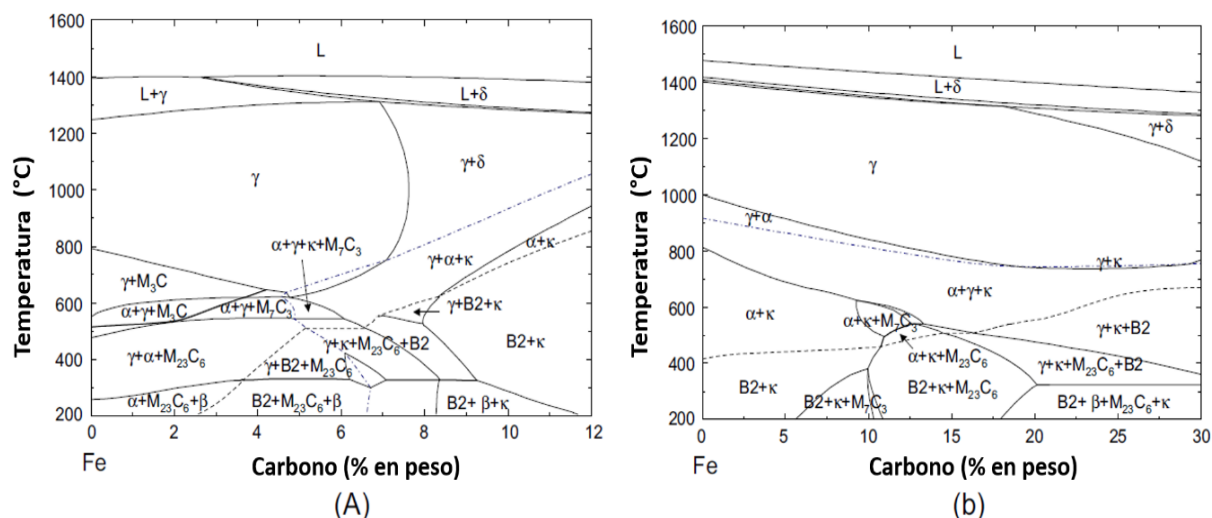


Figura 2.10 Las secciones poli-térmicas de los diagramas de fase para las aleaciones Fe-Mn-Al-0.85C calculadas a partir de FacStage, **(a)** como una función de Al para Mn = 20% y C = 0.85%; **(b)** en función de Mn para Al = 7% y C = 0.85% [30].

Las líneas punteadas corresponden a la temperatura de formación de la fase kappa. La información importante de estos cálculos de fase se resume de la siguiente manera:

1. Las fases en equilibrio dentro de la zona rica en Fe para sistema Fe-Mn-Al-C pueden incluir: austenita (γ), ferrita (δ), carburo kappa, M_3C , $M_{26}C_6$, M_7C_3 y Mn- β . Estas fases pueden coexistir bajo diferentes condiciones dependiendo de la composición y temperatura.



2. En los aceros Fe-Al-C, la fase kappa se forma cuando el contenido de Al es mayor de 2%, mientras en aceros Fe-Mn-Al-C, el contenido de Al requerido para formar la fase kappa se incrementa a más de 5% cuando se agrega un 2% de Mn, este argumento lo enfatiza también Buckholz y col. [30]. Lo que indica que el Mn restringe la formación de fase kappa y el Al restringe la formación de otro tipo de carburos tales como M_3C y $M_{23}C_6$.
3. La temperatura de formación de la fase kappa se incrementa a medida que los contenidos de C y Al se incrementan. La temperatura de solvus para el carburo kappa disminuye cuando el Mn se incrementa hasta 15% y no varía con el incremento de Mn.
4. Cuando el contenido de C y Mn se incrementan, la región de fase austenítica se agranda para un contenido de Al dado. En el caso de que se desee una matriz de fase austenítica, el efecto estabilizante de la ferrita del Al debe compensarse con el incremento de Mn y C.
5. Se observa que la transición orden-desorden de bcc-A2 (α) a bcc-B2 ocurre cuando el contenido de Al es mayor de 2%. La temperatura de transición orden-desorden aumenta a medida que los contenidos de Al y Mn se incrementan, pero disminuye cuando el contenido de C también disminuye. Dicho comportamiento establece que el incremento de Al y Mn promueve la formación de fases ordenadas dentro de la ferrita, mientras el incremento del contenido de C restringe la formación de fases ordenadas.

2.6 Fases presentes en el sistema Fe-Mn-Al-C.

2.6.1 Austenita.

Las microestructuras de las aleaciones dúplex austeníticas en condición de solidificación muestran una mezcla de fases de austenita- γ y ferrita- δ , presentando una estructura dendrítica debido a un alto grado de micro y macro segregación causada por grandes cantidades de elementos de aleación. El tamaño promedio del grano de austenita en las zonas columnares oscila entre 100 μm en las paredes del molde y 500 μm en el centro del lingote [31].

Mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM) se revela que la fase austenita- γ se transforma en una mezcla de fases $\gamma + \kappa$, y la fase ferrita- α se descompone en una combinación de fases $DO_3 +$ carburos kappa a temperatura ambiente para aceros Fe-(5-40) Mn-10Al-1.0C [32]. Para los aceros austeníticos Fe-Mn-Al-C, el trabajado en caliente (laminación en caliente) se realiza en la región de la fase austenita- γ . Después de calentar a 1100-1250 °C durante un período de tiempo suficiente, la segregación en el material de colada puede ser ampliamente homogeneizada.



La recristalización ocurre durante el proceso de laminado en caliente convencional, y la microestructura después del laminado en caliente generalmente muestra una estructura de grano austenítico equiaxial que contiene maclas de recocido [17].

2.6.2 Ferrita.

Como los aceros Fe-Al ferríticos contienen una gran cantidad de Al y una pequeña cantidad de C (<0.03%), no hay una transformación $\alpha \rightarrow \gamma$ en todo el rango de temperatura del proceso. La fase de ferrita está dada por ferrita- δ , la cual se produce directamente a partir del líquido durante el proceso de solidificación.

El Al no solo extiende la región de ferrita a altas temperaturas, sino que también aumenta la temperatura de recristalización de la ferrita, el tamaño de grano de la ferrita- δ no puede refinarse suficientemente mediante recristalización dinámica durante la deformación en caliente o recristalización estática. Por lo tanto, la ferrita- δ se alarga a lo largo de la dirección de laminación y forma estructuras bandeadas con cierto grado de recristalización [33]. La ferrita- δ de solidificación generalmente tiene una estructura columnar. En el proceso de enfriamiento posterior, pueden formarse carburos kappa gruesos a lo largo de los límites del grano de ferrita- δ siempre y cuando la velocidad de enfriamiento sea lenta [34]. Los carburos kappa en la matriz ferrítica son semi-coherentes y tienen forma de láminas gruesas y alargada [35].

2.6.3 Fase kappa.

Uno de los primeros informes sobre carburos kappa fue realizado por James [35], quien observó un efecto de endurecimiento por envejecimiento con el aumento del contenido de carbono y aluminio en el sistema Fe-Al, el cual aumentaba considerablemente la dureza en el rango de temperaturas de 500-550 °C.

Sin embargo, la primera mención del endurecimiento por precipitación en acero Fe-Mn-Al-C fue realizada por Kayak [36] quien atribuyó el aumento de las propiedades mecánicas después del enfriamiento desde 1150 °C y el envejecimiento durante 16 h a 550 °C debido a precipitación de carburos de hierro y aluminio.

Más tarde, Alekseenko y col. [37], reportaron dificultades al usar difracción de rayos-X y análisis metalográfico. Por lo tanto, se propuso el método magnético (magnetización de saturación) para analizar cuantitativamente el $(\text{Fe, Mn})_3\text{AlC}_x$, determinando el aumento máximo valor de fluencia a 550 °C donde se detectó la mayor cantidad de fase de endurecimiento. Posteriormente, Inoue y col. [38] estudiaron la estructura de este carburo en aceros Fe-Mn-Al-C en un rango de composición química de (7-65) Mn-(3-9) Al-(0.8-2.4) C. Sugirieron que este precipitado tiene una estructura L12 (ordenada) con una fórmula de $(\text{Fe, Mn})_3\text{AlC}$. Sin embargo, en ese momento no había una evidencia clara si el carburo kappa tenía un orden L12 o L'12.

En este sentido, Han y col. [39] y Yang y col. [40] demostraron que el carburo de kappa es fcc y ordenado de tipo L'12 (también denominada E21) que es similar a los óxidos de perovskita (como BaTiO_3), donde los átomos de aluminio ocupan cada esquina, los átomos de hierro y manganeso se ubican en las caras y el átomo de carbono se encuentra en el centro de la celda unitaria (sitio octaédrico) como se muestra en la **Figura 2.11**.

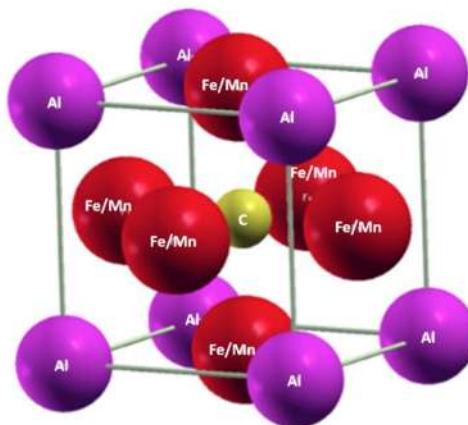


Figura 2.11 Celda unitaria de carburo kappa. El aluminio ocupa cada esquina, el hierro y el manganeso se ubican en los centros de las caras y el átomo de carbono se coloca en el centro de la celda unitaria que también es un sitio octaédrico formado por hierro y manganeso [41].

Se han observado dos tipos de carburos kappa en aceros austeníticos Fe-Mn-Al-C envejecidos a temperaturas entre 500-900 °C: el carburo kappa (k') intragranular y el carburo kappa (k^*) intergranular. Los mecanismos de formación de estos dos tipos de precipitados, así como sus contribuciones a las propiedades del acero, parecen ser bastante diferentes.



Se considera que el carburo kappa intragranular (k') produce endurecimiento por envejecimiento elevando significativamente el límite elástico [42]. Sin embargo, el carburo kappa (k^*) intergranular es mucho más grueso y puede dar lugar a una pérdida severa en la ductilidad [43]. En resumen, el endurecimiento por precipitación de carburos kappa solo se puede realizar en aceros Fe-Mn-Al-C cuando los contenidos de Al y C son lo suficientemente altos, ($> 7\% \text{Al}$) y ($> 0.7\% \text{C}$).

Los efectos de la temperatura de envejecimiento en la formación de los precipitados kappa se pueden dividir en dos rangos:

1. **450-650 °C:** Cuando la aleación envejece dentro de este rango de temperatura, los carburos kappa finos (k') precipitan de manera coherente dentro de la matriz austenítica. El tamaño de los carburos kappa (k') es de aproximadamente 200-500 Å dependiendo de la composición química, la temperatura de envejecimiento y el tiempo de envejecimiento.
2. **650-800 °C:** Los carburos kappa precipitan no solo de manera coherente dentro de la matriz de austenita, sino también en los límites de grano en forma de partículas más gruesas. Cuanto mayor es la temperatura de envejecimiento, más es la cantidad de carburos kappa (k^*) en límite de grano. Además de la precipitación de carburos kappa (k^*), también se observa que los precipitados de Mn- β que se forman en los límites del grano mediante la transformación de $\kappa \rightarrow \alpha + \text{Mn-}\beta$ cuando se aplica un tiempo de envejecimiento más largo.

Existen informes experimentales sobre carburos kappa no estequiométricos ($\text{Fe}_3\text{-Mn}_x\text{Al}_x\text{C}$), pero el Fe_3AlC estequiométrico es el único sistema que se ha abordado teóricamente. Este puede derivarse de la estructura Fe_3Al (L12) (ver **Figura 2.12a**), donde los átomos de Al están en las esquinas del cubo, y los átomos de Fe ocupan los centros de las caras del cubo. El Fe_3AlC se forma al insertar un átomo de C en el sitio octaédrico rodeado por seis átomos de Fe.

El cristal resultante constituye una estructura de tipo perovskita como se muestra en la **Figura 2.12b**, que se clasifica como una estructura E21. En realidad, el Fe_3AlC estequiométrico no se ha observado experimentalmente [44-45]. En cambio, los carburos kappa sus átomos pueden ser Fe/Mn, es decir, $(\text{Fe, Mn})_3\text{AlC}$.

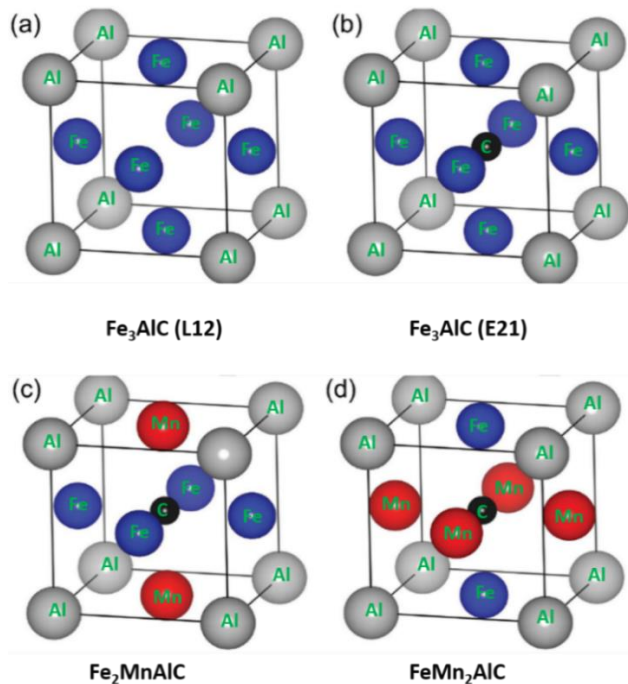


Figura 2.12 Estructuras cristalinas de (a) Fe_3Al -L12, (b) Fe_3AlC -E21, (c) Fe_2MnAlC y (d) FeMn_2AlC [44-45].

De acuerdo con Sato y col. [46] las estructuras moduladas en aleaciones Fe-Mn-Al-C durante el envejecimiento (ver **Figura 2.13a-b**) se consideran que están formadas por la fluctuación de la composición en la matriz austenítica a lo largo de las direcciones ortogonales [100] actuando como una etapa temprana intermedia de la descomposición de la fase $\gamma \rightarrow \gamma + \kappa$.

Sin embargo, el crecimiento de las estructuras moduladas da como resultado la precipitación del carburo kappa $(\text{Fe, Mn})_3\text{AlC}_x$, situado periódicamente en la matriz austenítica. Por otro lado, Chen y col. [21] mencionan que el carburo de kappa es difícil de identificar a partir de la austenita- γ debido a la misma estructura cúbica centrada en la cara y parámetros de red similares.

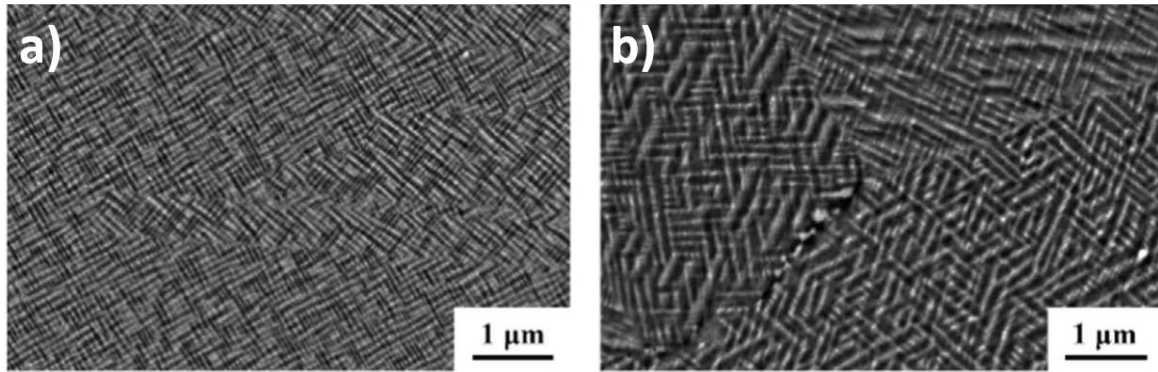


Figura 2.13 Estructuras moduladas obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido para una aleación Fe-30Mn-10Al-2C: **a)** 1 h y **b)** 4 h de envejecimiento [21].

2.6.3.1 Descomposición espinodal.

La secuencia de la precipitación kappa en la fase austenítica, se puede describir de la siguiente manera:

1. Una reacción espinodal causa la modulación de C y Al dentro de la austenita, que descompone la austenita- γ de alta temperatura en dos fases de austenita fcc de baja temperatura: la fase pobre en soluto (C y/o Al) γ' y la fase rica en soluto γ'' .
2. Se produce una reacción de ordenación de corto alcance (SRO) cuando se enfría a temperatura más baja, donde; la austenita fcc rica en soluto γ'' se transforma en la fase L12.
3. La fase L12 se transforma en el carburo kappa reacomodando átomos de carbono.
4. La precipitación de carburo kappa conduce a la desestabilización de la austenita restante y se precipita en ferrita, seguida de la precipitación de Mn- β [47-48].

La descomposición espinodal puede entenderse por la presencia de una brecha de miscibilidad en su diagrama de fases (ver **Figura 2.14**). La región inestable, limitada por la denominada curva binodal o curva de coexistencia, contiene una región llamada espinodal, que es donde la descomposición espinodal puede ocurrir [49-50].

La microestructura (estructura modulada) que deriva de una descomposición espinodal puede mantenerse si el enfriamiento se hace de forma súbita. Sin embargo, la descomposición espinodal no tiene barrera para la nucleación y se produce en aquellos sistemas que presentan una laguna de miscibilidad en el diagrama de equilibrio, (*línea azul continua*) como se observa en la **Figura 2.14a**.

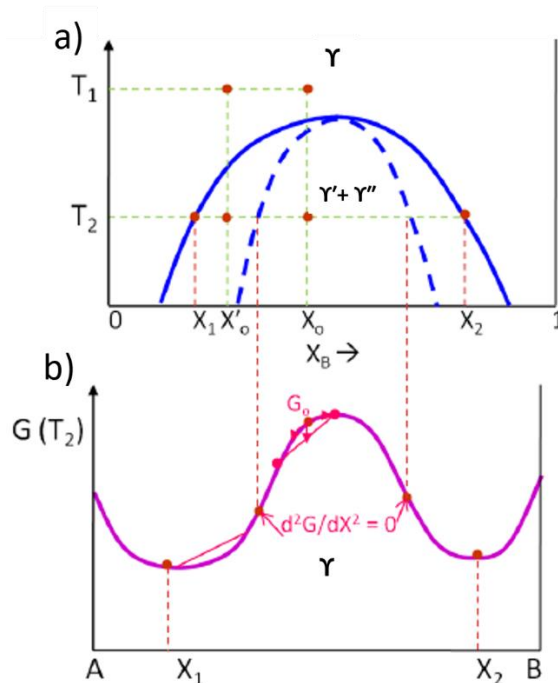


Figura 2.14 a) Aleaciones entre los puntos espinodales son inestables y pueden descomponerse en dos fases coherentes 1 y 2 sin necesidad de alcanzar la barrera energética de nucleación. Aleaciones entre el campo de miscibilidad coherente y la espinodal son metaestables y pueden descomponerse solo después de la nucleación de la otra fase. **b)** Diagrama energía libre-composición mostrando la difusión hacia arriba

[51].

En la **Figura 2.15a-d**, se observan los perfiles de composición esquemáticos al aumentar el tiempo para una aleación de composición, templada en la región espinodal aunado con los cambios de composición durante la descomposición espinodal comparada con los cambios durante la precipitación de nucleación y crecimiento.

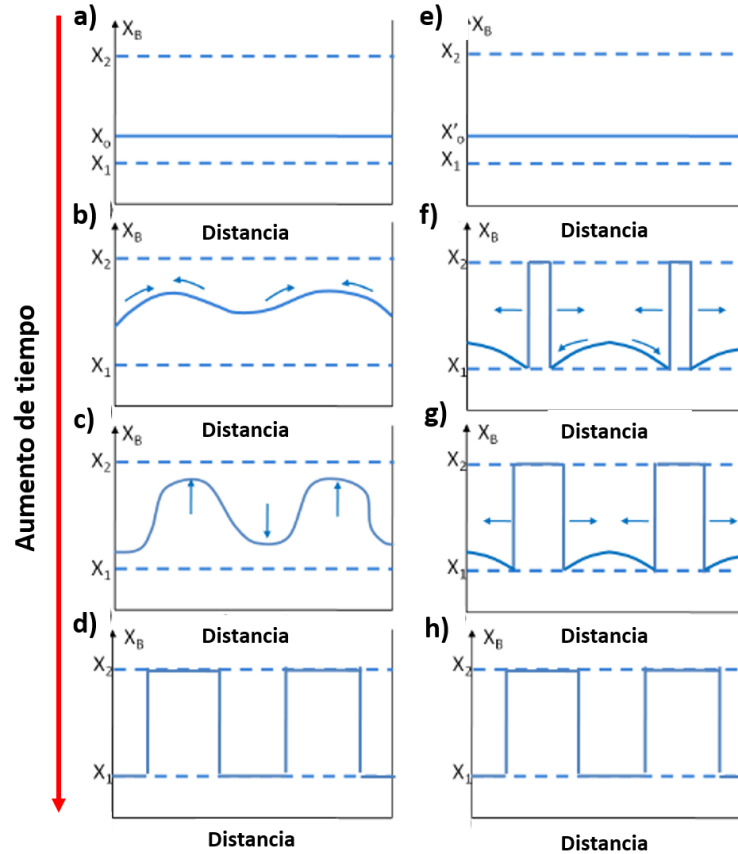


Figura 2.15. a-d) Perfiles de composición esquemáticos al aumentar el tiempo para una aleación templada en la región espinodal (X_0). e-h) Fuera de la región espinodal (X'_0) [51].

La velocidad de la transformación espinodal dependerá del coeficiente de interdifusión $D < 0$, donde, las fluctuaciones de composición aumentarán exponencialmente con el tiempo (ver **Figura 2.15a-d**). Por lo tanto, la velocidad de transformación puede, hacerse muy alta al hacer la longitud de onda (λ) lo más pequeña posible [51].

2.6.4 Fases B2 y DO3.

En las microestructuras dúplex ($\delta + \gamma$), la ferrita- α se forma preferentemente a partir de la ferrita- δ existente [47]. La ferrita se puede transformar en estructuras B2 o DO3 a temperaturas más bajas [45] debido a los altos contenidos de Al. En un acero Fe-8.0Al-29.0Mn-0.90C-1.5Si, algunas partículas discretas que tienen una mezcla de fases ($\alpha + DO3$) se forman a lo largo de los límites de grano de la austenita- γ mediante una transición ordenada durante el enfriamiento [51-53].

En este sentido, Kim y col. [54] realizaron investigaciones para mejorar las propiedades mecánicas utilizando la fase B2, siendo un compuesto intermetálico de tipo FeAl.

2.6.5 Fase Mn- β .

Las aleaciones Fe-Mn-Al-C pueden tener fases de carburo kappa y Mn- β en su microestructura, dependiendo de la composición química y las condiciones del tratamiento térmico. Después de que los carburos kappa precipitan dentro de la matriz austenítica en la etapa temprana del envejecimiento isotérmico, la formación de Mn- β se produce por un sobre-envejecimiento [55-56]. Se sabe que la fase Mn- β deteriora significativamente las propiedades mecánicas de las aleaciones alto Mn, causando fracturas frágiles y energía de impacto decreciente [57-58].

Moon y col. [24] estudiaron el comportamiento del tratamiento térmico de envejecimiento a 550 °C con tiempos de hasta 10, 000 min y propiedades mecánicas de los aceros de baja densidad cuya composición química fue: Fe-30Mn-9Al-0.9C (Acero A), Fe-30Mn-9Al-0.9C-0.5V (Acero B) y Fe-30Mn-9Al-0.9C-0.5V-0.033Nb (Acero C). Durante el tratamiento térmico de envejecimiento se reportó la formación de fases secundarias gruesas de la mezcla de ferrita y Mn- β a lo largo de los límites del grano de austenita después de 10, 000 minutos de envejecimiento. Es decir, se formó ferrita debido a la inestabilidad de la austenita provocada por la precipitación de carburos, y posteriormente se formó Mn- β en las regiones enriquecidas en Mn alrededor de la ferrita como se observa en la **Figura 2.16**.

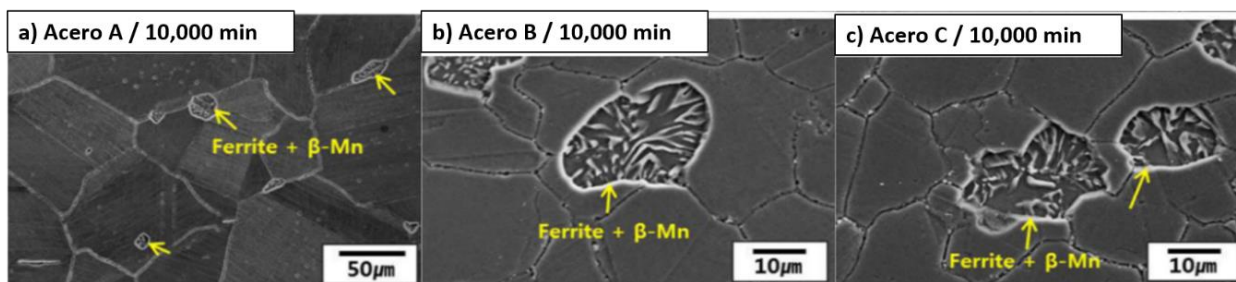


Figura 2.16 Micrografías en MEB de muestras envejecidas a 550 °C: **a)** Acero A / 10,000 min, **b)** Acero B / 10,000 min y **c)** Acero C / 10,000 min respectivamente [24].

Se observó en la etapa inicial de envejecimiento que la dureza de todas las aleaciones aumentó gradualmente con un aumento en el tiempo de envejecimiento, debido a la precipitación de carburos kappa. La dureza permaneció estancada entre los tiempos de envejecimiento de 1000 y 3000 minutos, a medida que la precipitación del carburo de kappa se saturaba [24]. La dureza aumentó nuevamente después de 3000 minutos de envejecimiento, debido a la formación de ferrita y Mn- β . Lee y col. [59], realizaron una investigación sobre la formación de Mn- β y efecto de envejecimiento en el comportamiento de fractura de aceros de baja densidad de alto Mn.

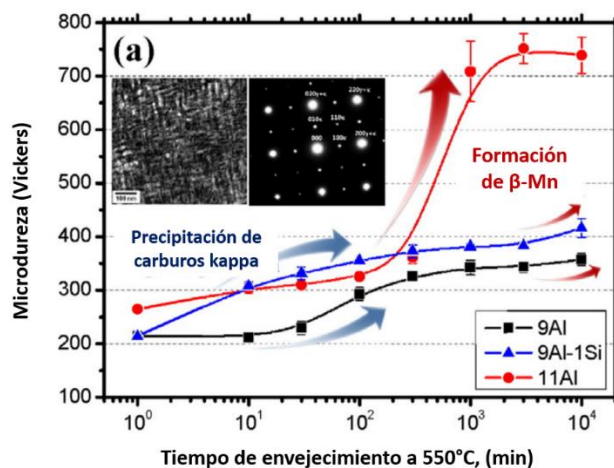


Figura 2.17 Grafica de microdureza vickers de las aleaciones 9Al, 9Al-1Si y 11Al en función del tiempo de envejecimiento a 550 °C [59].

En el tratamiento de envejecimiento (<30 min), la dureza Vickers de las aleaciones 9Al-1Si y 11Al aumenta más rápidamente que la de la aleación de 9Al. El endurecimiento por envejecimiento indicado por flechas azules en la **Figura 2.17**, se origina por la formación de carburos kappa de tamaño nanométrico dentro de la matriz de austenita, como se muestra en la micrografía por MET y el patrón de difracción de área selecta en el espécimen de 9Al.

Las muestras solubilizadas de las aleaciones 9Al y 9Al-1Si muestran microestructuras de la matriz austenítica, mientras que la muestra solubilizada de la aleación 11Al muestra una microestructura compuesta por una matriz austenítica y una cantidad de granos de ferrita alineados a lo largo de la dirección de laminación. Dado que la adición de Al o Si conduce a un aumento de la fuerza motriz química para la precipitación de carburos kappa, el endurecimiento primario se aceleró en las aleaciones 9Al-1Si y 11Al.

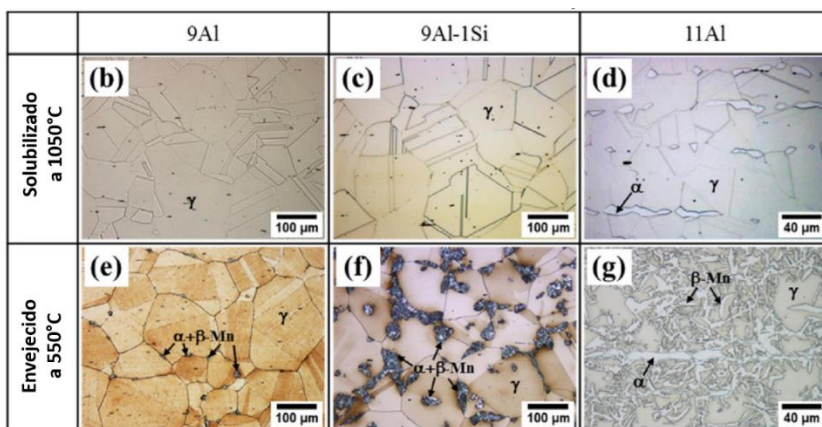


Figura 2.18 Micrografías ópticas de (b) 9Al (solubilizado), (c) 9Al-1Si (solubilizado), (d) 11Al (solubilizado), (e) 9Al envejecido durante 10,000 min, (f) 9Al-1Si envejecido durante 10,000 min, y (g) 11Al envejecido por 1000 min. γ y α representan austenita y ferrita, respectivamente [59].

Después del envejecimiento durante 300 min, se encontró un fuerte endurecimiento secundario en la aleación 11Al con una dureza superior a 700 HV. En la **Figura 2.18e-g** se muestran las microestructuras de las muestras envejecidas en la etapa inicial del endurecimiento secundario indicado por flechas rojas como se observa en la Figura 1.21a. Las muestras 9Al y 9Al-1Si envejecieron durante 10,000 min. Donde se formaron colonias de fases ferrita- α y Mn- β en los límites del grano austenita.

Por otro lado, Chen y col. [21] describieron el mecanismo de transformación de Mn- β mediante la descomposición espinodal formando regiones pobres en C y ricas en Al promoviendo que la ferrita- α nucleee en los límites de grano como se ilustra en la **Figura 2.19a**. Posteriormente, los átomos de soluto del C y Mn segregaron hacia los límites de grano formando la fase Mn- β como se demuestra en la **Figura 2.19b**.

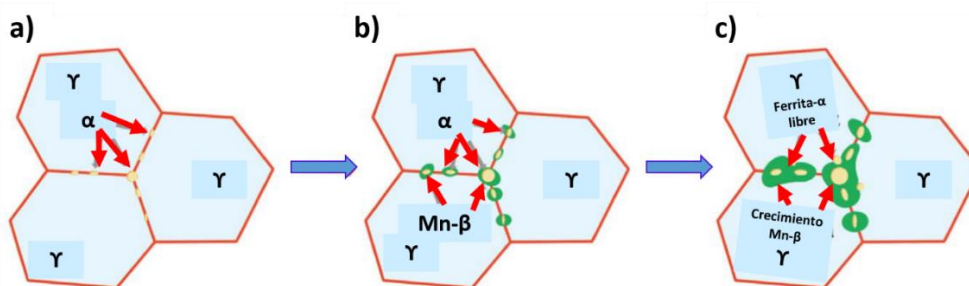


Figura 2.19 Mecanismo de formación de Mn- β para aceros de baja densidad [21].



Una vez que la fase Mn- β alcanza un valor crítico, el crecimiento de la ferrita- α se limita debido a que el Al no tiene la misma disponibilidad de difundir desde la matriz austenítica. Por el contrario, la fase Mn- β creció constantemente debido a la relación entre Mn- β y austenita- γ . Después de largos tiempos de envejecimiento la fase Mn- β y ferrita- α se promovieron durante el tratamiento de envejecimiento, formando islas de Mn- β (ver **Figura 2.19c**) después de largos tiempos de envejecimiento (sobre-envejecimiento).

2.7 Diagrama de fase Ti-B.

Se ha encontrado que pequeñas adiciones de boro a las aleaciones de titanio convencionales producen cambios significativos la microestructura y propiedades asociadas. El refinamiento del grano, la mejora de la resistencia y la rigidez son los primeros efectos. El boro es completamente soluble en la fase líquida del titanio, pero es esencialmente insoluble en las fases sólidas.

El TiB se forma a través de la reacción eutéctica $L \rightarrow \beta + \text{TiB}$, con la composición eutéctica binaria del 2% en peso de B como se observa en la **Figura 2.20**. La fase TiB ofrece ventajas únicas. La densidad de TiB es comparable a la del titanio, pero la rigidez es aproximadamente cinco veces mayor. Por lo tanto, la fase TiB proporciona aumentos significativos en la resistencia y la rigidez sin aumentar la densidad [60].

Por encima del eutéctico, la fase TiB está en equilibrio con el líquido y crece rápidamente, lo que lleva a la formación de partículas primarias de TiB gruesas (> 100 micras). Tamirisakandala [60] reportó que si aumenta la fracción volumétrica de TiB entonces incrementa significativamente la rigidez, resistencia máxima, resistencia al desgaste y, además, el comportamiento de la fractura cambiara de dúctil a frágil.

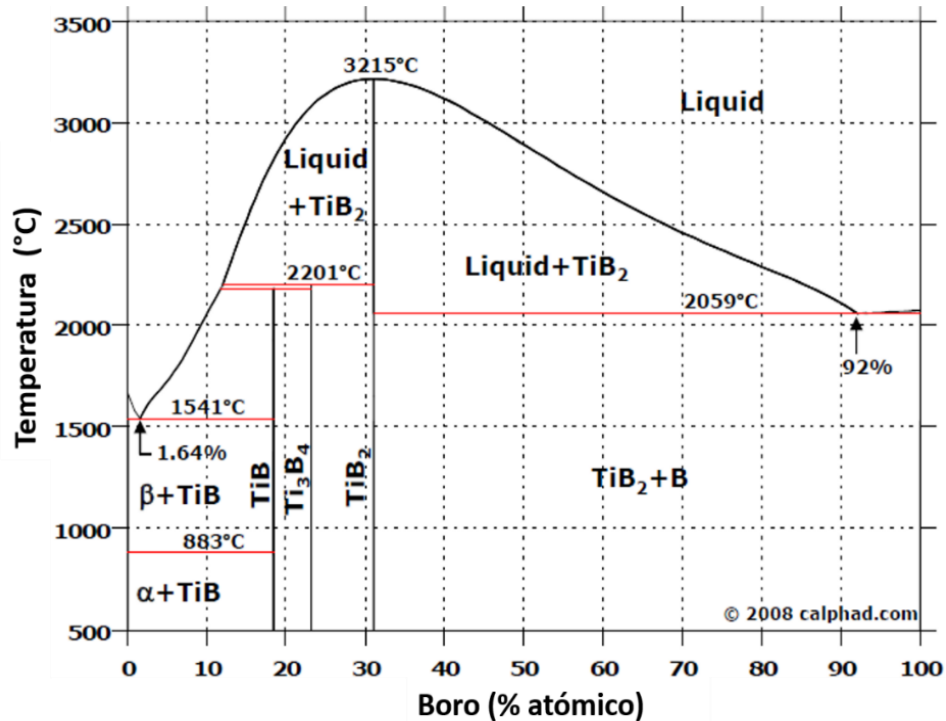


Figura 2.20 Diagrama de fase binario Titanio-Boro [60].

2.8 Efecto de los elementos aleantes en el sistema Fe-Mn-Al-C.

Las excelentes propiedades mecánicas de los aceros avanzados dependen en su gran mayoría de la composición química. Los mecanismos de refinamiento de grano, transformaciones de fase, endurecimiento por solución sólida y precipitación, los cuales controlan directa e indirectamente los niveles de dureza y resistencia mecánica son dependientes de la composición química del acero.

2.8.1 Efecto del contenido del Mn.

El efecto del contenido de Mn sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-10Al-1C-Mn [61] (símbolos sólidos) y Fe-3Si-3Al-Mn (símbolos abiertos) se muestra en la **Figura 2.21**. Las aleaciones Fe-3Si-3Al-Mn y Fe-10Al-1C-Mn mostraron un comportamiento diferente con la adición de Mn. Al aumentar el contenido de Mn, para la aleación Fe-3Si-3Al-Mn se presenta un aumento de la ductilidad acompañado de una disminución de la resistencia. Estas aleaciones austeníticas muestran una transición de los fenómenos de TRIP a TWIP (plasticidad inducida por maclaje) con un contenido creciente de Mn debido a un aumento de la energía de falla de apilamiento, dando como resultado una alta ductilidad a expensas del límite elástico y la velocidad de endurecimiento por deformación.

Sin embargo, la aleación Fe-10Al-1C-Mn prácticamente no mostró cambios en las propiedades mecánicas. Esto implica que el Mn tiene poca influencia para la formación de carburos kappa en las aleaciones austeníticas Fe-Mn-Al-C.

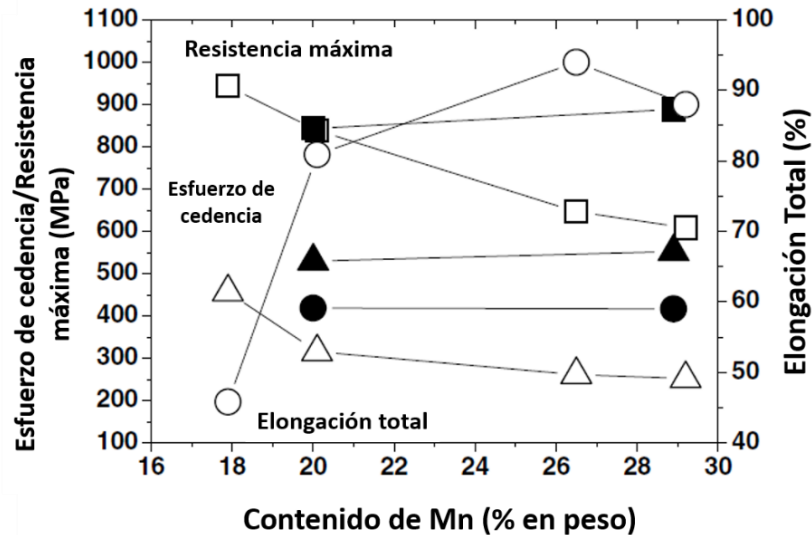


Figura 2.21 Efecto del contenido de manganeso en las propiedades mecánicas para las siguientes aleaciones: Fe-10Al-1C-Mn (símbolos cerrados) y Fe-3Si-3Al-Mn (símbolos abiertos) [61].

2.8.2 Efecto del contenido del Al.

El efecto del contenido de Al sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones de Fe-Al-Mn-C se presenta en la **Figura 2.22**, donde se muestra el cambio de las propiedades mecánicas para las aleaciones Fe-(20-22) Mn-0.6C-Al [61] y aleaciones ferríticas Fe-Al [12] en función del contenido de Al. Para las aleaciones ferríticas Fe-Al binarias, al aumentar contenido de Al se observó un incremento de la resistencia a expensas del alargamiento total.

En las aleaciones Fe- (20-22) Mn-0.6C-Al, la fase constitutiva ha cambiado de una austenita única a una microestructura dúplex que consiste en austenita y ferrita a medida que el contenido de Al aumenta (>10%). Sin embargo, la tendencia en el cambio de las propiedades mecánicas con contenido de Al no es susceptible al cambio en la fase constituyente. La adición de Al aumentó la resistencia a la vez que disminuía la ductilidad en aceros ferríticos, austeníticos y dúplex para contenidos de Al que variaban de 3 a 13%.

La disminución abrupta de la resistencia a la tracción final con un contenido de Al de 0-3% se atribuye a la supresión de las maclas causado por el aumento de la energía de falla de apilamiento.

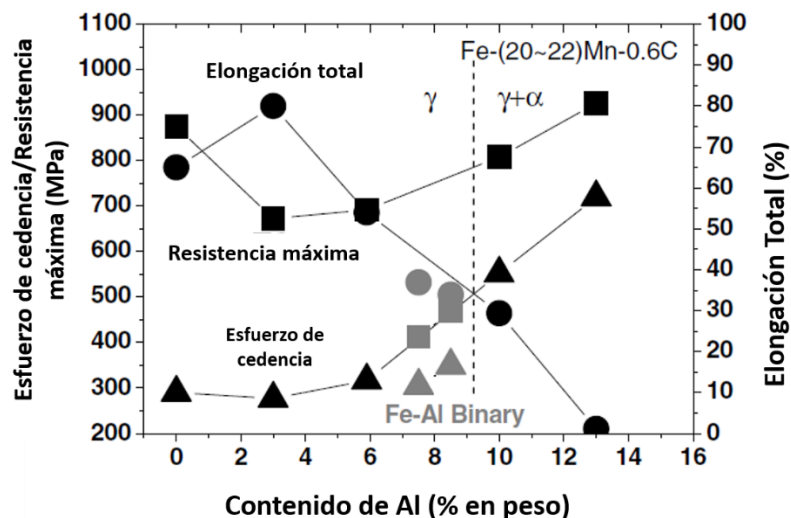


Figura 2.22 Efecto del contenido de aluminio en las propiedades mecánicas para las aleaciones: Fe-(20-22) Mn-0.6C-Al y aleaciones ferríticas (Fe-Al) [61].

La resistencia aumenta en las aleaciones de Fe- (20-22) Mn-0.6C-Al con un contenido de Al por encima del 3%. Esto se asocia al hecho de que el mecanismo de deformación cambia de maclaje a deslizamiento que se origina a partir del corte de partículas ordenadas.

2.8.3 Efecto del contenido del C.

El efecto del contenido de C sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones de Fe-Al-Mn-C se presenta en la **Figura 2.23**. Los números en los símbolos representan el contenido de C (% en peso). Se observó que las aleaciones Fe-20Mn-(9-10) Al-C y Fe- (28-30) Mn- (8.5-9.4) Al-C muestran mejor ductilidad en el mismo nivel de resistencia. Sin embargo, se observa que la elongación total es muy sensible al nivel de resistencia. Por ejemplo, la aleación Fe-(28-30) Mn-(8.5-9.4) Al-C exhibe 40% mejor elongación que la aleación Fe-20Mn-(9-10) Al-C a una resistencia alrededor de 850 MPa [61]. En general, las mejores propiedades se presentan con contenido de C intermedio entre 0.8 y 1 %, por encima de este valor se presenta una tendencia de disminución, tanto de la resistencia, como de la elongación. En el rango de carbono considerado, una tendencia general indica que aumentar el contenido de Mn tiene un efecto benéfico sobre el equilibrio mecánico, pero se considera necesaria una investigación más detallada.

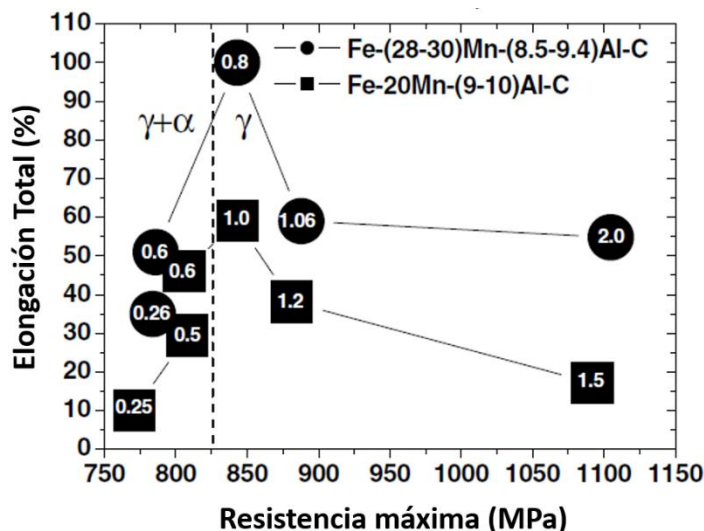


Figura 2.23 Efecto del contenido de carbono en las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Al-Mn-C [61].

2.9 Efecto de los elementos microaleantes en aceros avanzados.

2.9.1 Efecto del Ti.

El Ti se emplea como un desoxidante y para inhibir el crecimiento granular. Forma un nitruro a muy alta temperatura con lo que aumenta también la resistencia a altas temperaturas.

Causa que las inclusiones de sulfuros de manganeso globulicen, mejorando la resistencia y ductilidad del acero. También produce efectos de endurecimiento por precipitación a bajas temperaturas, formando compuestos intermetálicos, que aumentan la estabilidad del carbono, lo cual mejora la resistencia del acero [62-63].

Además, el titanio tiende a combinarse con el C y N presentes formando carburos y nitruros estables, lo cual resulta en un incremento de las propiedades mecánicas, debido tanto a endurecimiento por solución sólida como por precipitación. Investigaciones realizadas por Scott y col. [64] sobre la adición de Ti como microaleante en aceros alto-Mn muestran un notable refinamiento de grano y un incremento en la resistencia a la cedencia para porcentajes $\leq 0.1\%$ en peso; aunque en mayores proporciones no presenta un incremento considerable, tal como se muestra en la **Tabla 2.1**. Por otro lado, el Ti en presencia de N, tiende a formar TiN, lo cual evita la formación de AlN, con lo que disminuye la tendencia a fragilizar el acero.



Tabla 2.1 Propiedades mecánicas en aceros alto-Manganeso con variaciones de titanio como elemento microaleante [64].

Composición	Tamaño de grano (μm)	Esfuerzo a la cedencia (MPa)	Esfuerzo máximo (MPa)
Fe-22Mn-0.6C	2.5	471	1102
Fe-22Mn-0.6C-0.1Ti	1.6	609	1135
Fe-22Mn-0.6C-0.2Ti	1.6	615	1131
Fe-22Mn-0.6C-0.3Ti	1.5	635	1145

Por otro lado, el Ti se caracteriza por tener una solubilidad tan extremadamente baja, que la adición de una cantidad no muy elevada de este elemento puede inducir la precipitación de carbonitruro de titanio (casi exclusivamente en nitruro) en el acero líquido. La característica más importante de estos nitruros estables a altas temperaturas es su capacidad de controlar el tamaño de grano austenítico a la temperatura de recalentamiento, previa al conformado en caliente.

2.9.2 Efecto del B.

El B y sus compuestos tienen muchas aplicaciones en diversos campos de la metalurgia [65]. El B combinado con el C puede formar carburos (B_4C) muy estables, ya que su disolución sólo puede ser a $2350\text{ }^\circ\text{C}$. El B combinado con el N puede formar nitruros de boro (BN), que son extremadamente resistentes a la temperatura y sólo pueden ser disueltos a $1600\text{ }^\circ\text{C}$ [66].

Por otro lado, considerando un rango óptimo en el caso de los aceros microaleados al boro, de entre 10 a 100 ppm, las diferentes formas en que se puede encontrar al B son: a) Boro precipitado como $\text{M}_{23}(\text{B,C})_6$, b) Combinado con el N como BN, c) Como elemento intersticial en solución sólida, d) Como un óxido, pero usualmente en bajas cantidades. El compuesto $\text{M}_{23}(\text{B,C})_6$ es una de las formas microestructurales más comunes que se pueden encontrar en aceros con 0.05-0.25% C y 0-130 ppm de B [67]. Ha sido reportado [68] que sólo el B soluble puede segregar y entonces precipitar después como $\text{M}_{23}(\text{B,C})_6$ en los límites de grano. Probablemente, el B sea el mejor elemento de microaleación considerando costo, efecto y cantidad [69].



Un aspecto importante a resaltar es que el Ti puede ser asociado al B, ya que con esto se logra alcanzar en gran medida la templabilidad del acero; de hecho, el Ti ayuda mucho a incrementar la efectividad del B como elemento de microaleación en solución sólida [70].

La influencia del boro en los aceros avanzados viene determinada por el proceso de segregación de no-equilibrio [71]. Parece ser que los átomos de boro tienen una fuerte interacción con las vacancias, lo cual facilita la segregación de no-equilibrio en aceros con trazas de boro [72]. La presencia de átomos de boro permite la formación de complejos boro-vacantes que difunden hacia los límites de grano con una velocidad superior a la que tienen los átomos de boro que se alejan de dichos límites de grano. Esto provocará un aumento de la cantidad de vacancias en el interior de los límites de grano provocando un aumento de las partículas precipitadas que se ve reflejado en un retraso de la nucleación y crecimiento de nuevos granos, o lo que es lo mismo, en un retraso de la cinética de recristalización [72]. La presencia de Nb y Cu amplifica el efecto del boro debido a la aceleración de la formación de precipitados entre estos elementos [72].

Desde un punto de vista tecnológico, la segregación de equilibrio es importante para la austenización y temple de aceros, mientras que la segregación de no-equilibrio juega un rol importante en aceros procesados termo-mecánicamente que son templados inmediatamente después de la deformación.

2.9.3 Efecto del Ti/B.

Estudios previos referentes a la adición del microaleante Ti/B en aceros TWIP, indican una mejora de la resistencia en caliente, especialmente en el rango de temperaturas de 700 a 900 °C [73] (ver **Figura 2.24**).

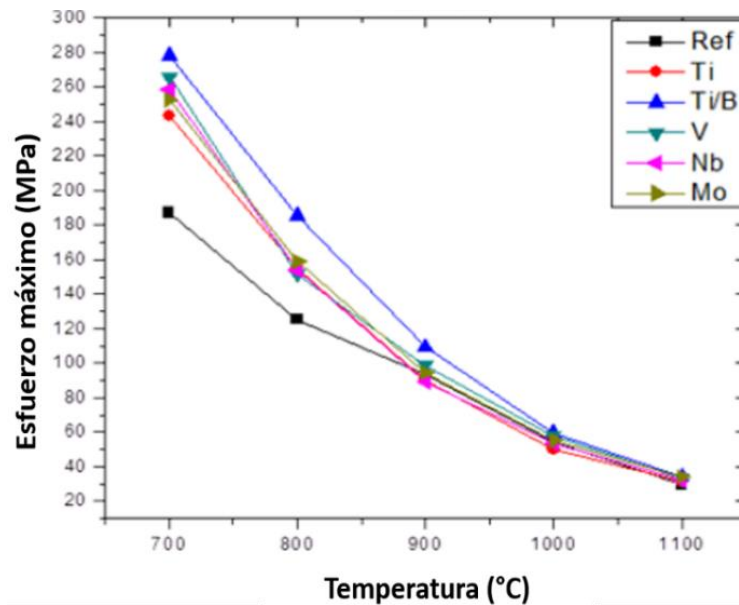


Figura 2.24 Comportamiento del esfuerzo máximo en condición de as-cast [73].

El aumento del esfuerzo máximo es explicado en términos de endurecimiento por solución sólida o por endurecimiento debido a la existencia de partículas de segunda fase (por ejemplo, la interacción de las dislocaciones con diferentes obstáculos), y a más altas temperaturas se presenta un efecto debilitante debido a un proceso difusivo que es controlado propiamente por el trepado de dislocaciones [73].

Sin embargo, la presencia del elemento Ti en solución sólida como en forma de precipitados Ti(C,N) causa el retardo de la recristalización dinámica (DRX), donde ambos efectos contribuyen al incremento en el resistencia aunado con la adición del microaleante B, la buena ductilidad en caliente se explica en función de la recristalización dinámica y de la capacidad del boro de mantener la cohesión entre granos.

Al respecto, se ha reportado [74-76] que durante la deformación en caliente el boro segrega hacia los límites de grano de la austenita promoviendo desorden, en términos de la reducción de energía de activación y, como consecuencia, genera un incremento en la movilidad de las dislocaciones en el límite de grano, lo que facilita la aparición o inicio de la recristalización dinámica (DRX). Así, el boro alojado en los límites de grano actúan como un promotor potencial para la nucleación de la DRX.

2.10 Solidificación en aceros de baja densidad austeníticos.

2.10.1 Modo de solidificación FA.

Lee y col. [77] reportan que el modo de solidificación para el acero Fe-9.3Mn-5.6Al-0.2C (% en peso) es el modo FA: $L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \gamma + \delta$, de acuerdo con la clasificación de los modos de solidificación de los aceros inoxidable: Modo A, AF, FA y F.

Posteriormente confirman su modo de solidificación por medio de la microestructura del lingote en varias zonas de solidificación, como se muestra en la **Figura 2.25**. El área brillante es ferrita- δ , y el área oscura es austenita- γ . Además, se observaron microestructuras vermiculares y de encaje en la esquina del lingote. Sin embargo, en la literatura se tiene muy poca información sobre el modo de solidificación de aceros de baja densidad austeníticos con alto contenido de Mn y Al.

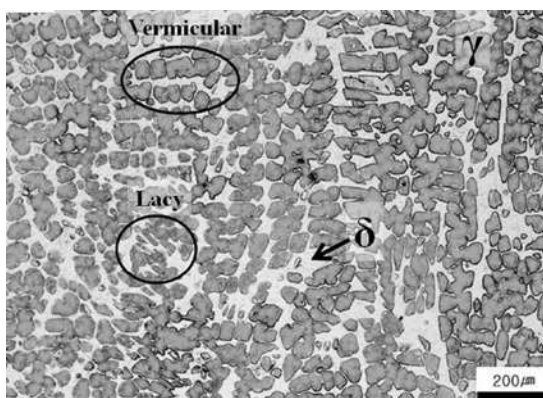


Figura 2.25 Micrografía óptica de acero solidificado Fe-9.3Mn-5.6Al-0.2C (% en peso) en la esquina del lingote [77].

2.11 Tratamiento térmicos en aceros de baja densidad.

2.11.1 Tratamiento térmico de homogenizado.

El objetivo del tratamiento térmico de homogenizado es destruir la estructura dendrítica existente, disminuir el grado de segregación química.



El tratamiento térmico se inicia calentando la aleación hasta la región austenítica a temperaturas entre 1000-1200 °C, posteriormente tiempos de permanencia de 1 a 4 h, dependiendo del espesor de la muestra, esto da lugar a igualar los distintos volúmenes de composición química producidos por la solidificación heterogénea, seguido de un enfriamiento rápido con la finalidad de retener la microestructura, obteniendo un tamaño de grano basto.

De acuerdo con Moon y col. [24] y Park y col. [78] este tratamiento térmico se lleva a cabo a altas temperaturas entre 1100-1200 °C para algunas aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C (ver **Tabla 2.2**). Chang y col. [79] reportaron, altos contenidos de Mn en la aleación Fe-3.5Mn-5.9Al-0.4C en límites de grano. Generalmente durante el tratamiento térmico de homogenizado los elementos que más segregan en las regiones interdendríticas es el Mn seguido del C. Esto puede ser corroborado mediante mapeos químicos de los elementos.

Tabla 2.2. Parámetros de ciclo térmico de homogenizado para algunas aleaciones.

Sistema	Temperatura (°C)	Tiempo (hrs)	Referencia
Fe-30Mn-9Al-0.9C	1150	2	[24]
Fe-27Mn-12Al-0.8C	1200	4	[78]

2.11.2 Tratamiento térmico de solubilizado.

El objetivo del tratamiento térmico de solubilizado consiste en calentar la aleación a una temperatura adecuada, manteniéndolo a esta temperatura el tiempo suficiente para provocar que uno o más constituyentes entren en una solución sólida, seguido de un temple lo suficientemente rápido para que los constituyentes entren en solución sólida sobresaturada.

Una aleación endurecida por precipitación en las condiciones de solución sólida sobresaturada se encuentra en su estado de máxima energía; este estado de energía es relativamente inestable y la aleación tiende a buscar su estado de menor energía por la descomposición espontánea de la solución sólida sobresaturada en fases metaestables o fases de equilibrio como se observa en la **Figura 2.26**.

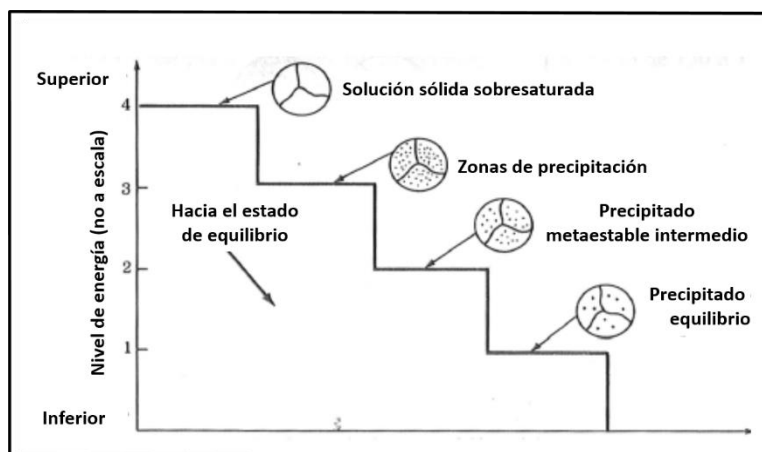


Figura 2.26. Productos de la descomposición por solución sólida sobresaturada [80].

Tabla 2.3. Parámetros de ciclo térmico de solubilizado para algunas aleaciones.

Sistema	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Referencia
Fe-30Mn-9Al-0.9C	1050	120	[24]
Fe-27Mn-12Al-0.8C	1100	30	[78]

2.11.3 Tratamiento térmico de envejecido.

El objetivo de este tratamiento es el endurecimiento por precipitación que involucra la formación de finas partículas (fase kappa) que actúan para bloquear el movimiento de las dislocaciones y así incrementar la resistencia del material. En la **Figura 2.27** se muestra, una comparación del efecto del endurecimiento por carburos kappa en aceros Fe-Mn-Al-C y de otros carburos utilizados en aceros microaleados. El potencial de resistencia de la fase kappa κ' está entre 100 y 350 MPa para una fracción de volumen de aproximadamente 0.05-0.35 [81].

Tabla 2.4. Parámetros de ciclo térmico de envejecido para algunas aleaciones.

Sistema	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Referencia
Fe-30Mn-9Al-0.9C	550	Max. 10,000	[24]
Fe-27Mn-12Al-0.8C	500 y 700	Max. 10,000	[78]

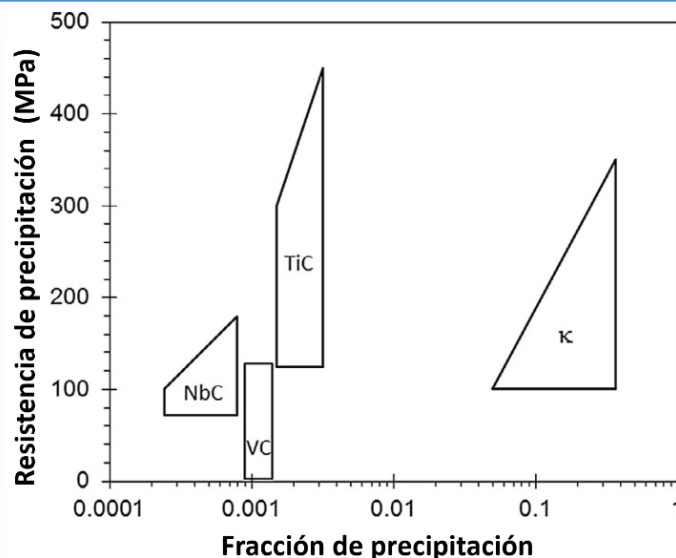


Figura 2.27 Comparación del refuerzo de carburos kappa en aceros Fe-Mn-Al-C y otros carburos utilizados en aceros microaleados [81].

2.12 Tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

El procesamiento termo-mecánico es una combinación sofisticada de operaciones de deformación y tratamientos térmicos bien definidos en una sola etapa de la producción para controlar la microestructura del material. Tradicionalmente, las consideraciones para el procesamiento termo-mecánico se han centrado en los aspectos metalúrgicos de obtención de la microestructura que genere las propiedades mecánicas requeridas después del laminado en caliente [82]. El objetivo de este procesamiento es la reducción de espesor y regeneración de microestructura por recristalización dinámica.

2.12.1 Deformación en caliente.

La deformación plástica se consigue mediante una variedad de técnicas que, utilizando instalaciones y ciclos de fabricación apropiados, permiten diversas modalidades de deformación plástica del material a escoger en función de la forma final deseada.

La deformación plástica en caliente o el conformado en caliente, se realiza llevando el material a elevadas temperaturas, a fin de obtener deformaciones importantes aplicando esfuerzos relativamente limitados. Además, los procesos de conformado en caliente permiten la modificación de la microestructura. Algunos de los obstáculos a las dislocaciones empleados en el endurecimiento de los metales son los átomos de soluto, los límites de grano o sublímites, los precipitados o partículas de segunda fase u otras dislocaciones [83].

2.12.2 Mecanismos de ablandamiento.

La deformación plástica en caliente consiste en llevar el material a elevadas temperaturas con el fin de obtener deformaciones importantes sometiendo al material a esfuerzos relativamente limitados. Así, todo proceso de conformado en caliente consta fundamentalmente de dos fenómenos que se combinan para determinar la estructura final del material. Dichos procesos son los de endurecimiento por deformación y ablandamiento debido a procesos dinámicos de recuperación (restauración y/o recristalización), los cuales se describen a continuación [83].

2.12.2.1 Recuperación dinámica.

La recuperación dinámica provoca la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de subgranos, que no son otra cosa más que celdas con densidad de dislocaciones relativamente bajas rodeadas de límites con alta densidad de dislocaciones (ver **Figura 2.28**). Este proceso ocurre sin que se lleguen a formar nuevos granos, tiene lugar rápidamente en materiales con alta EFA (cristales BCC), y lentamente en materiales con baja EFA (cristales FCC, excepto el Al). La velocidad de endurecimiento por deformación disminuye debido al aumento en la velocidad de aniquilación de dislocaciones, que a su vez es proporcional a la propia densidad de dislocaciones [84]. En materiales con baja EFA, la recuperación dinámica progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación; así, las diferencias locales de densidad de dislocaciones son suficientemente elevadas como para permitir la migración de límites de grano y, por lo tanto, permitir la nucleación de la recristalización durante la deformación [85].

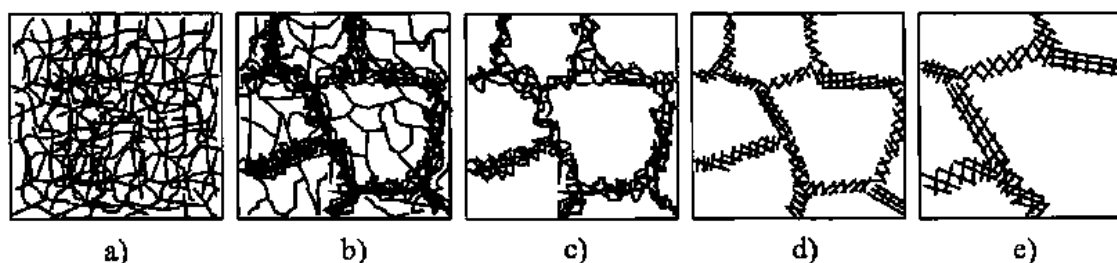


Figura 2.28 Representación de las diferentes etapas de la recuperación dinámica: **a)** Generación de dislocaciones, **b)** Formación de celdas, **c)** Aniquilación de dislocaciones, **d)** Formación de subgranos y, **e)** Crecimiento de granos [85].

Los cambios microestructurales que ocurren durante la recuperación afectan las propiedades mecánicas y, por lo tanto, la recuperación se mide a menudo mediante cambios en el esfuerzo de cedencia o en la dureza del material [86]. El aumento de la temperatura promueve los procesos térmicamente activados, tales como el deslizamiento cruzado y trepado de las dislocaciones. A través del trepado las dislocaciones pueden aniquilarse mutuamente [87]. Durante las etapas iniciales de la deformación, debido al incremento del esfuerzo, las dislocaciones interactúan y se multiplican.

A medida que la densidad de dislocaciones aumenta (fuerza de activación), la cinética de recuperación dinámica (DRV) también aumenta y durante este período se forma una subestructura de límites de bajo ángulo y de subgranos [88]. Esta formación también es conocida como poligonización (ver **Figura 2.28**). A cierto valor de deformación, las cinéticas de endurecimiento por deformación y las de DRV alcanzan un equilibrio dinámico y la densidad de dislocaciones permanece constante [89]. Todo esto da lugar a un estado de fluencia estable, es decir, se generan tantas dislocaciones como las que se aniquilan, desarrollándose una subestructura estable de dislocaciones (ver **Figura 2.29**).

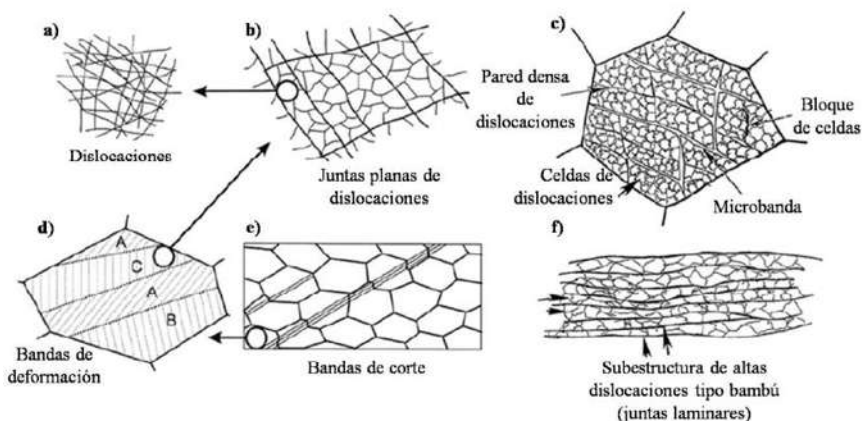


Figura 2.29 Jerarquía de microestructuras en metales policristalinos deformados por deslizamiento: **a)** Dislocaciones, **b)** Límites de dislocaciones, **c)** Bandas de deformación y transición dentro de un grano, **d)** Bandas de corte y **e)** Barreras densas de dislocaciones [88].

Además, la posibilidad de que ocurran procesos de difusión y autodifusión a altas temperaturas, asegura que ocurran procesos de recuperación tan pronto como aparecen las dislocaciones durante la deformación plástica.

2.12.2.2 Recristalización dinámica.

La formación de nuevos granos libres de deformación a partir de materiales deformados es llamada recristalización [85]. La recristalización difiere de la recuperación por el hecho de que el incremento en el tamaño de los granos libres de deformación se facilita por el movimiento de límites de ángulo grande. La recristalización dinámica provoca la eliminación de gran número de dislocaciones por la migración de límites de grano. Aunque en esencia, la recristalización estática y dinámica producen un ablandamiento en el material, deben de analizarse como fenómenos separados. En la **Figura 2.30**, se esquematiza la diferencia entre la recristalización estática que se produce luego de las operaciones de conformado, produciéndose nuevos granos libres de dislocaciones; mientras que, para la recristalización dinámica, la cual es simultánea con la deformación, los nuevos granos nucleados vuelven a tener una densidad de dislocaciones similar a la del inicio de la deformación.

La evolución de la recristalización durante un recocido isotérmico, se representa por medio de un gráfico de la fracción en volumen de material recristalizado, como una función del logaritmo del tiempo como se observa en la **Figura 2.30d**. Esta representación presenta generalmente una forma senoidal característica y a menudo muestra un aparente período de incubación antes de que la etapa de recristalización sea detectada. Luego, el período de incubación es seguido por un aumento de la tasa de recristalización, una región lineal y, por último, una disminución de la tasa de recristalización [85].

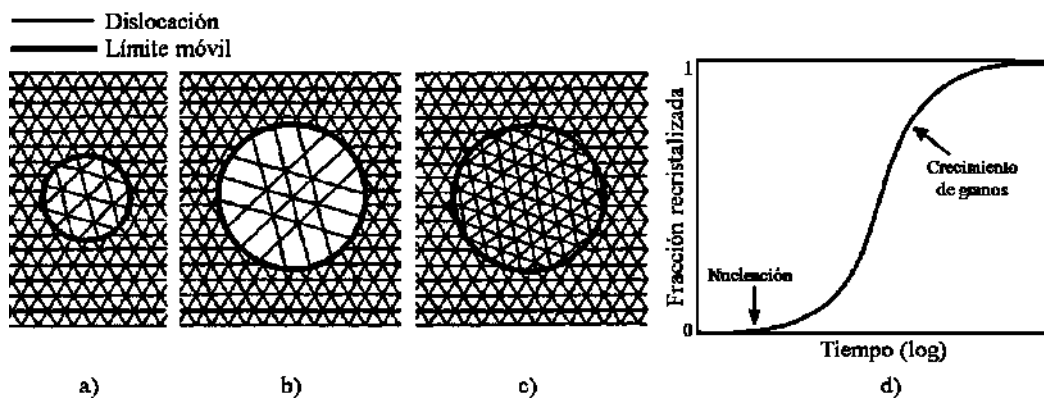


Figura 2.30 Esquema de la recristalización diferenciando: **a)** La formación de un núcleo de recristalización, **b)** El crecimiento de un grano recristalizado estáticamente, **c)** El crecimiento de un grano recristalizado dinámicamente y **e)** Cinéticas de la recristalización [85].



El desarrollo de la microestructura durante la recrystalización depende de 2 factores [86]: i) la cinética de nucleación, y ii) la cinética de crecimiento de los núcleos. El crecimiento de los núcleos durante la recrystalización se acepta como un producto de la movilidad del límite de grano y la fuerza para recrystalización se origina a partir de la alta densidad de dislocaciones de la estructura deformada.

El crecimiento o velocidad del frente de recrystalización depende no sólo de la fuerza motriz sino también de la movilidad del límite de grano a través del frente de recrystalización. La recrystalización dinámica es una función de la deformación, velocidad de deformación, temperatura y tamaño inicial del grano, los cuales cambian con el tiempo.

Es por ello que la recrystalización dinámica es reconocida como una herramienta muy poderosa aplicada al control microestructural [90] y de las propiedades mecánicas de aleaciones metálicas sometidas a operaciones industriales de procesado.

Abedi y col. [91], realizaron una investigación sobre el comportamiento de deformación a alta temperatura de un acero dúplex de baja densidad, Fe-17.5Mn-8.3Al-0.74C-0.14Si, (% en peso) en el rango de 700-1000 °C, determinando que la velocidad de deformación de 0.1 s^{-1} proporcionó una condición apropiada para promover recrystalización dinámica continua, en la que se disminuyó el número de límites de subgranos y se produjo la transformación continua de subgranos en granos recrystalizados.

Los granos recrystalizados generalmente adquieren una microtextura diferente con respecto a los granos de austenita originales. Los autores encontraron que la presencia de granos finos asociados con la recrystalización dinámica continua podría favorecer el deslizamiento del límite del grano, lo que daría como resultado un agrietamiento que deterioraría el comportamiento de ductilidad del material (ver **Figura 2.31**).

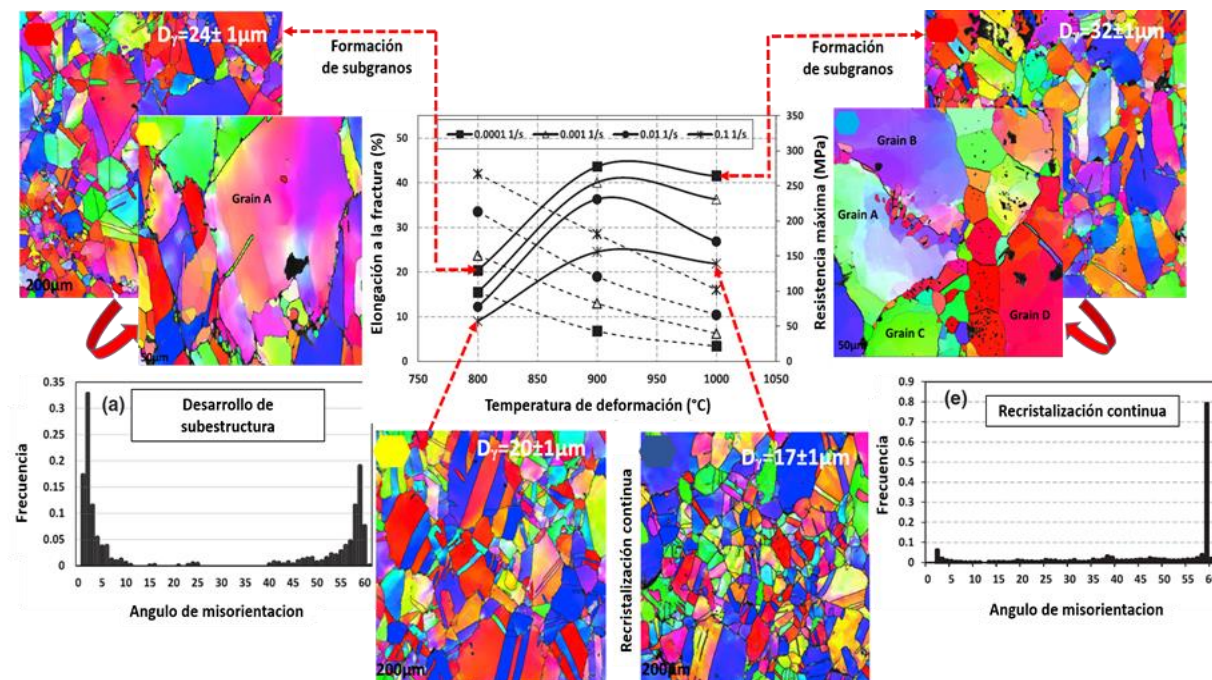


Figura 2.31 Efecto de la velocidad de deformación a altas temperaturas para la recrystalización dinámica continua en acero de baja densidad Fe-17.5Mn-8.3Al-0.74C-0.14Si [91].

Aparentemente, la ferrita y la austenita representan un comportamiento diferente durante la deformación a alta temperatura. Las velocidades de difusión dentro de la ferrita son muy superiores a las de la austenita y el movimiento de dislocaciones es significativamente más rápido debido a la naturaleza ondulada de su configuración de dislocación.

Por el contrario, la austenita tiene una tendencia a recrystalizarse dinámicamente a través de un mecanismo discontinuo, es decir, nucleación y crecimiento de nuevos granos a través de la migración de límites inducida por el esfuerzo [86]. La generación de límites de ángulo alto en los granos originales se inicia de acuerdo con el mecanismo de recrystalización dinámica continua.

La adición de elementos ligeros como el aluminio a los aceros avanzados de alta resistencia, como un enfoque interesante para aumentar resistencia y reducir el peso específico, también proporcionaría una condición adecuada para el desarrollo de subestructuras [92]. Los aceros de baja densidad generalmente muestran una mayor energía de falla de apilamiento en comparación con los austeníticos convencionales, lo que facilita el deslizamiento de dislocaciones incluso durante la deformación a temperatura ambiente [91].

Quiang y col. [93] reportaron que para un acero de baja densidad Fe-27Mn-11.5Al-0.95C-0.59Si microaleado con Nb deformado en caliente el modo de recristalización dinámica continua, el cual es sensible a la temperatura y velocidad de deformación. El aumento de la temperatura o disminución de la velocidad de deformación promovían la recristalización dinámica, así como, el crecimiento de islas de ferrita- δ en la matriz austenítica. Por otro lado, Zambrano y col. [94] realizaron deformación en caliente previo a un tratamiento térmico de envejecimiento para una aleación Fe-21Mn-11Al-1.5C-2Si resultando una recristalización dinámica discontinua alcanzando valores de dureza de hasta 565HV.

2.12.2.3 Aproximación microestructural de la recristalización dinámica.

Para que la recristalización tome lugar, un tamaño crítico de sub-grano debe de alcanzarse. Este tamaño crítico es grande en comparación con el tamaño promedio de sub-grano, lo cual significa que éste sólo puede ser alcanzado por un mecanismo de crecimiento anormal.

En consecuencia, para que la recristalización tome lugar un tamaño crítico de sub-grano debe de ser alcanzado y la desorientación tiene que ser lo suficientemente alta ($>15^\circ$). Sitios de nucleación preferenciales para la recristalización son los límites de grano [86,95] y los nuevos granos forman un “collar” alrededor de los granos deformados como se observa en la **Figura 2.32**. Cuando los granos son más grandes, la nucleación intergranular ocurre donde nuevos granos nuclean en el interior de los granos y no sólo en los límites de la austenita deformada [86].

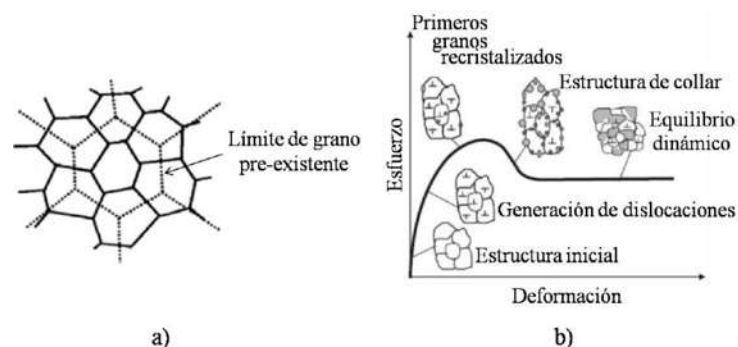


Figura 2.32 Evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente en una curva típica para deformación en caliente [96].



2.12.3. Retraso de la recrystalización.

Los formadores fuertes de carburos como Nb, V o Ti son adicionados al acero para modificar los procesos de recuperación en la austenita deformada en caliente. Estos retardan la recuperación y la recrystalización, particularmente a las temperaturas finales de trabajado en donde la solubilidad de los elementos microaleantes es baja [97].

2.12.3.1 Efecto de los elementos soluto.

El efecto de los elementos en solución sólida sobre el retraso de la recrystalización es atribuido a la interacción entre la migración de dislocaciones y límites de grano y los átomos de soluto. Así, los átomos de soluto obstruyen el reacomodo de las dislocaciones y consecuentemente, las subceldas no pueden formar rápidamente el núcleo y la recrystalización es retardada. También ha sido reportado que la adición de elementos de soluto puede disminuir la EFA, permitiendo el retardo de los procesos de recuperación [98].

En los aceros HSLA se ha puesto mucha atención en estudiar el efecto de los elementos que entran en solución sólida. Cuddy [99] en un amplio estudio con diferentes monoadiciones de microaleantes, demostró que cantidades crecientes de soluto en solución sólida aumentaban la temperatura de fin de recrystalización en condiciones de deformación en caliente. Observó igualmente que el orden de efectividad era Nb, Ti, Al y V, siendo especialmente importante el efecto del Nb. Resultados similares han sido reportados por Weiss y col. [100].

2.12.3.2 Efecto de los precipitados.

La recrystalización puede ser retardada por efecto de la presencia de precipitados vía anclaje de los límites de grano o anclaje de dislocaciones.

Para que el anclaje de los límites de grano ocurra, la distribución de los precipitados debe de satisfacer los siguientes dos criterios:

1. El tamaño de partícula y el espaciamiento debe de estar por debajo de valores críticos apropiados.
2. Una cantidad volumétrica suficiente de precipitados es necesaria para mantener el espaciamiento debajo de los valores críticos.



En la práctica, esto significa que una fina dispersión de precipitados retrasa el inicio de la recrystalización por el anclaje de los límites de grano y dislocaciones, restringiéndose el crecimiento de grano. Es claro que la precipitación es significativamente acelerada por la deformación. En un intento por determinar su efecto, estudios de microscopía electrónica de transmisión han mostrado que la precipitación inducida por deformación en la matriz ocurre preferencialmente sobre dislocaciones, y sub-límites de grano [101].

En la etapa final de la laminación en caliente, estos precipitados retardan la recrystalización, esencialmente bloqueando la subestructura y, por lo tanto, previniendo la evolución de los granos recrystalizados por el proceso de migración de las dislocaciones y sub-granos [102]. Algunos estudios han mostrado que precipitados inducidos por deformación no son capaces de actuar como barreras cuando su tamaño excede un tamaño crítico [103]. Sin embargo, éstos pueden incrementar la tasa de recrystalización al actuar como sitios de nucleación para la recrystalización [104].

Los aceros de baja densidad pertenecientes al sistema Fe-Mn-Al-C son muy susceptibles a la formación de compuestos complejos y transformaciones de fase en función de la composición química y tratamientos térmicos, así como deformaciones en caliente, se sabe que la adición de microaleantes a cualquier aleación tiende a mejorar las propiedades mecánicas del acero. Por lo que respecta, la adición de Ti y B juega un papel importante en la cinética de nucleación y crecimiento desde el acondicionamiento microestructural a partir de la condición de solidificación hasta el tratamiento térmico de solubilizado. Sin embargo, durante el endurecimiento por precipitación la cinética de nucleación y crecimiento por los microaleantes está influenciada también por la precipitación de carburos distribuidos uniformemente y finamente sobre estructuras moduladas. La adición del microaleante B mejora la ductilidad en caliente debido a un efecto de arrastre de soluto por los átomos de boro en los límites de grano austenítico. Lo anterior aunado a la adición de Ti donde este elemento debe ser lo suficientemente alto para asegurar que el N disponible se combine como TiN y que el B esté en solución sólida, capaz de migrar a los límites.

CAPÍTULO III: Procedimiento experimental.

En la **Figura 3.1**, se muestra el diagrama de flujo del procedimiento experimental llevado a cabo en el presente proyecto de investigación.

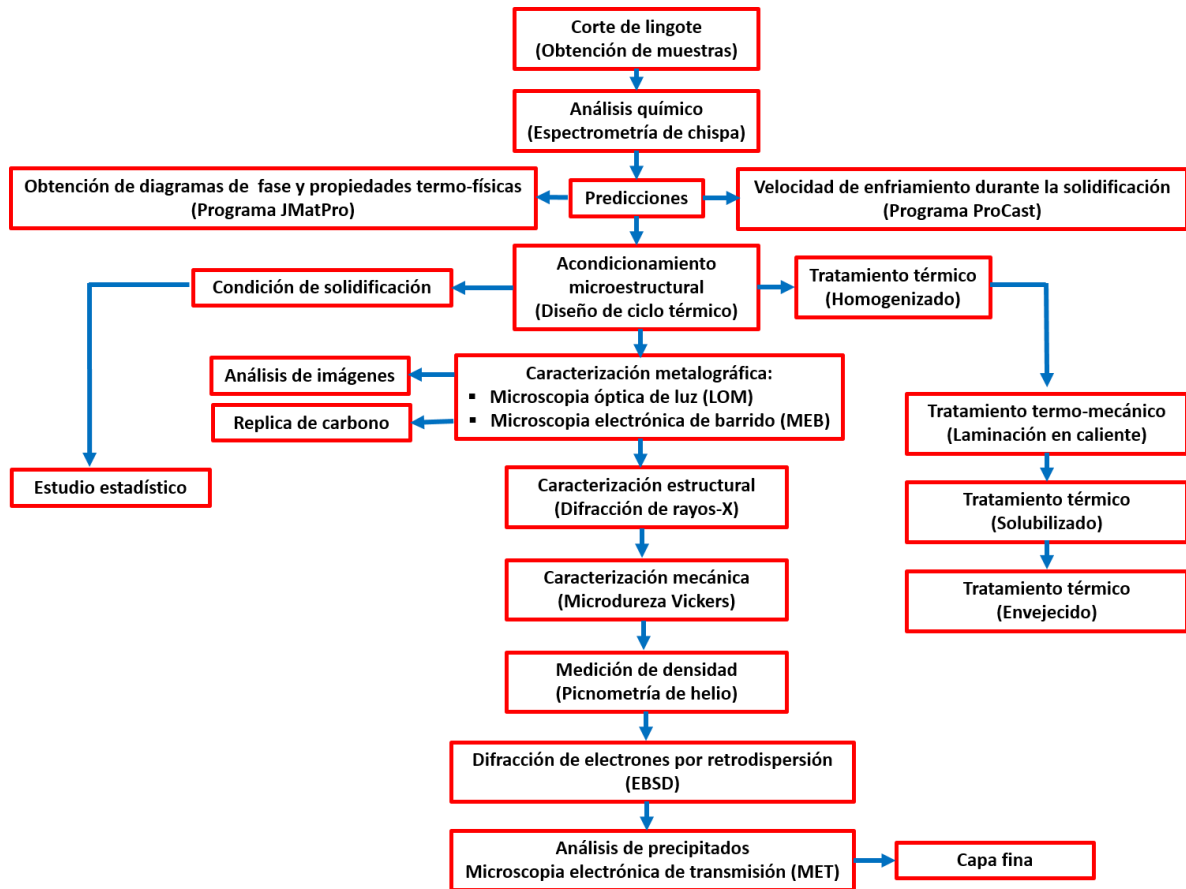


Figura 3.1. Diagrama de flujo para el desarrollo experimental de acero de baja densidad microaleado Ti/B.

3.1. Materiales.

La fusión y colada del acero de baja densidad con sistema Fe-Mn-Al-C microaleado Ti/B fue realizada por el grupo de investigación de Metalurgia Mecánica en el laboratorio de fundición del IIMM-UMSNH en un horno de inducción al vacío, obteniéndose un lingote de dimensiones de 11 cm de altura x 10 cm de ancho x 6 cm de espesor. Para este proyecto de investigación se parte de un acero ya fabricado cuya composición química se muestra en la **Tabla 3.1**:

Tabla 3.1. Composición química del acero de baja densidad microaleado Ti/B (% en peso).

Fe	Al	Mn	Ti	B	C	N	P	S
64.46	7.0	27.3	0.016	0.0056	1.2	0.004	0.012	0.001

3.1.1 Análisis químico.

El análisis químico del acero de baja densidad bajo estudio se llevó a cabo mediante espectrometría de emisión por chispa en un equipo Q4 TASMÁN BRUKER (**Figura 3.2a**), el cual se basa en la obtención de chispas entre dos electrodos, lo que produce un plasma de vapor en el cátodo, lo cual permitió la determinación rápida y simultánea de elementos químicos en el acero de baja densidad como se observa en la **Figura 3.2b**, para este análisis se seleccionó el patrón de hierros colados (247c) y aceros de alto Mn.

Es importante mencionar que aún no existe comercialmente un patrón de calibración bajo norma que garantice la cuantificación (en % en peso) de los elementos de aleación y microaleación para aceros de baja densidad Fe-Mn-Al-C. En la **Tabla 3.1**, se muestran los resultados del análisis químico por espectrometría de chispa

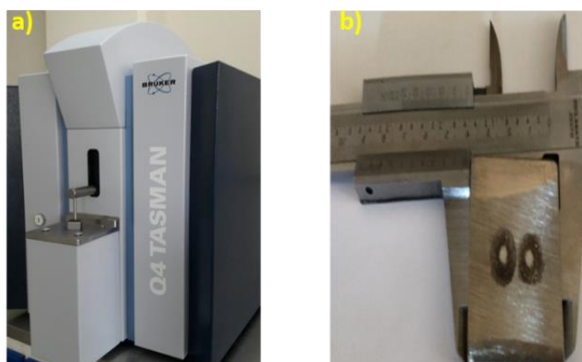


Figura 3.2 a) Equipo de análisis químico Q4 TASMÁN, **b)** Espectrometría de chispa en acero de baja densidad.

3.2 Medición de densidad.

3.2.1 Picnometría de helio.

La medición de la densidad por picnometría de helio se realizó en el picnómetro de helio AccuPyc 1330 V3.03, como se observa en la **Figura 3.3** el cual fue capaz de medir el volumen real de la aleación. Este equipo se basa en la técnica de desplazamiento de gas y en la Ley de Boyle. Se utilizó Helio ya que es un gas inerte que además penetra en poros muy finos (hasta 2 Å). Por lo tanto, permitió una medida muy precisa del volumen real, de acuerdo a la norma ASTM D5550-06 [105].



Figura 3.3 Modelo: AccuPyc 1330.

3.3 Predicciones mediante JMatPro.

El software JMatPro es un paquete de programas basado en cálculo de diagramas de fase (CalPhaD) y otros modelos los cuales permitieron determinar propiedades termo-físicas (densidad, viscosidad, entre otras) y termodinámicas (calor latente, entalpia, fracción solido, entre otras). Este programa, es ampliamente utilizado en la industria del acero, así como en el cálculo de propiedades de material para su uso en análisis de elemento finito (simulación de procesos de fundición, formado y tratamientos térmicos).

3.3.1 Diagramas de equilibrio/metaestables y transformación.

Mediante el programa JMatPro se calcularon diagramas de equilibrio y metaestables mediante el módulo de solidificación, diagramas TTT y CCT mediante el módulo de transformación de fase, cálculo de isopleas en función de la temperatura y del porcentaje en peso del Mn, Al y C, distribución de fases a temperaturas bajo condición de envejecimiento, 450, 550 y 650 °C, respectivamente. Todos estos diagramas fueron calculados bajo la composición química del acero, tamaño de grano austenítico promedio y tasa de enfriamiento.

3.3.2 Propiedades termo-físicas.

En la **Tabla 3.2** se presentan algunas de las propiedades termofísicas generales del acero bajo estudio que fueron obtenidas mediante el programa JMatPro, las cuales fueron empleadas para realizar las predicciones en el programa ProCast.



Tabla 3.2 Propiedades termofísicas para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.

Temperatura	Coefficiente de expansión térmica (K)	Conductividad térmica (W/m·K)	Entalpía (J/g)	Calor específico (J/g·K)	Calor latente (KJ/K)
25 °C	25.76×10^{-6}	19.60	0.63	0.64	300

3.4 Predicciones mediante ProCast.

El software Pro-CAST forma parte de una paquetería comercial basada en el método de elementos finitos (MEF) para simular procesos de solidificación. Dentro de sus alcances permite la simulación de la solidificación del metal líquido, del transporte de calor (flujo de calor), flujo de fluidos (flujo del metal líquido) incluyendo el llenado del molde y modelado de defectos incluyendo porosidad por solidificación y por atrapamiento de gases, etc.

El programa está organizado a través de un módulo gestor (administrador) de manejo, el cual es capaz de llamar a los diferentes módulos especializados, como lo son: MeshCAST (generador de malla), ProCAST (pre-procesador en conjunto con la base de datos), DataCAST/ProCAST (código de solución o solucionador) y VisualCAST (pots-procesador o visor de resultados).

Así, la manera más apropiada de abordar y corroborar las condiciones de solidificación es a través de la realización de aproximaciones numéricas realizadas mediante el empleo del método de elemento finito (FEM, Finite Element Method), usando el programa comercial ProCast.

Esta paquetería de simulación permite realizar cálculos que implican un cambio de fase en conjunto con fenómenos de transferencia de calor, específicamente, el cambio de fase líquida a sólida. El modelo para los 3 volúmenes (material, lingotera y base) fue creado en el programa SolidWorks (ver **Figura 3.4**).

El conjunto de lingotera terminada fue creado en el módulo de ensamblaje del programa de SolidWorks. Posteriormente fue exportado al programa ProCast en formato (.IGS) para el reconocimiento del modelo.

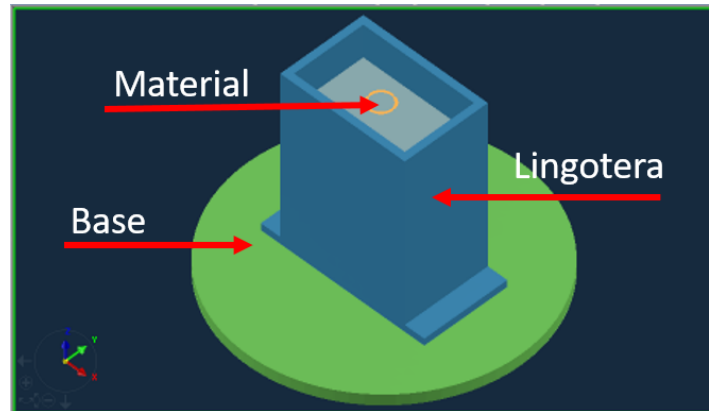


Figura 3.4 Modelo importado del programa SolidWorks.

El procesamiento para la predicción de distribución de la temperatura, fracción sólida, tiempo de solidificación, velocidades de enfriamiento, porcentaje de contracción y rechupe se llevó a cabo en las siguientes etapas:

1. Mallado.

Para realizar el mallado de los volúmenes correctamente es necesario:

- Verificar geometría
- Ensamblar volúmenes (*Reconocimiento de volúmenes*)
- Computar volúmenes (*Evitar la creación de otro volumen*)
- Mallado en 2D (Tipo de *mallado en los 3 volúmenes*)
- Mallado en 3D (*Convertir a elemento finito, FE*) (**Figura 3.5**)

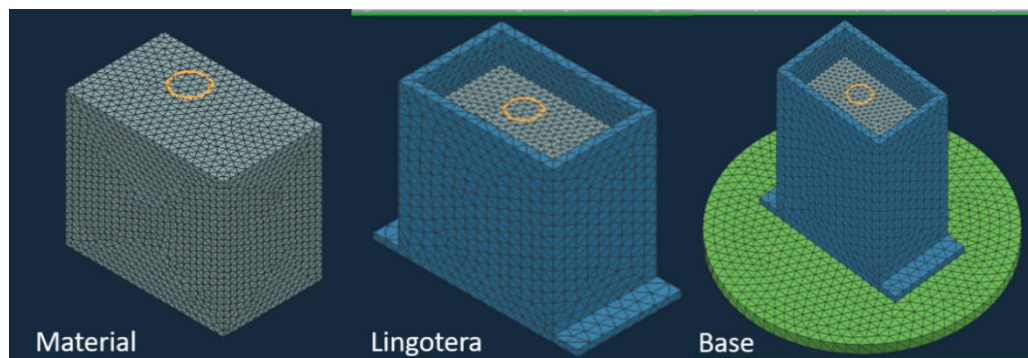


Figura 3.5 Mallado 3D del modelo para los 3 volúmenes (material, lingotera y base).

La **Figura 3.6** muestra la lingotera colocada en la base dentro del horno de inducción al vacío ubicado en el Laboratorio de Fundición del IIMM-UMSNH, (**Figura 3.6**)

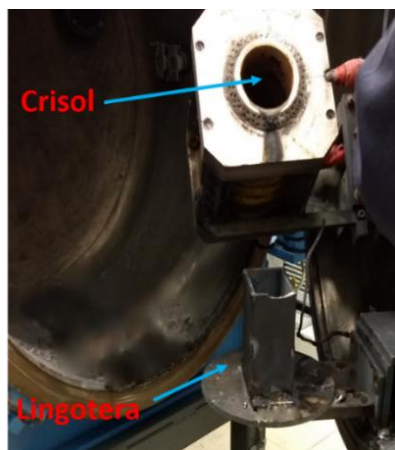


Figura 3.6 Lingotera dentro de horno de inducción al vacío.

2. Vaciado.

En esta etapa se alimentaron las propiedades termo-físicas y composición química del acero Fe-Mn-Al-C microaleado con Ti/B. A continuación, se indica el procedimiento para realizar el vaciado del material a la lingotera:

- Seleccionar las propiedades del material** (*Tipo de material, porcentaje inicial sólida de cada volumen, temperatura inicial antes de vaciar*).
- Seleccionar tipo de aleación del producto terminado** (*Buscar en biblioteca de ProCast*) o en caso de no existir la aleación se deberá editar un material similar que esté disponible en la biblioteca. *Tal es el caso de esta aleación.*
- Condición del proceso** (Agregar “Heat” o “Inlet”): En esta sección se agregan las entradas y salidas de la transferencia de calor de todo el modelo, así como la temperatura que entra al sistema (*Inlet*) o el enfriamiento que sale del sistema (*Heat*).

3. Alimentación de propiedades termo-físicas al programa ProCast.

En la **Tabla 3.3** se presentan las propiedades termo-físicas y termodinámicas para la correcta simulación las cuales fueron obtenidas por el programa JMatPro.

Tabla 3.3. Algunas propiedades termo-físicas para la simulación en ProCast en el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.

Temperatura (K)	Conductividad térmica (W/mK)	Calor específico (J/gK)	Entalpia (J/g)	Densidad (g/cm ³)
1843 (1600 °C)	41.60	0.8771	0.87	5.55
1628 (1355 °C)	37.13	0.8255	2.99	5.75
1518 (1245 °C)	35.42	0.7495	0.74	6.16
293 (25 °C)	19	0.6383	0.63	6.82

4. Condiciones frontera para el vaciado del material.

En esta etapa se indican las condiciones frontera empleadas para la simulación en ProCast (ver **Tabla 3.4**). Cabe mencionar, que las temperaturas de solidus, liquidus y de colada son seleccionadas automáticamente del acero que fue editado, se debe tener mucho cuidado al momento de editar el material seleccionado desde la biblioteca del programa, ya que al estar en rangos de temperaturas de liquidus a solidus se deberá incluir el porcentaje de fase respectivo a cada temperatura.

Tabla 3.4 Condiciones frontera para la simulación en ProCast.

Descripción	Valor
Temperatura de solidus, T_L	1355 °C
Temperatura de liquidus, T_S	1245 °C
Temperatura de colada	1600 °C
Inlet: (Punto de vaciado) <i>Casting</i>	Temperatura: 1600°C – k/s
	Área: 167.85 mm ³
Heat 1: (Extracción de calor) <i>Lingotera</i>	Temperatura: Enfriamiento al aire
	Área: 74907.14 mm ³
Heat 2: (Extracción de calor) <i>Base Horno-Lingotera</i>	Temperatura: Enfriamiento al aire
	Área: 94490.48 mm ³
Heat 3: (Extracción de calor) <i>Casting</i>	Temperatura: Enfriamiento al aire
	Área: 6451.60 mm ³

5. Presentación de resultados.

En esta sección se pueden apreciar los resultados de los perfiles térmicos, tiempo de solidificación y porcentaje de fracción sólido, contracción y rechupe). Generando los diferentes perfiles de temperatura y porcentaje conforme el proceso de llenado ocurre dentro del modelo. Además, este programa tiene la opción de realizar cortes transversales dentro del modelo y observar los fenómenos que suceden en vista transversal adicionando la colocación de termopares en los puntos importantes que sucedan las diferentes velocidades de enfriamiento.

6. Colocación de termopares

El programa ProCast ofrece la opción de colocar 9 termopares en diferentes lugares del modelo, mediante coordenadas cartesianas, cada termopar colocado se registra con un número de nodo al azar que ofrece el programa el cual debe ser identificado por el usuario para no perder la ubicación. En este caso se colocaron los 9 termopares a media altura del material hacia la pared del molde con el fin de poder determinar las diferentes velocidades de enfriamiento en función de la temperatura y el tiempo, (ver **Figura 3.7**).

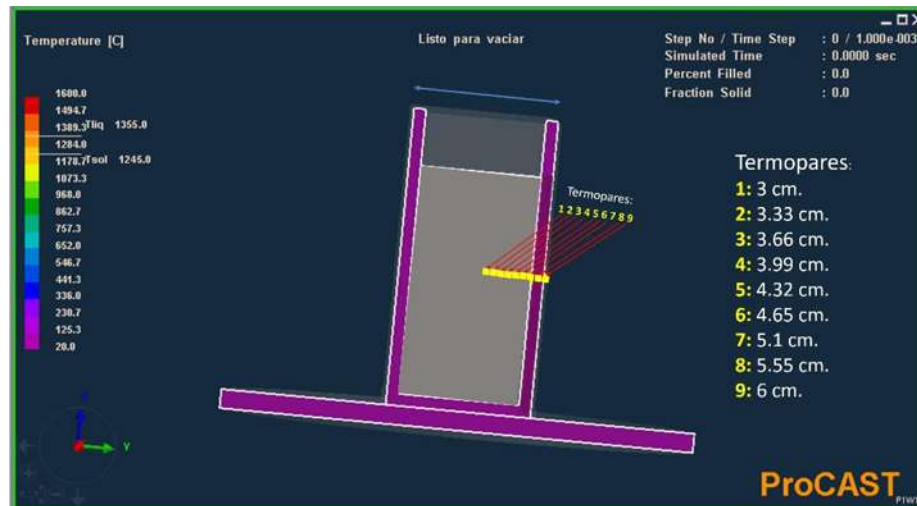


Figura 3.7 Asignación de termopares a distintas distancias (3-6 cm) centro-pared del molde.

7. Sincronización del vaciado del material con termopares

En esta etapa se realiza la sincronización con respecto a las velocidades de enfriamiento y el llenado del material a las diferentes distancias en que fueron colocados los termopares (**Figura 3.8**)

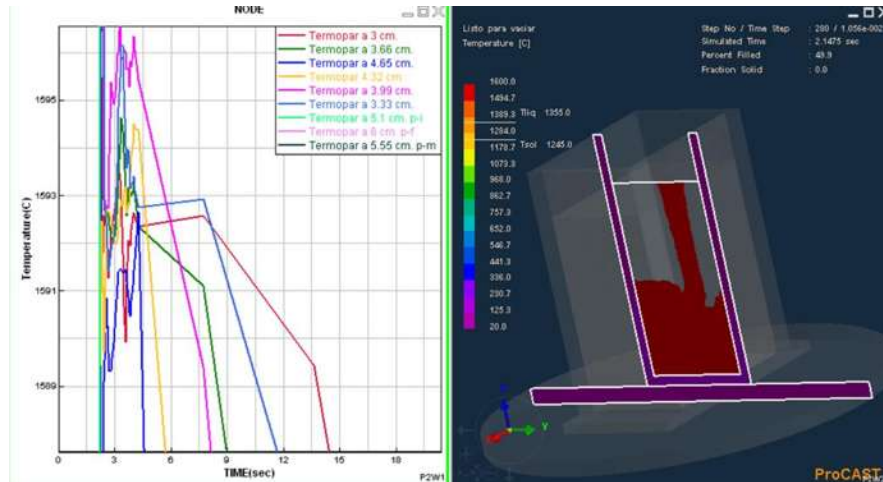


Figura 3.8 Sincronización y determinación de velocidades de enfriamiento en función del llenado del material.

3.4.1 *Velocidad de enfriamiento.*

El objetivo de la determinación de las velocidades de enfriamiento es conocer el tipo de microestructura desarrollada durante la solidificación y de esta manera poder predecir sus propiedades físicas y mecánicas.

Para determinar las velocidades de enfriamiento es necesario exportar los valores arrojados por el programa ProCast del módulo “Viewer” al programa de OriginPro y observar muy cuidadosamente los diferentes puntos de la curva simulada, detectando las líneas de liquidus y solidus y las velocidades de enfriamiento hasta temperatura ambiente. Una vez lograda la identificación de las partes más importantes de la curva de enfriamiento se determinaron las velocidades de enfriamiento en función de la temperatura y tiempo.

3.4.2 *Distribución de temperaturas.*

Este es un punto importante dentro del proceso de fundición pues es un factor del que dependerá de las propiedades finales de la pieza solidificada. Los fenómenos físico-químicos que resultan de la solidificación influyen directamente en la generación de defectos como porosidades. La microestructura final de la pieza dependen en gran medida de la distribución de temperaturas.

En la solidificación el intercambio de calor se produce en mayor medida mediante convección y conducción en las zonas en las que el molde está en contacto con el medio ambiente o en las que el metal aún no se ha solidificado, y en menor medida por radiación para las partes no cubiertas por el molde. Las distribuciones térmicas están directamente influenciadas por las características de forma de la pieza que producen desviaciones de las condiciones de superficie plana.

La **Figura 3.9** muestra las diferentes zonas para distribuciones de temperaturas en función del tiempo correspondientes entre el metal y el molde (ΔT_2), y entre el molde y el medio ambiente (ΔT_1). La magnitud de estos gradientes de temperaturas depende fundamentalmente de la aleación pues influirán las tensiones superficiales y posibilidad de generación de óxidos, posibles escorias e inclusiones.

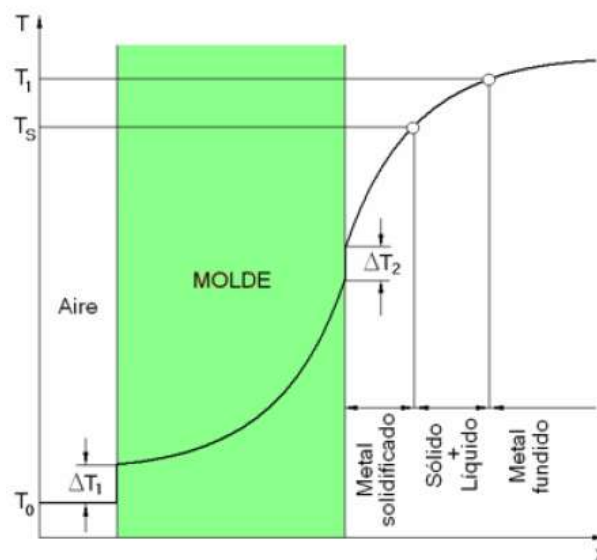


Figura 3.9 Distribución de temperatura en función del tiempo [106].

Por lo tanto, la simulación mediante ProCast permitió obtener distribuciones de temperatura en el tiempo y a diferentes posiciones de la fusión del material, esto con la finalidad de predecir la microestructura del material aunado con la determinación de las velocidades de enfriamiento.

3.5 Tratamiento de acondicionamiento microestructural.

3.5.1 Tratamiento térmico de homogenizado.

El objetivo del tratamiento térmico de homogenizado es destruir la estructura dendrítica existente, disminuir la segregación química originada por el proceso de solidificación heterogénea. En la **Figura 3.10**, se muestra el ciclo térmico para el tratamiento de homogenizado, donde se observan 3 diferentes velocidades de calentamiento, así como los diferentes tiempos de permanencia. El objetivo de realizar la permanencia a 600°C es para dar tiempo suficiente de disolver los carburos kappa y evitar esfuerzos térmicos.

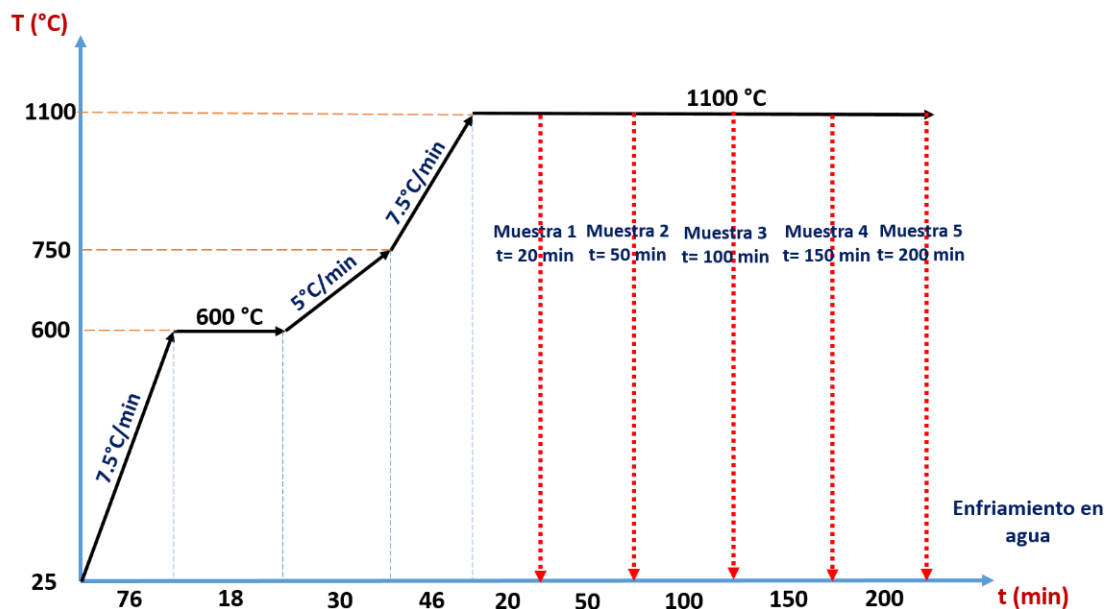


Figura 3.10 Ciclo de tratamiento térmico de homogenizado en función de la temperatura y tiempo (20, 50, 100, 150 y 200 min) para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.

Además, se realizaron 5 diferentes tiempos de homogenizado con la finalidad de analizar la evolución del tamaño de grano austenítico en función del tiempo y temperatura. Este tratamiento fue realizado en horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE (ver **Figura 3.11**).



Figura 3.11 Tratamiento térmico de homogenizado en horno RHF 1500 CARBOLITE.

3.5.2 Tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

El ciclo de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente se muestra en la **Figura 3.12**. Las muestras fueron recubiertas con pintura de zirconia para evitar la oxidación. Una vez alcanzada la temperatura y tiempo de permanencia las muestras fueron laminadas en un laminador reversible T.J. Pigott-Engineers modelo 6559102 con capacidad de 50 ton hasta alcanzar una reducción de 76%. Luego de la laminación se realizó un enfriamiento en horno apagado con la finalidad de relajar los esfuerzos producto de la deformación plástica (ver **Figura 3.13**).

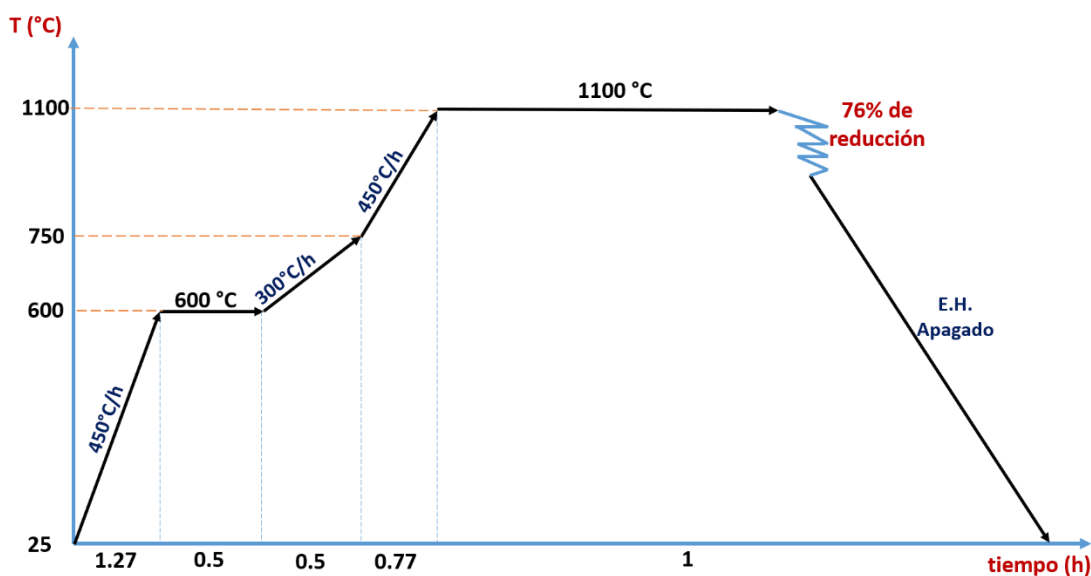


Figura 3.12 Ciclo de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.

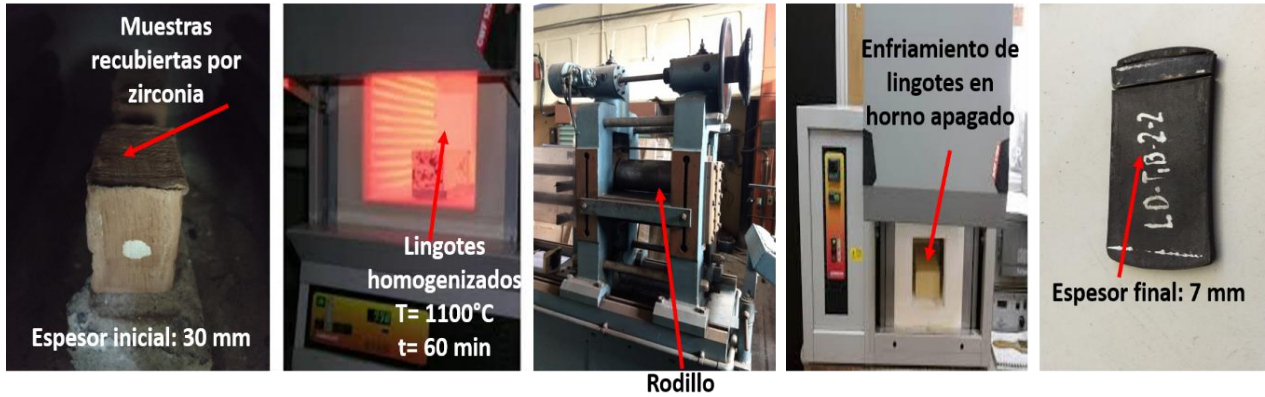


Figura 3.13 Proceso del tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

En la **Tabla 3.5**, se muestran los parámetros del proceso de laminación para el acero de baja densidad microaleado con Ti/B.

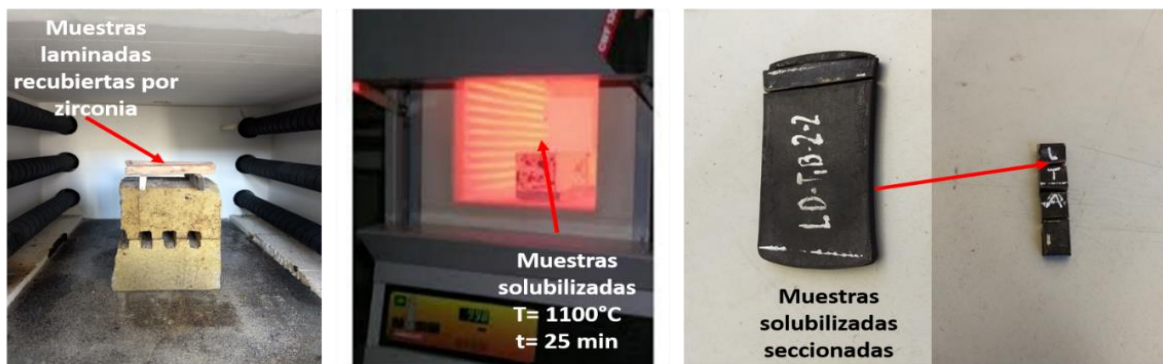
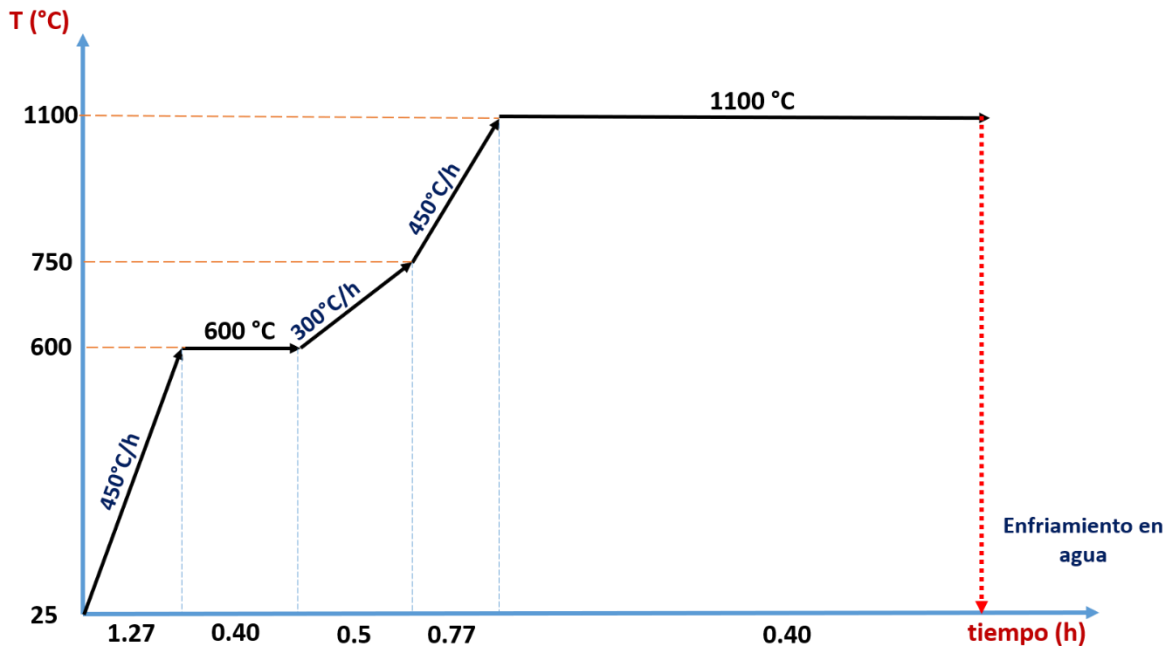
Tabla 3.5 Parámetros del proceso de laminación en caliente.

Lingote	No. Pasadas	Temp. inicial (°C)	Temp. Final (°C)	Tiempo (seg)	Espesor inicial (mm)	Espesor Final (mm)	Reducción de área (%)
					E	E	
1	36	1100	880	70	30	7	76
2	36	1100	886	64	30	7	76

3.5.3 Tratamiento térmico de solubilizado.

Para este tratamiento se sometieron muestras manteniendo temperatura y tiempo constante, seguido de un enfriamiento acelerado (ver **Figura 3.14**) en un horno de tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE (ver **Figura 3.15**).

Una vez obtenidas las muestras deformadas es necesario obtener una solución sólida sobresaturada en la aleación, con una cantidad sustancial de componentes endurecedores disueltos en la matriz que después serán forzados a precipitar mediante el tratamiento térmico de envejecimiento en la matriz austenítica en forma fina y distribuida uniformemente.



3.15 Proceso del tratamiento térmico de solubilizado.

2.5.4 Tratamiento térmico de envejecimiento.

Para este tratamiento se sometieron muestras manteniendo temperaturas y tiempos variables en horno de tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE (**Figura 3.16**). El objetivo de este tratamiento es el endurecimiento por precipitación que involucra la formación de finas partículas (precipitados de fase kappa) que actúan para bloquear el movimiento de las dislocaciones y así incrementar la resistencia del material.

En la **Figura 3.17** se muestra el ciclo de tratamientos térmicos de envejecimiento realizados a diferentes temperaturas (450, 550 y 650 °C) y tiempos (6, 12, 24, 36 y 48 hrs) del acero bajo estudio.



3.16 Proceso del tratamiento térmico de envejecimiento.

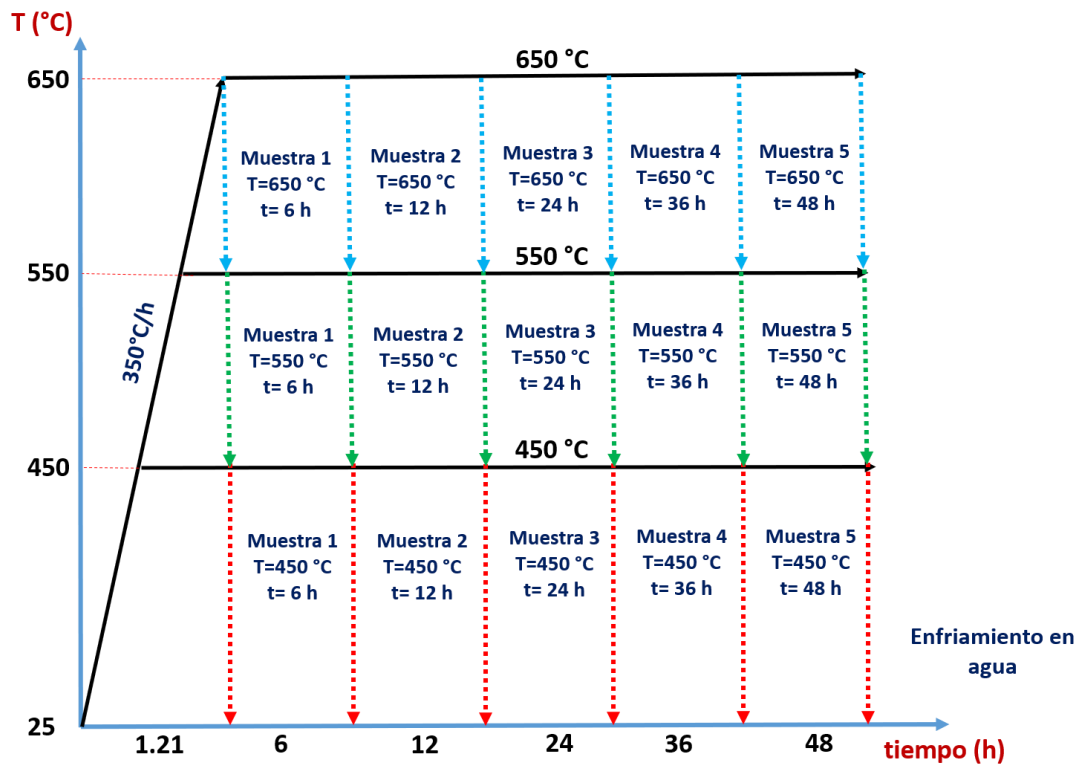


Figura 3.17 Ciclo de tratamiento térmico de envejecimiento para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B.

3.6 Caracterización metalográfica

Mediante el análisis metalográfico se puede conocer las características estructurales o constitutivas de un metal o aleación relacionándolas con las propiedades físicas y mecánicas.

Entre las características estructurales están el tamaño de grano, morfología y distribución de las fases que comprenden la aleación y de las inclusiones no-metálicas, así como la presencia de segregaciones y otras irregularidades que pueden modificar las propiedades mecánicas y el comportamiento general de un metal. El método de preparación de muestras metalográficas se basó en la norma ASTM E 3 [107].

3.6.1 Preparación metalográfica.

Para la preparación metalográfica de muestras en las diferentes condiciones de tratamiento térmico y termo-mecánico se utilizaron muestras de 1 cm^3 . Las diferentes etapas de la preparación fueron las siguientes:

Lijado grueso: Su objetivo fue eliminar la superficie de la muestra que fue deformada por el proceso anterior, lográndose un solo plano de pulido para las etapas posteriores. Se utilizaron lijas de SiC de grano grueso (80-320 granulometría). **Lijado fino:** Es la etapa final del lijado. El procedimiento es igual al anterior con lijas de SiC de grano fino (400 a 1500 granulometría). **Pulido con paño fino:** El pulido fino se realizó con pasta de diamante desde 9 a 0.1 micras utilizando paños especiales adicionando pequeñas proporciones de lubricante para pasta de diamante (ver **Figura 3.18**), siendo colocados en platos giratorios en el equipo de pulido Spectrum System 1000 LECO a una velocidad de 150 rpm aplicando una fuerza muy suave.



Figura 3.18 Diferentes etapas de la preparación metalográfica de muestras. **a)** Pasta de diamante, **b)** Pasta de diamante en paño con lubricante, **c)** Limpieza con alcohol, **d)** Secado con aire frío.

3.6.2 Ataque químico.

Los ataques para revelar la microestructura se llevaron a cabo con diferentes reactivos dependiendo de la condición del material, tal como se muestra en las **Tablas 3.6 y 3.7**.

Como los cristales de un metal tienen usualmente distintas orientaciones, los cristales adyacentes se disuelven por la solución de ataque a diferentes profundidades. Por lo tanto, el ataque químico se contrastará en los límites de grano.

Tabla 3.6 Resumen de ataques químicos realizados para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B en condición de solidificación, homogenizado, laminado en caliente y solubilizado.

CONDICION	REACTIVO	TIEMPO	LIMPIEZA
Solidificación	Nital-5%	60 seg	Alcohol + Aire frio
Homogenizado			
Laminado en caliente	Nital-5%	120 seg	
	Solución Verage-2%	20 seg	
Solubilizado	Nital-5%	180 seg	
	Solución Verage-2%	20 seg	

El ataque químico con la solución Verage ($H_2O+HCl+K_2O_5S_2$) es un reactivo bastante agresivo el cual se utilizó en la muestra deformada en caliente por el alto grado de energía generada en las muestras deformadas en caliente para revelar en alto contraste los granos deformados y recristalizados.

Tabla 3.7 Resumen de ataques químicos realizados para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B en condición de envejecido.

CONDICION	REACTIVO	TIEMPO	LIMPIEZA
T=450°C, t=6-48 hrs	Nital-5%	240 seg	Alcohol + Aire frio
T=550°C, t=6-48 hrs		75 seg	
T=650°C, t=6-48 hrs		90 seg	

3.6.3 Microscopía óptica (LOM).

Las muestras pulidas y atacadas se analizaron por microscopio óptico de luz Nikon EPIPHOT 300 como el que se muestra en la **Figura 3.19**, el cual permitió observar las diferentes fases y/o zonas de la microestructura, así como su tamaño, forma y distribución. Mediante análisis de imágenes se determinó el tamaño de grano promedio, forma y distribución y en algunas muestras analizadas fue posible determinar la fracción volumétrica de fases presentes.



Figura 3.19 Modelo de equipo: Nikon EPIPHOT 300.

3.6.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB-EDS).

Las muestras se analizaron en microscopios electrónicos de barrido JEOL modelo JMS-6400 y FEG-SEM 7600F con detector EDS como los que se muestran en la **Figura 3.20**. Mediante esta técnica se observó la morfología de los granos en las diferentes zonas, distribución de fases y en general los cambios microestructurales generados durante el tratamiento térmico y termomecánico, particularmente la presencia de fase kappa en la condición de envejecimiento para temperaturas de 450 y 550 °C en un tiempo de 36 y 48 h.

Además, se detectaron nitruros de aluminio (AlN), sulfuros de manganeso (MnS), carbonitruros de titanio Ti(C,N) y otros precipitados complejos. Por otro lado, se realizaron EDS para cuantificar la composición química de diferentes zonas y corroborar las posibles fases existentes, mapeos químicos elementales con la finalidad de detectar las concentraciones de elementos en diferentes fases y detectar los precipitados formados por los elementos microaleantes.

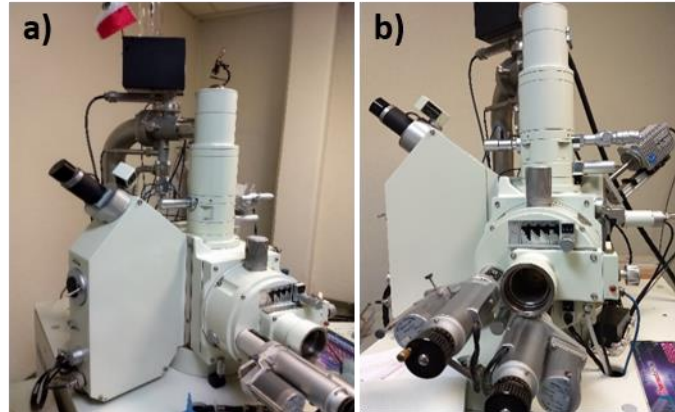


Figura 3.20 Microscopio electrónico de barrido: **a)** Modelo de equipo JEOL- JMS-6400, **b)** FEG-SEM 7600F.

3.6.4.1 Replica de carbono.

La extracción en réplicas de carbono es una técnica de caracterización ampliamente utilizada en ciencia de materiales. Gracias a las peculiaridades que ofrece el carbono, en forma de una fina película sobre una superficie de interés de aproximadamente 5 nm de espesor, tales como sus bajas señales de fondo (ruido) y su relativa buena conductividad eléctrica, permite la extracción de partículas desde la matriz, permitiendo el análisis de fases únicas sin la interferencia de electrones dispersados que ofrece la matriz en la cual están embebidas [73].

El objetivo de realizar replica de carbono fue para caracterizar los precipitados en condición de envejecimiento, en especial los carburos kappa a una temperatura de 550°C y 36h, en la cual se obtuvo la máxima dureza. Para este caso se realizó preparación metalográfica convencional con un ataque químico de nital al 5%, con un tiempo de 40 s, recubriéndose con una capa de carbono por un lapso de 9 s en un equipo de recubrimiento Cressington Carbon Cotaer modelo 108 (**Figura 3.21a-c**), con accesorio de evaporador de grafito.

Las condiciones de operación fueron las siguientes: 1) Vacío de 50 militorrs o menor, 2) Corriente de 40 o 50 Amperios, 3) Arco eléctrico constante y 4) Tamaño de punta del electrodo de 1 mm de diámetro y 4 mm de longitud. Una vez hecho el depósito, se separó la película por flotación en agua destilada. Finalmente, se hizo la recolección de los fragmentos de película en rejillas de cobre de 3 mm de diámetro para su análisis en MEB como se observa en la **Figura 3.22d-f**.

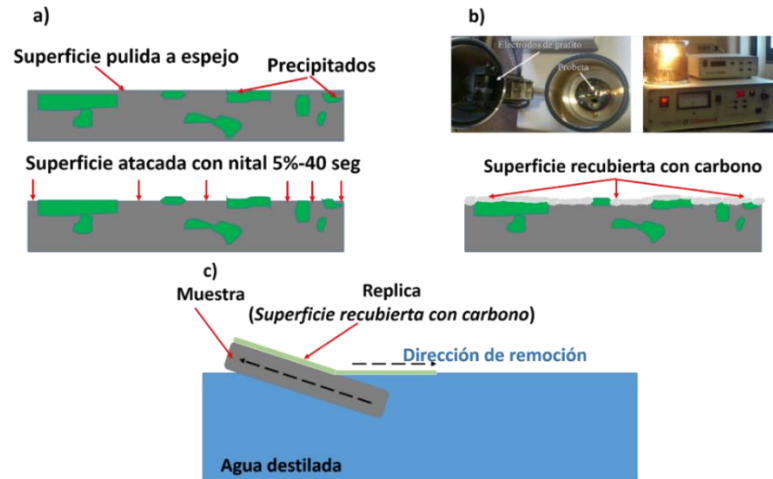


Figura 3.21 Extracción de precipitados por réplica de carbono para MEB: **a)** Preparación metalográfica y efecto del ataque químico, **b)** Equipo de recubrimiento de carbono y **c)** Remoción de película de carbono en agua destilada.

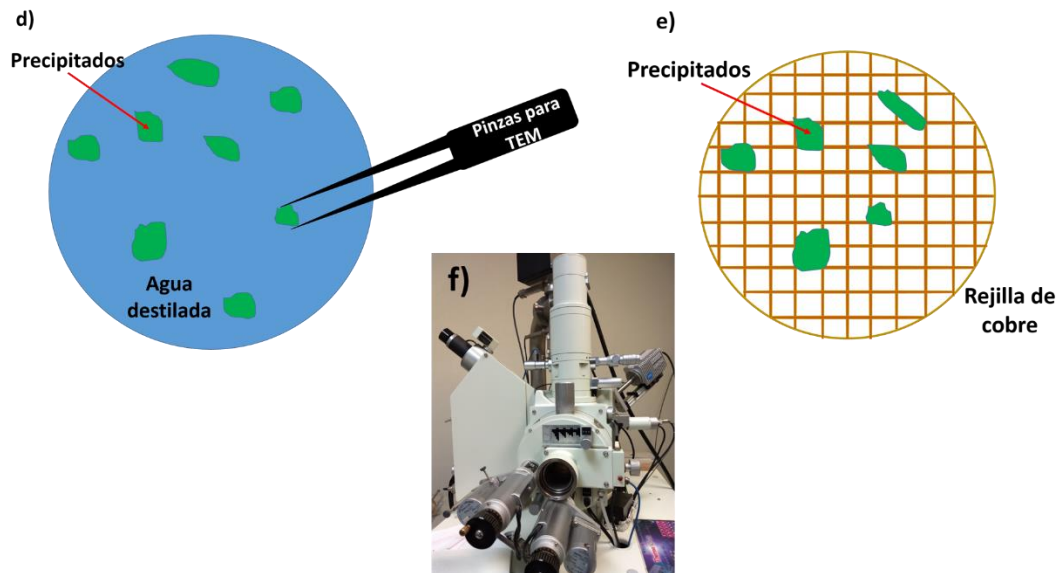


Figura 3.22 Extracción de especímenes por réplica de carbono para MEB: **d)** Recuperación de los precipitados flotados en agua destilada, **e)** Precipitados sobre rejillas de Cu y **f)** Microscopio electrónico de barrido FEG-SEM 7600F.

3.7 Caracterización mediante difracción de electrones retro-dispersados (EBSD).

3.7.1 Preparación de muestra.

Las muestras envejecidas de la aleación Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.016Ti-0.0056B usadas para la técnica de EBSD fueron: T=450-48h, T=550°C36h y T=650°C-48h, mismas que se seleccionaron en base a la más alta dureza generada durante el envejecimiento. Se realizaron cortes transversales en las muestras con disco de diamante (alta concentración) 9 mm x 7 mm x 5 mm. Posteriormente, se realizó una preparación metalográfica, haciendo uso de pastas de diamante desde 9 hasta 0.5 μm , seguida de un pulido más fino con suspensión de sílica coloidal con partículas abrasivas de 0.04 μm por un lapso de 1 h. Por último, las muestras se analizaron en el microscopio electrónico de barrido FEG-SEM 7600F con detector EBSD \bar{e} Flash HD. Las condiciones de operación utilizadas en los ensayos de EBSD se resumen en la **Tabla 3.8**.

La técnica de EBSD requiere las siguientes condiciones para óptima operación: **1)** El MEB, que permite el barrido de la muestra con un haz de electrones, **2)** Una cámara de detección de los patrones de difracción, **3)** Una pantalla de fósforo fluorescente plana cuyo ángulo sólido explorado con la muestra debe de ser 70-75° (ver **Figura 3.23**), **4)** El equipo propio de la técnica EBSD, el cual se puede dividir en tres unidades básicas (unidad para el procesamiento de las imágenes del EBSD, unidad de control de la interfaz y unidad de control de la cámara) y **5)** Una paquetería para la adquisición de datos y análisis de los mismos.

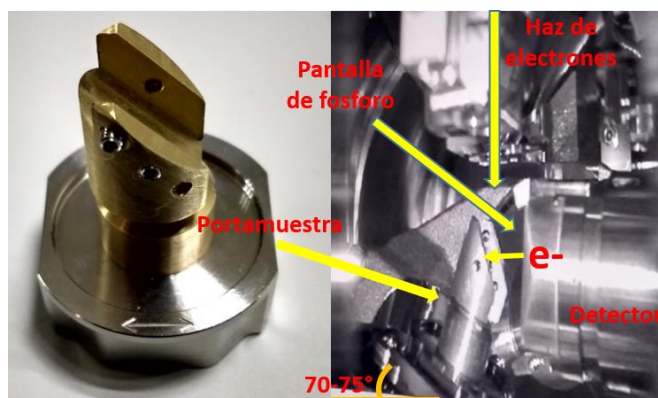


Figura 3.23 Representación esquemática del montaje de la muestra en MEB para análisis EBSD.

Tabla 3.8 Condiciones de operación para la técnica de EBSD.

Parámetro	Valor
Resolución	480000 (pixel)
Tamaño de mapa	43610 (μm^2)
Magnificación	500x
Temperatura de la cámara	55.8 ($^{\circ}\text{C}$)
Tiempo de operación	57 (min)
Tiempo de exposición	7 (ms)
Voltaje	15 (kv)
Distancia de trabajo	20 mm
Vacío	9.6 E-5 Pa
Inclinación del detector	4.15 $^{\circ}$
Cero soluciones	0.218%

3.7.2 Post-procesamiento.

Para la adquisición, manipulación y análisis de los datos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) se utilizó el programa Bruker Sprit 2.1 el cual permite la construcción de mapas de orientación, análisis de texturas, identificación de fases, análisis del tamaño de grano, caracterización de límites de grano y misorientación.

Para poner en funcionamiento el programa Sprit 2.1 es necesario cargar el archivo con la extensión (.bcf), y enseguida iniciar el post-procesamiento en la pestaña del programa ajustando un mínimo de 5 bandas indexadas y un desajuste de banda de 1.8 $^{\circ}$, lo cual permitirá limpiar las zonas no indexadas. Cabe mencionar que el pulido es el punto clave para obtener la más alta asertividad durante el procesamiento y obtener mapas de alta calidad y obtener un porcentaje del 0.02% de cero soluciones.

El programa Sprit 2.1 permitió generar mapas de textura, estadística, distribución de misorientación, spot mode (líneas de Kikuchi) y mapas ODF, como se muestra en la **Figura 3.24**.

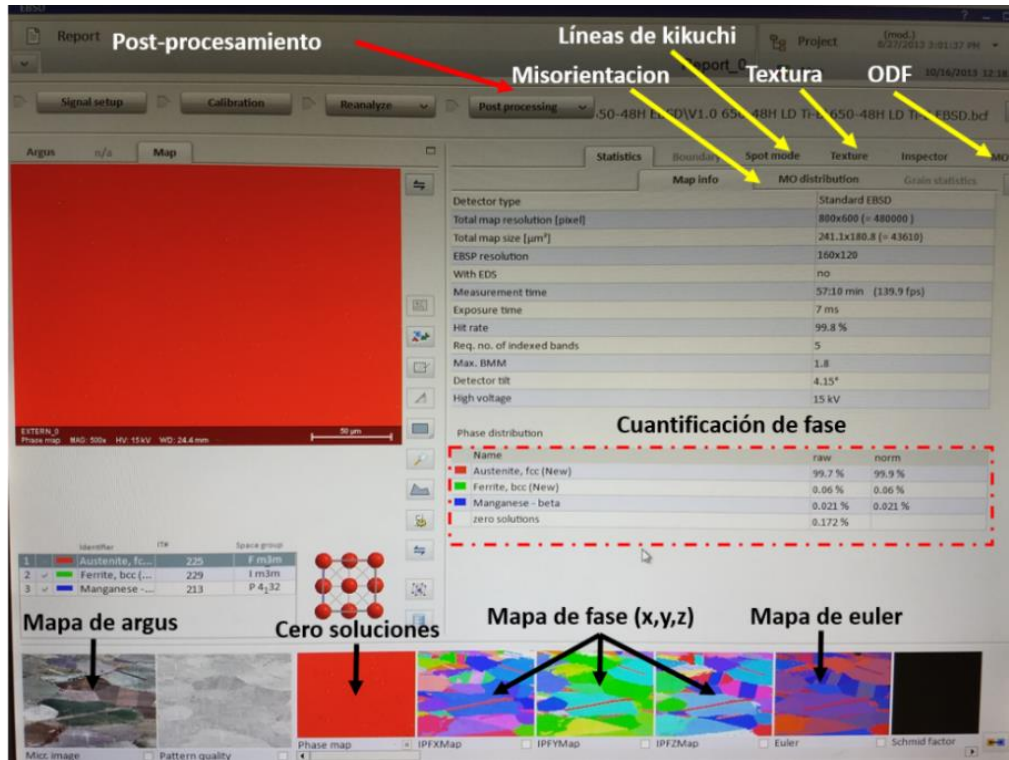


Figura 3.24 Post-procesamiento mediante programa Sprit 2.1.

3.8 Caracterización estructural.

La caracterización estructural se realizó por medio de difracción de rayos-X, buscando identificar las diferentes fases presentes del sistema Fe-Mn-Al-C: ferrita- α , austenita- γ y kappa, las cuales varían en función del tratamiento térmico y termo-mecánico.

3.8.1 Difracción de rayos-X (DRX).

Los análisis de difracción de rayos-X se realizaron en el difractómetro modelo D8 Advance Bruker como el que se muestra en la **Figura 3.25** con muestras pulidas con pasta de diamante de 6 micras.

El rango de barrido (2θ) fue de 20° - 120° , radiación de $\text{Cu K}\alpha$, tipo de ensayo de $\theta/2\theta$, incrementos de 0.02 y velocidad de paso de 4 s.

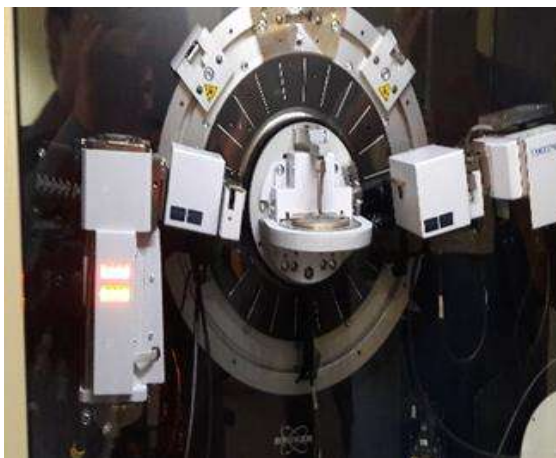


Figura 3.25 Difractometro modelo D8 Advance Bruker.

La identificación de planos cristalográficos se realizó en base a la literatura de acuerdo al sistema Fe-Mn-Al-C ya que no se cuenta con una base de datos para dicho sistema. En las **Tablas 3.9-3.14**, se presenta una recopilación de las diferentes fases presentes para el sistema Fe-Mn-Al-C.

Tabla 3.9 Ángulos de difracción para fase austenita- γ correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.

Fase	Angulo de difracción (2θ)	Parámetro de red (\AA)	(h, k, l)	Sistema	Referencia
Austenita (γ)	42.37	2.133	111	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	49.33	1.847	200	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	72.33	1.306	220	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	42	-	111	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	72	-	220	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	87	-	311	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	93	-	222	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	42	-	111	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]
	49	-	200	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]

Tabla 3.10 Ángulos de difracción para fase ferrita- α correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.

Fase	Angulo de difracción (2θ)	Parámetro de red (Å)	(h, k, l)	Sistema	Referencia
Ferrita (α)	44.04	2.056	110	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	64.04	1.454	200	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	44	-	110	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	64	-	200	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	81	-	211	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	98	-	220	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	44	-	110	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]
	115	-	113	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]

Tabla 3.11 Ángulos de difracción para fase kappa correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.

Fase	Angulo de difracción (2θ)	Parámetro de red (Å)	(h, k, l)	Sistema	Referencia
Carburo Kappa (κ)	23.89	3.725	100	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	34.04	2.634	110	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	55.13	1.666	210	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	71.66	1.317	220	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	41.5	-	111	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	44.5	-	200	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	71.5	-	220	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	86	-	311	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	92	-	222	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	34	-	110	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	75	-	300	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	24	-	100	Fe-31.4Mn-11.4Al-0.89C	[112]
	34	-	110	Fe-31.4Mn-11.4Al-0.89C	[112]
	23.5	-	100	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]
	41.5	-	111	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]
	47.5	-	200	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]
	73	-	220	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]
	89	-	311	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]
	95	-	222	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]
	136	-	331	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]
143	-	420	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]	



Tabla 3.12 Ángulos de difracción para fase DO₃ correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.

Fase	Angulo de difracción (2θ)	Parámetro de red (Å)	(h, k, l)	Sistema	Referencia
Fase Tipo DO₃	27	-	111	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	31	-	200	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	53	-	311	Fe-28Mn-12Al-1C	[109]
	31	-	200	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	55	-	222	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	27	-	111	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	52	-	311	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	43	-	220	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]
	31	-	200	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]
	53	-	311	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]
	126	-	226	Fe-26.3Mn-4.13Al-0.05C-4.88Si	[110]

Tabla 3.13 Ángulos de difracción para fase B₂ correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.

Fase	Angulo de difracción (2θ)	Parámetro de red (Å)	(h, k, l)	Sistema	Referencia
Fase Tipo B₂	31	-	100	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	55	-	111	Fe-27Mn-12Al-0.8C	[78]
	43	-	110	Fe-28Mn-8.5Al-1-C-1.25Si	[111]

Tabla 3.14 Ángulos de difracción para fase Mn-β correspondientes al sistema Fe-Mn-Al-C.

Fase	Angulo de difracción (2θ)	Parámetro de red (Å)	(h, k, l)	Sistema	Referencia
Manganeso Beta (Mn-β)	24.55	3.625	111	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	31.86	2.808	210	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	45.68	1.986	310	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	48.05	1.893	311	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	52.54	1.742	320	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	54.69	1.678	321	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	60.81	1.523	410	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	62.77	1.480	330	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	66.60	1.404	420	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	77.50	1.232	510	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	79.27	1.209	511	Fe-30Mn-9Al-0.9C	[24]
	24.8	-	111	Fe-31.4Mn-11.4Al-0.89C	[112]
	31.8	-	210	Fe-31.4Mn-11.4Al-0.89C	[112]
	40.5	-	220	Fe-31.4Mn-11.4Al-0.89C	[112]
	54.3	-	320	Fe-31.4Mn-11.4Al-0.89C	[112]



3.9 Microscopía electrónica de transmisión (MET) mediante capa fina.

La técnica de capa fina tiene el propósito de identificar precipitados de tamaño nanométrico en campo claro, así como conocer su distribución y morfología. Para este estudio se seleccionó la muestra de 550 °C y 36 h de envejecimiento, la cual presentó la más alta dureza.

Cabe señalar que la mayoría de los estudios realizados para este tipo de aleaciones del sistema Fe-Mn-Al-C su enfoque primordial para el análisis del carburo kappa se centra en estudios por microscopía electrónica de transmisión, ya que es un carburo de aproximadamente de 70 nm con morfología cuboidal [24]. Por otro lado, es importante señalar que el material bajo estudio está microaleado con Ti y B los cuales son formadores de carburos y nitruros [73]. Es bien sabido que el boro se encuentra en solución sólida y formando precipitados, pero al estar en cantidades muy baja (56 ppm), es difícil su localización.

3.9.1 Preparación de muestra.

Las muestras preparadas para capa fina se seccionaron transversalmente (corte con disco de diamante) hasta obtener una lámina de aproximadamente 1 mm de espesor, llevándolas por medio de desbaste fino hasta un espesor de 60 μm, posteriormente, se extrajeron por punzonado discos 3 mm y se procedió a desbaste fino hasta lograr un espesor de 38-32 μm.

El electro-pulido se realizó con una solución de 10% ácido perclórico y 90% metanol a una temperatura de -20°C y voltaje de 18 V. Para la obtención de imágenes en alta resolución (HRTEM) se utilizó un microscopio electrónico de transmisión (MET) marca PHILIPS TECNAI F20 (ver **Figura 3.26**) operado a 200 kV con platina de inclinación de $\pm 30^\circ$ y análisis mediante campo claro. Por otro lado, para determinar los parámetros de red de los precipitados analizados, se llevó a cabo la técnica de alta resolución (HRTEM).



Figura 3.26 Procedimiento para la obtención de imágenes en alta resolución (HRTEM).

3.9.2 Procesamiento de imágenes mediante Digital Micrograph.

El post-procesamiento de la información obtenida mediante HRTEM se realizó empleando la paquetería comercial de análisis microscópico GATAN-TEM (ver **Figura 3.27**) para los patrones de difracción obtenidos en cada análisis de precipitados y, mediante la transformada rápida de Fourier, FFT (Fast Fourier Transform, por sus siglas en inglés) fue posible realizar las mediciones interplanares.

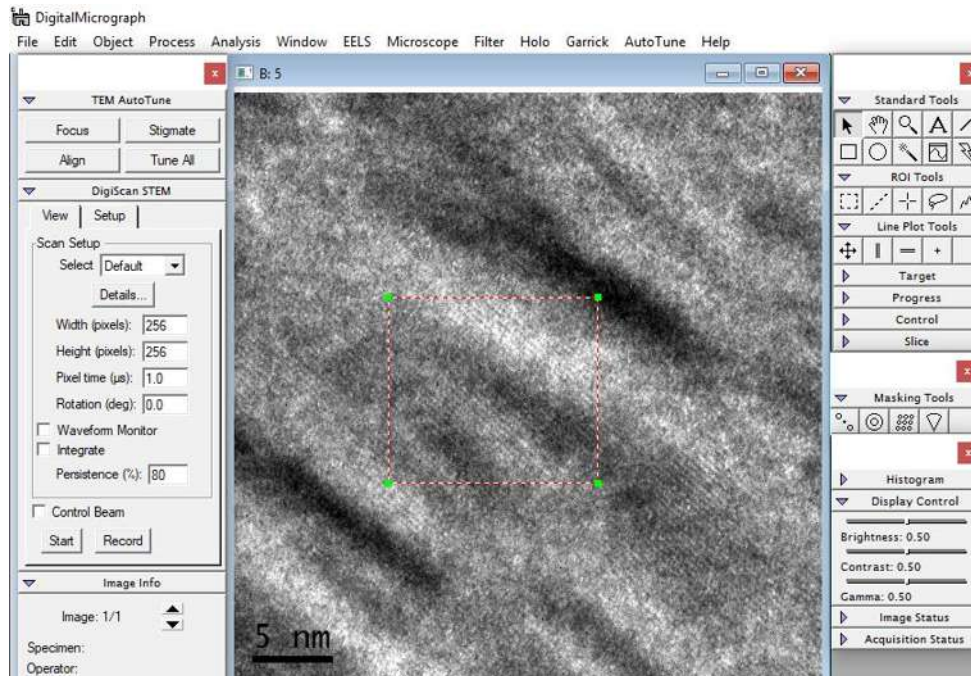


Figura 3.27 Mediciones interplanares en alta resolución mediante Gatan-TEM.

3.10 Caracterización mecánica.

La determinación de dureza se llevó a cabo de acuerdo a la norma ASTM E384 [108]. El propósito principal de realizar este ensayo fue determinar las variaciones de dureza (resistencia) durante los diferentes tratamientos térmicos y termo-mecánicos a los que fue sometido el acero de baja densidad bajo estudio.

3.10.1 Microdureza Vickers.

El ensayo consistió en hacer una huella sobre la superficie de una muestra con un penetrador en forma de pirámide de base cuadrada con un ángulo de 136° entre las caras opuestas, y medir las diagonales de dicha huella después de quitar la carga.

La carga aplicada para las indentaciones fue de 1 kgf (HV) en el equipo Wilson Hardness Tukon 1102 el cual se muestra en la **Figura 3.28**, el tiempo de aplicación de la carga fue de 10 a 15 s para cada una de las muestras.

La distancia entre centros de huella fue de $2\frac{1}{2}$ d. La carga debe ser perpendicular a la huella. La manera en que se realizaron las huellas fue mediante el método de indentación lineal en dirección transversal permitiendo obtener una mejor homogeneidad de resultados. Por otro lado, para evitar mediciones de indentación erróneas se mantuvieron 500 micras de separación entre cada una. Obteniéndose un total de 25 indentaciones reportándose el valor promedio de cada muestra.



Figura 3.28 Microdurómetro Wilson Hardness Tukon 1102.

Capítulo IV: Resultados y discusión.

En este capítulo se discuten los resultados obtenidos mediante espectrometría de chispa (análisis químico), picnometría de helio (medición de densidad), predicciones mediante JMatPro (diagramas de equilibrio, isopletas, distribución de fases), predicciones mediante ProCast (velocidad de enfriamiento), microscopía óptica (tamaño de grano e identificación de fases), electrónica de barrido (morfología, identificación de partículas y EBSD), electrónica de transmisión (alta resolución), difracción de rayos-X (identificación de fases) y microdureza Vickers (dureza).

4.1 Análisis químico.

La composición química del acero de baja densidad bajo estudio se presenta en la **Tabla 4.1**.

Tabla 4.1 Análisis químico del acero de baja densidad bajo estudio determinado por espectrometría de chispa y MEB-EDS.

Fe	Mn	Al	C	P	S	Ti	B	Nb	N
64.37	27.3	7.0	1.2	0.012	0.001	0.019	0.0053	0.0205	0.005

Es importante mencionar que fue detectada la presencia del elemento Nb en la composición química del acero, el cual también se puede considerar como elemento microaleante. En este caso el Nb proviene de una contaminación del crisol durante la fusión del material.

4.2 Predicciones mediante picnometría de helio.

En la **Tabla 4.2**, se presenta el resultado de la determinación del valor de la densidad promedio, obteniéndose un valor de 6.8736 g/cm^3 , lo cual significa una reducción de densidad del 12.48% con respecto a un acero convencional. Este valor de densidad puede ser corroborado con la predicción realizada por el programa JMatPro como se observa en la **Figura 4.1**.

Tabla 4.2. Variables para la determinación de densidad para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Densidad					
Temperatura (°C)	Peso (g)	Volumen de expansion (cm ³)	Volumen promedio (cm ³)	Tiempo promedio (min)	Densidad promedio
25.9°C	27.4954	9.3220	4.0002	15	6.8736 g/cm³±0.0014

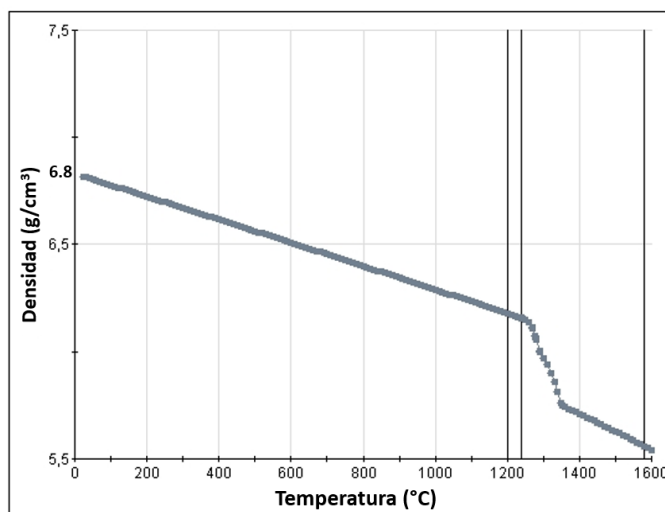


Figura 4.1 Predicción de densidad con respecto a la temperatura para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B realizada mediante el programa JMatPro.

Se observa que al incrementar la temperatura la densidad disminuye, este efecto se resalta en el intervalo de temperatura de 1355-1245°C (región bifásica) donde hay un aumento de aproximadamente 0.5 g/cm³ como se observa en la **Figura 4.1**, lo cual se asocia principalmente con la transformación fase de austenita- γ (fcc) en ferrita- δ (bcc), con una densidad de 5.75 g/cm³ a 6.25 g/cm³, respectivamente.

4.3. Diagramas de equilibrio mediante el programa JMatPro.

4.3.1 Diagramas de equilibrio.

La **Figura 4.2** presenta el diagrama de equilibrio del acero bajo estudio con todas las fases y compuestos en coexistencia. Se puede observar en el diagrama la zona líquida a altas temperaturas de 1600 °C. A medida que la temperatura disminuye se obtiene el primer sólido en ferrita- δ (1355 °C), posteriormente la fase austenita- γ se forma a 1245 °C producto de la descomposición de la ferrita- δ , manteniéndose hasta 750 °C, donde en consecuencia la austenita- γ y la fase kappa coexisten en un rango de temperaturas entre 350-750 °C. Sin embargo, cuando la fase kappa alcanza un valor de aproximadamente 15 (% en peso) a 550 °C, la fase ferrita- α se forma por el desestabilizamiento de la fase austenita- γ . Por último, a más bajas temperaturas existe la formación de M₂₃C₆. Obteniéndose un modo de solidificación FA: $L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \gamma + \alpha$, (aunado con la fase kappa).

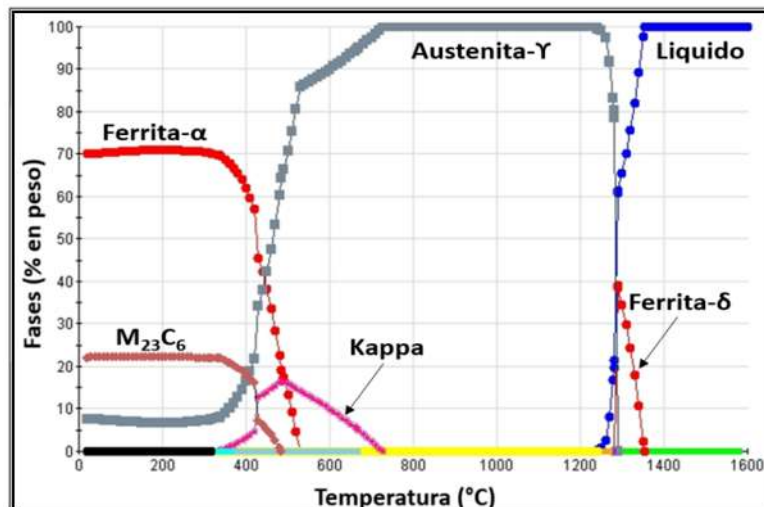


Figura 4.2 Diagrama de fases en equilibrio del acero bajo estudio (0-100%) calculado mediante JMatPro v9.1.

En la **Figura 4.3** se observa el diagrama de fases que se forma a más bajos porcentajes (0-0.1%).

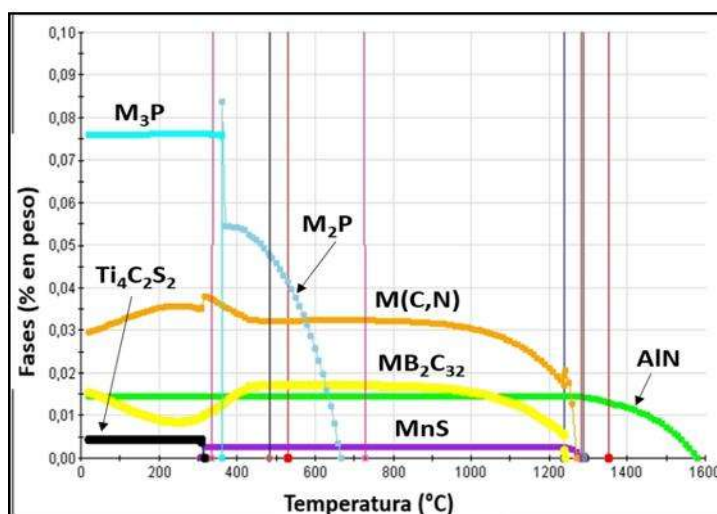


Figura 4.3 Diagrama de fases en equilibrio del acero bajo estudio (0-0.1%) calculado mediante JMatPro v9.1.

A altas temperaturas de aproximadamente 1600 °C se tiene la formación de AlN el cual, hasta temperatura ambiente, siendo difícil de disolver ya que se forman desde el estado líquido. Por otro lado, la formación de carburos complejos como: M(C,N), MB₂C₃₂, MnS y fosfuros existen durante la formación del primer sólido pero con una fracción menor.

Por otro lado, la **Figura 4.4** presenta el diagrama de fases metaestable, el cual predice las posibles fases que pueden coexistir fuera del equilibrio (velocidad de enfriamiento considerablemente alta).

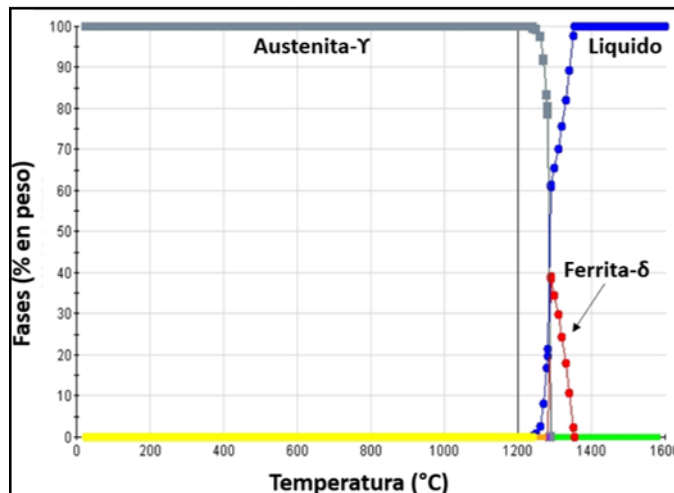


Figura 4.4 Diagrama de fases metaestable del acero bajo estudio (0-100%) calculado mediante JMatPro v9.1.

A diferencia del diagrama en equilibrio es importante mencionar que el diagrama metaestable no predice la formación de fase kappa, lo cual se asocia con la velocidad de enfriamiento más alta, además de que la fase austenita- γ se mantiene estable hasta temperatura ambiente sin la evidencia de formación de la fase ferrita- α y carburos $M_{23}C_6$.

En la **Figura 4.5** se observa el diagrama de fases metaestable a bajos porcentajes (0-0.05%). A diferencia del diagrama de equilibrio. Solamente se predicen las fases secundarias con mayor porcentaje como: $M(C,N)$, AlN , MB_2C_{32} y MnS . Esto se debe a que las fases secundarias con menor porcentaje el tiempo fue insuficiente para lograr su transformación. Por lo tanto, para el acero bajo estudio las fases presentes que se presentaron obtuvieron enfriamientos intermedios entre el diagramas de equilibrio y metaestable.

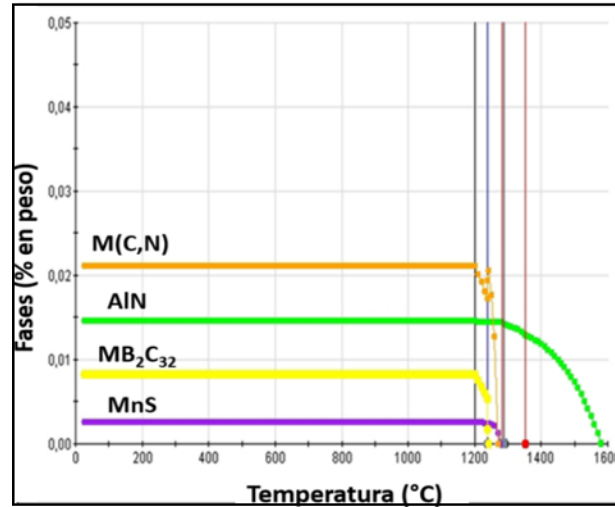


Figura 4.5 Diagrama de fases metaestable del acero bajo estudio (0-0.05%) calculado mediante JMatPro v9.1.

4.3.2 Distribución de fases a temperaturas: 450, 550 y 650 °C.

La **Figura 4.6** muestra las fases presentes a temperaturas de 450, 550 y 650°C. A 450 °C se tiene austenita- γ (42.41%), ferrita- α (38.27%), fase kappa (13.95%) y carburos de tipo $M_{23}C_6$ (5.26%); a 550 °C austenita- γ (86.86%), fase kappa (13.03%); y 650 °C austenita- γ (93.48%), fase kappa (6.44%).

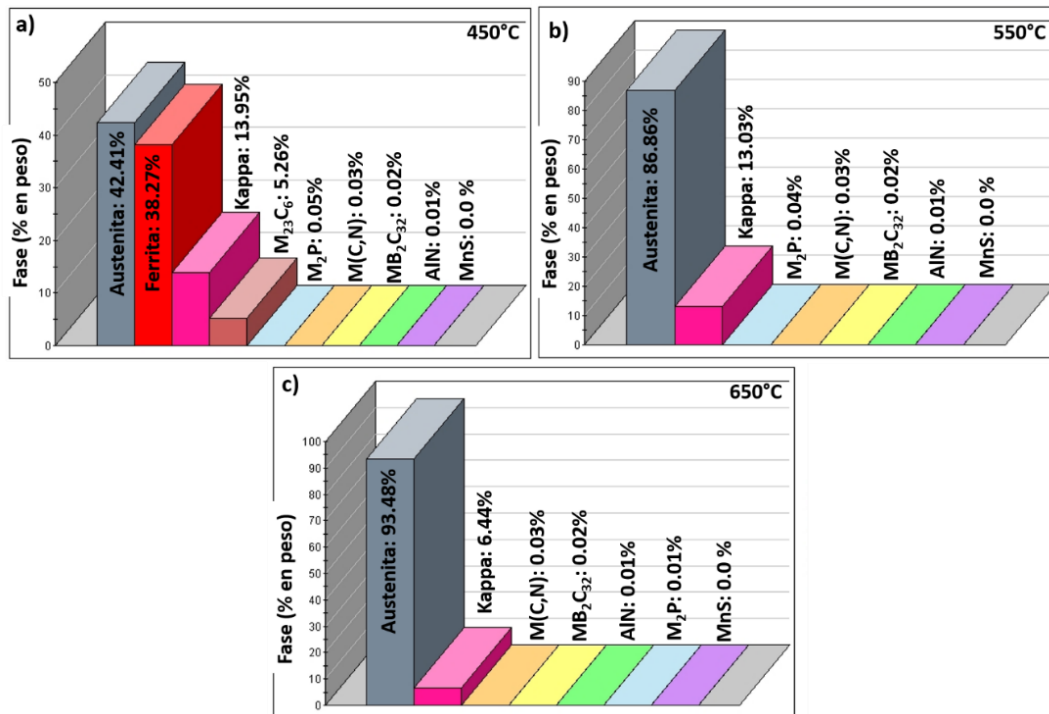


Figura 4.6 Fases presentes a: a) 450°C, b) 550°C y c) 650°C.

Dichas fases son predicciones esperadas en los tratamientos térmicos de envejecimiento a 450°C, 550°C y 650°C los cuales sustentaron los resultados obtenidos mediante microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB-EBSD), difracción de rayos-X (DRX) y microdureza Vickers (HV)

4.3.3 Isopletras.

En la **Figura 4.7** se presentan los porcentajes de fases en función del contenido de Al, C y Mn, a una temperatura de 550°C. En la **Figura 4.7a** se observa que a medida que incrementa el contenido de Al, la fase austenítica disminuye y a su vez aumenta la fase ferrítica, especialmente a partir del 8.6% de Al. De acuerdo con Kim et al. [11] el Al es un estabilizador de ferrita, que reduce significativamente la región de la fase austenítica y la fase ferrítica. Aunque se puede añadir Al en aceros ferríticos de baja densidad hasta una cantidad máxima de 11% en peso, se ha sugerido que el contenido de Al debe restringirse a menos de 6.5% en peso. Un incremento adicional del contenido de Al da lugar a la formación de compuestos intermetálicos base Fe-Al tales como Fe₃Al tipo DO₃ y FeAl tipo B2.

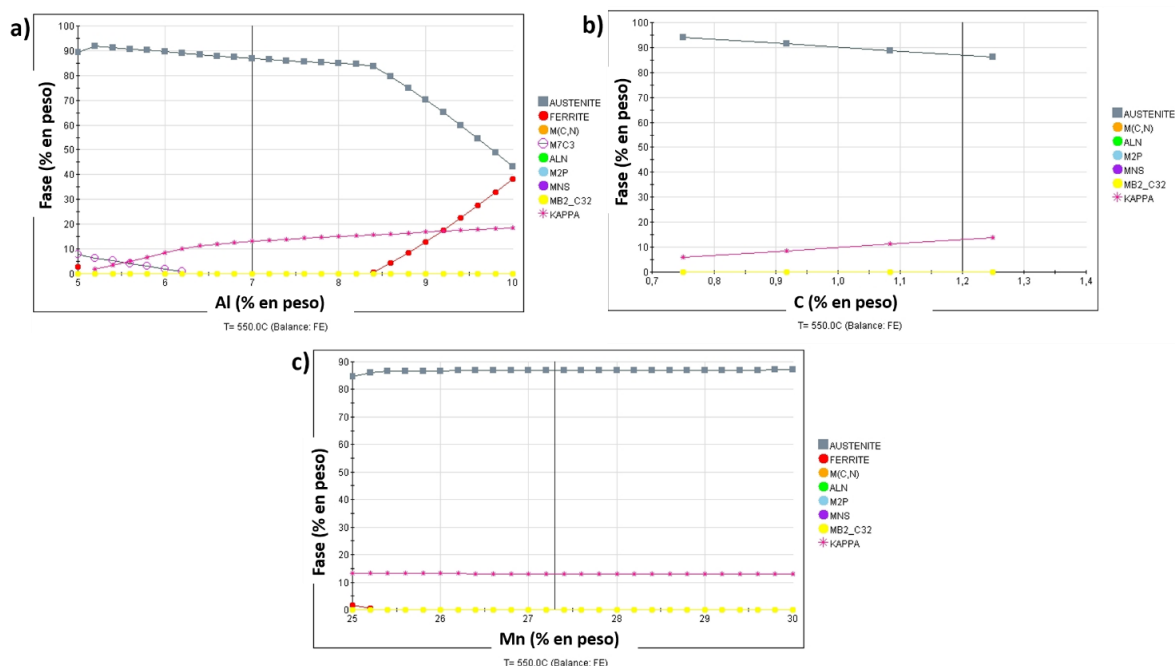


Figura 4.7 Efecto del contenido de Al, C y Mn en el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Por lo tanto, para este sistema con 7% de Al y 27 % de Mn las fases predominantes son austenita, ferrita y kappa sin dejar de lado las segundas fases. Por otro lado, en la **Figura 4.7b** se observa que, al aumentar el contenido de C, disminuye la austenita mientras que la fase kappa aumenta, lo cual se puede explicar al hecho que los carburos kappa crecen dentro de áreas enriquecidas en C de la matriz austenítica formadas por descomposición espinodal durante el temple y la precipitación. A temperaturas más bajas, la austenita se descompone en ferrita y carburo kappa a través de una reacción eutectoide. Si esta transformación es parcialmente completa, los carburos kappa precipitan en austenita dando lugar a una estructura modulada [11]. Sin embargo, a medida que aumenta el contenido de Mn, la región austenítica tiende a estabilizarse, subsistiendo de igual manera la fase kappa en toda la región austenítica.

En la **Figura 4.8** se muestran isopletras de coexistencia de fases y compuestos en el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B para contenidos en peso del C, Al y Mn de 200°C hasta 1600°C.

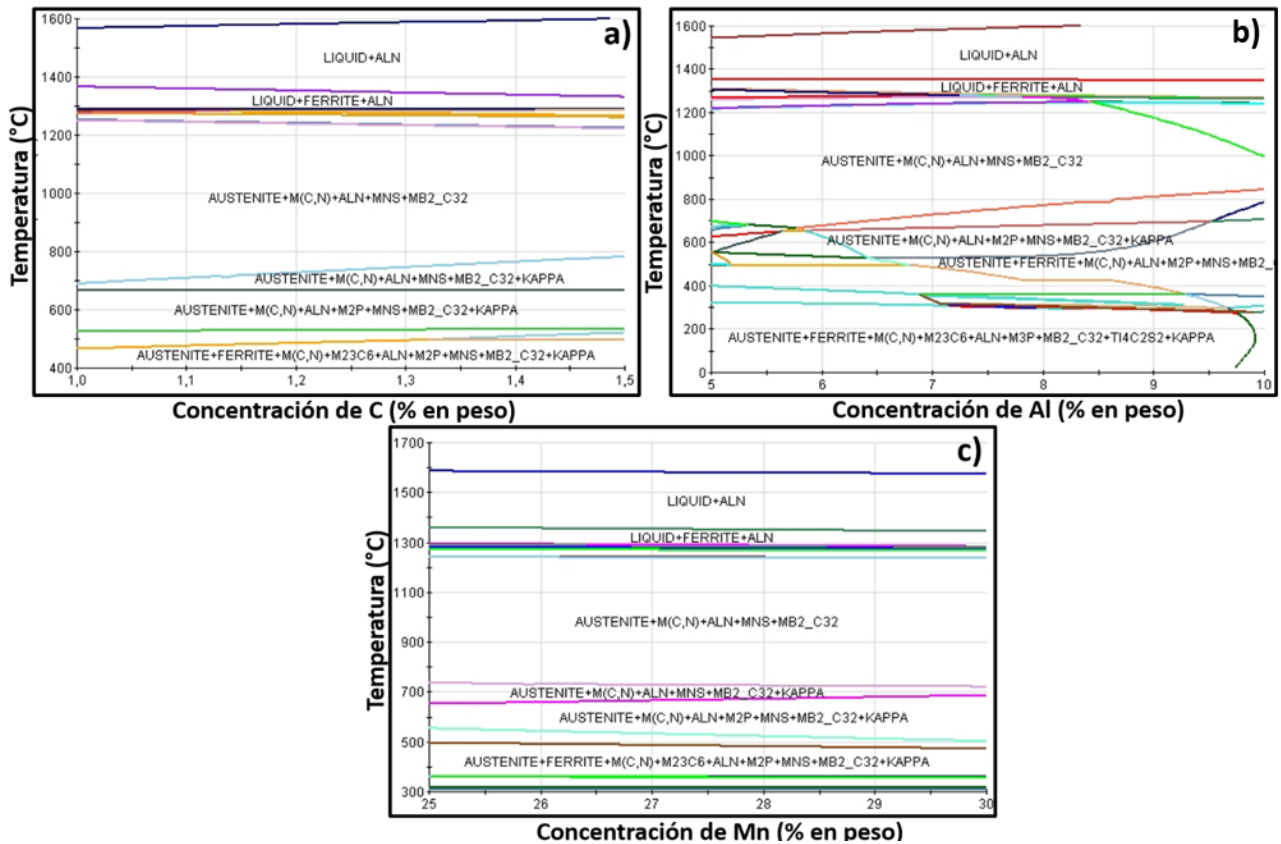


Figura 4.8 Isopletras en relación al contenido del porcentaje en peso de los elementos: **a)** C, **b)** Al y **c)** Mn.

En la **Figura 4.8a** se observa que al aumentar el contenido de C la fase austenita- γ y segundas fases como M(C,N) y MB₂C₃₂ incrementan gradualmente. Mientras que al aumentar el Al, se presenta un incremento en la fase ferrita- α , así como de la fase kappa. Sin embargo, disminuyen las fases secundarias como: AlN + MnS + M(C,N) + MB₂C₃₂ (ver **Figura 4.8b**). Por último, al incrementar el contenido de Mn se observa un ligero aumento en la fase austenita- γ y fase kappa, mientras que las fases secundarias AlN, MnS, M(C,N) y MB₂C₃₂ se mantienen estables en todo el rango de composición (ver **Figura 4.8c**).

4.3.4 Diagramas de transformación TTT y CCT.

En la **Figura 4.9**, se observa el diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT) del acero bajo estudio, donde a 40,000 s aproximadamente se presenta la transformación isotérmica de la austenita- γ en ferrita- α y fase carburo complejo (Fe,Mn)C.

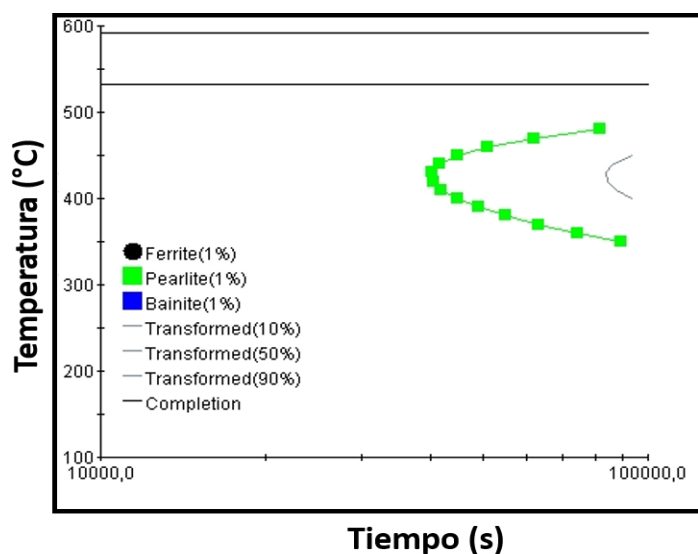


Figura 4.9 Diagrama TTT para el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Sin embargo, por el alto contenido de manganeso que se tiene en el sistema, la perlita contiene un alto contenido de carburo de manganeso y para esto se requiere mucho tiempo para formarse en un enfriamiento isotérmico. Por otro lado, en la **Figura 4.10** se observa que, bajo enfriamiento continuo la austenita difícilmente transformará debido a su alta estabilidad. En todo caso, la transformación de la austenita bajo esta condición requeriría de velocidades de enfriamiento extremadamente bajas, las cuales tienden al equilibrio.

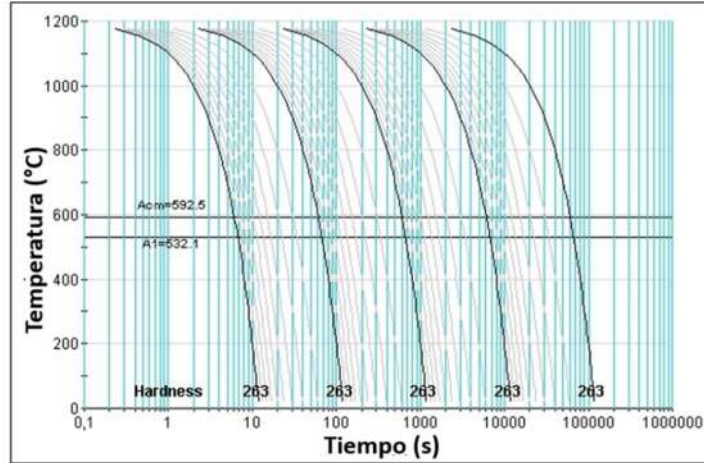


Figura 4.10 Diagrama CCT para el sistema Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

4.4 Predicciones de la velocidad de enfriamiento durante la solidificación mediante ProCast.

La **Figura 4.11** muestra las diferentes velocidades de enfriamiento justo antes de la línea de liquidus, donde para cada termopar se obtuvo una velocidad de enfriamiento diferente, obteniéndose una mayor velocidad de enfriamiento justo en la pared del molde donde se presenta una microestructura equiaxial de tipo chill.

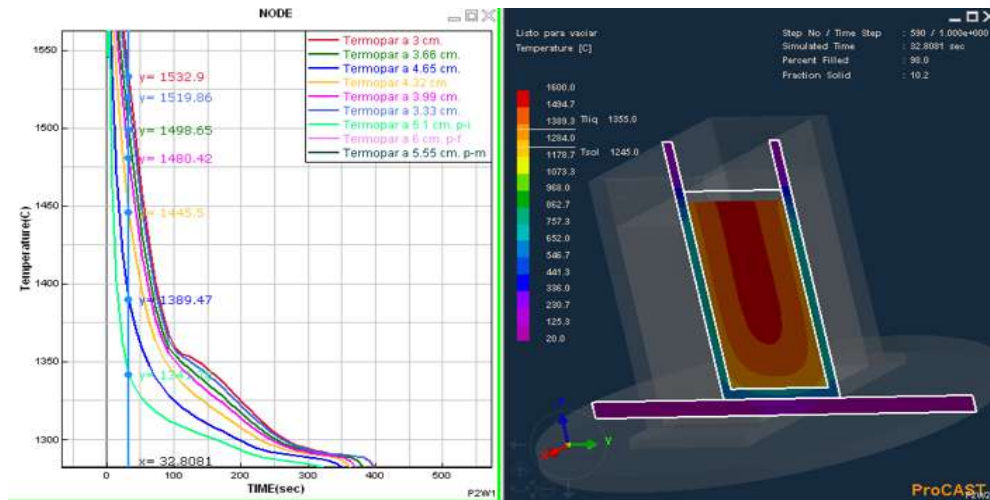


Figura 4.11 Sincronización de curvas de enfriamiento y vaciado del material en molde.

Por otro lado, la **Figura 4.12** presenta las curvas de enfriamiento simuladas mostrando el cambio de fase de líquido a sólido. Cabe resaltar que el objetivo de este cálculo corresponde únicamente a la premisa de conocer un valor aproximado de la velocidad de enfriamiento, en el rango bifásico líquido-sólido, que se puede desarrollar al solidificar el acero de baja densidad.

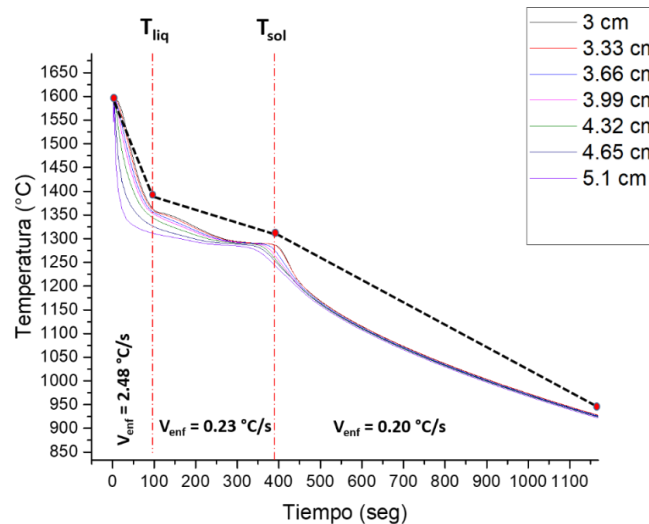


Figura 4.12 Curvas de enfriamiento simuladas en ProCast® representando la velocidad de enfriamiento del acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Santos y col. [113] han reportado para el caso de las condiciones de enfriamiento de un planchón delgado, valores de velocidad de enfriamiento de 1.9 K/s. Salas [73], reportó para un acero TWIP solidificado en molde metálico una velocidad de enfriamiento de 0.61 °C/s. Se sabe que al alcanzarse velocidades más rápidas de enfriamiento durante la solidificación se incrementa la formación de estructuras de solidificación equiaxiales refinándose así el tamaño de grano y reduciéndose el fenómeno de segregación, y mejorándose las propiedades mecánicas.

En la **Figura 4.13** se observan diferentes etapas del proceso de vaciado del material y los efectos durante la solidificación.

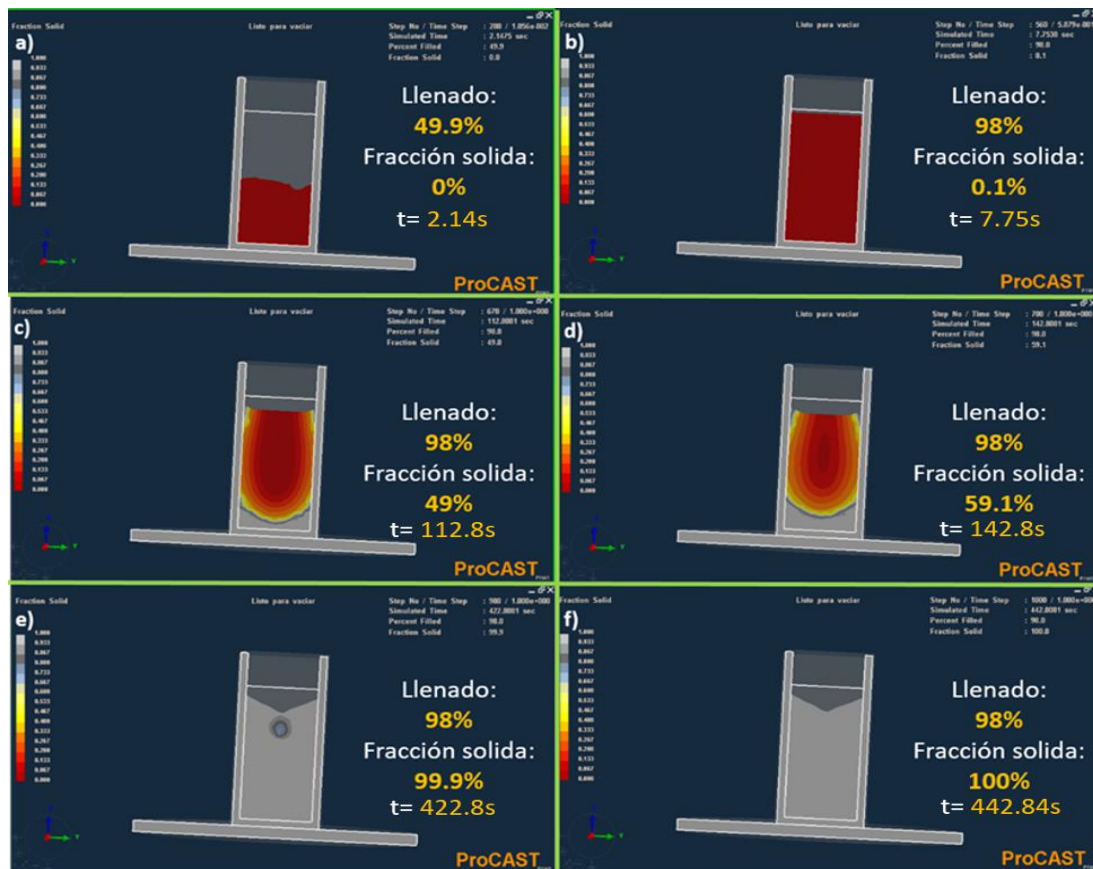


Figura 4.13 Representación esquemática de la fracción sólida durante el porcentaje de llenado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

En la **Figura 4.13a-f** se observan las fracciones sólidas en función del tiempo y fracción del llenado del material, cuando se obtiene el 98% de llenado se forma la primera fracción de sólido (0.1%) en un tiempo de 7.75s. Esta pequeña fracción de sólido se debe a que la aleación se encuentra dentro del campo bifásico. Sin embargo, cuando se obtiene el 99.9% de fracción sólida se observa que la última parte en solidificar es el centro del molde al tiempo de 422.8s. Decimas de segundos después se tiene el 100% de fracción sólida observándose la contracción del metal en la parte superior como se observa en la **Figura 4.13f**.

En la **Figura 4.14** se observa la contracción y rechupe que se puede generar en el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

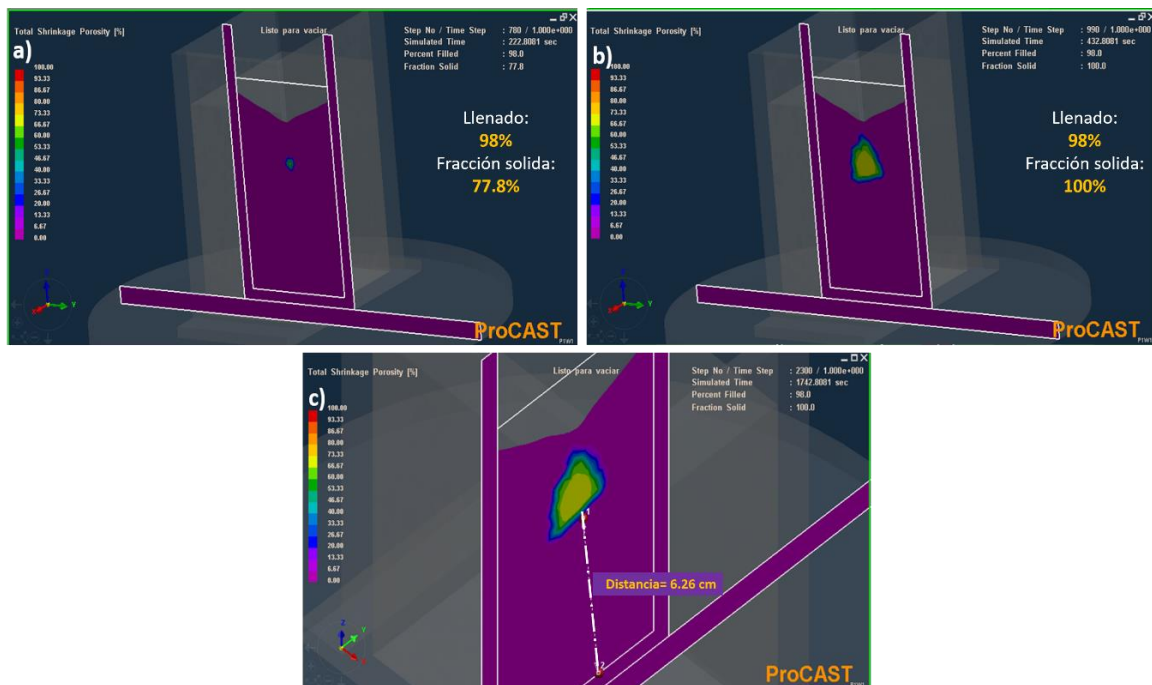


Figura 4.14 Representación esquemática de la contracción y rechupe durante la fracción sólida y el porcentaje de llenado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

El rechupe se origina al alcanzar 77.8% de fracción sólida incrementando su área hasta la fracción sólida completa (ver **Figura 4.14a-b**). Cabe mencionar que la predicción sobre la altura y tamaño del rechupe (ver **Figura 4.14c**) correspondió con el observado experimentalmente.

En la **Figura 4.15** se presentan las distribuciones de temperaturas durante la solidificación a diferentes distancias: $x = 3.95, 2.70$ cm, 0 cm y -3.80 cm para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

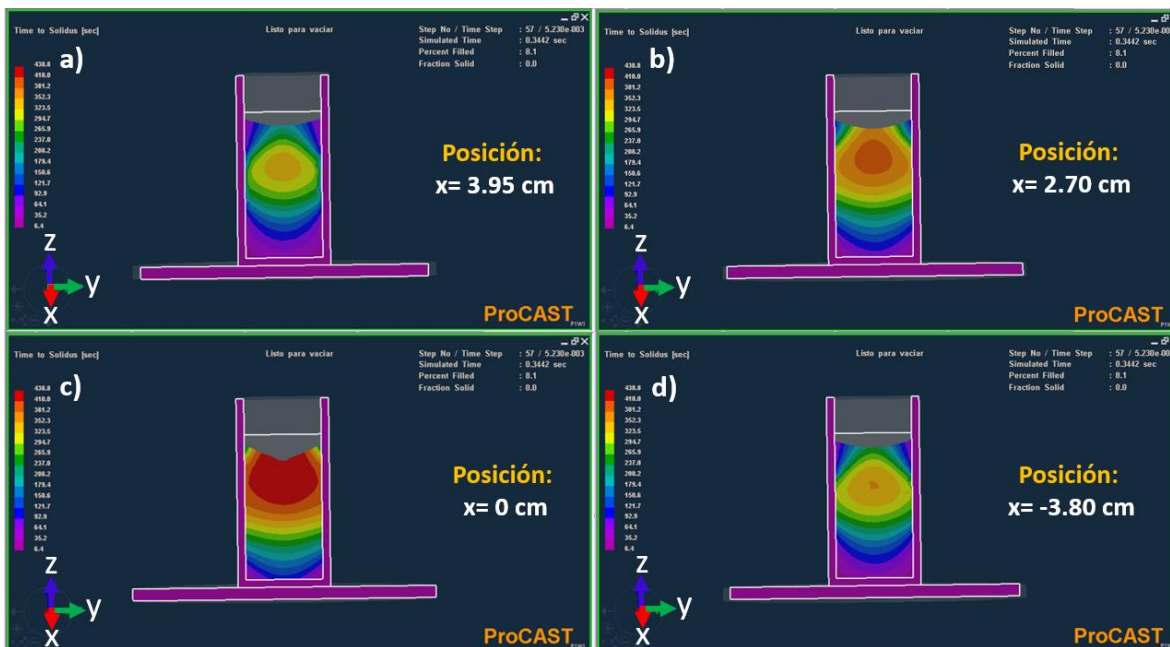


Figura 4.15 Distribución de temperaturas durante la solidificación a diferentes distancias: **a)** $x= 3.95$, **b)** 2.70 cm, **c)** 0 cm y **d)** -3.80 cm para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Las esquematizaciones de las distribuciones se muestran con un corte transversal, observándose las posiciones con su respectiva escala de temperaturas (parte izquierda), tal como se muestra en la **Figura 4.15a-d**. Para la posición $x=0$, se observa una mayor región a altas temperaturas alrededor de 440°C , misma zona que da respuesta a los defectos generados en el material y al grado de segregación en el acero bajo estudio.

4.5 Condición de solidificación (as-Cast).

4.5.1 Resultados de microscopía óptica de luz (MO).

Las **Figuras 4.16-4.17** muestran la estructura de solidificación para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C. Se observa claramente un patrón de solidificación similar a la mayoría de las aleaciones ferrosas, presentando una pequeña zona de granos finos (llamada zona chill), una zona amplia de granos dendríticos columnares y una zona de granos equiaxiales. La forma de crecimiento del sólido depende del gradiente de temperatura delante de la interfase sólido-líquido.

De la teoría clásica de solidificación [114] se sabe que, si existe un gradiente negativo de temperatura delante de dicha interfase, el calor puede ser extraído tanto por el sólido como por el líquido y, por lo tanto, el movimiento de la interfase no es controlado por la cantidad de calor removido a través del sólido. Al presentarse el proceso de solidificación se desprende calor latente que eleva la temperatura de la interfase sólido-líquido, de tal manera que es posible que delante de la interfase se genere un gradiente negativo. De esta manera, si una protuberancia sólida avanza, se encontrará con el líquido sobre-enfriado y éste tenderá a crecer aún más hacia el interior consumiendo al líquido remanente. Este avance es lo que se llama crecimiento dendrítico.



Figura 4.16 Microestructura en condición de solidificación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

En los procesos de crecimiento de ejes de cristales primarios, secundarios y terciarios se considera que, en la etapa principal, el rápido crecimiento de las puntas del poliedro es en las direcciones cristalográficas $\langle 100 \rangle$ que favorecen la formación de una dendrita por la proyección de protuberancias, formándose en la dirección $\langle 100 \rangle$ y perpendiculares unas con otras. Existen además otros factores que se deben de considerar para explicar el desarrollo de la estructura de solidificación; uno de ellos corresponde al papel que juegan los elementos presentes en cada aleación.

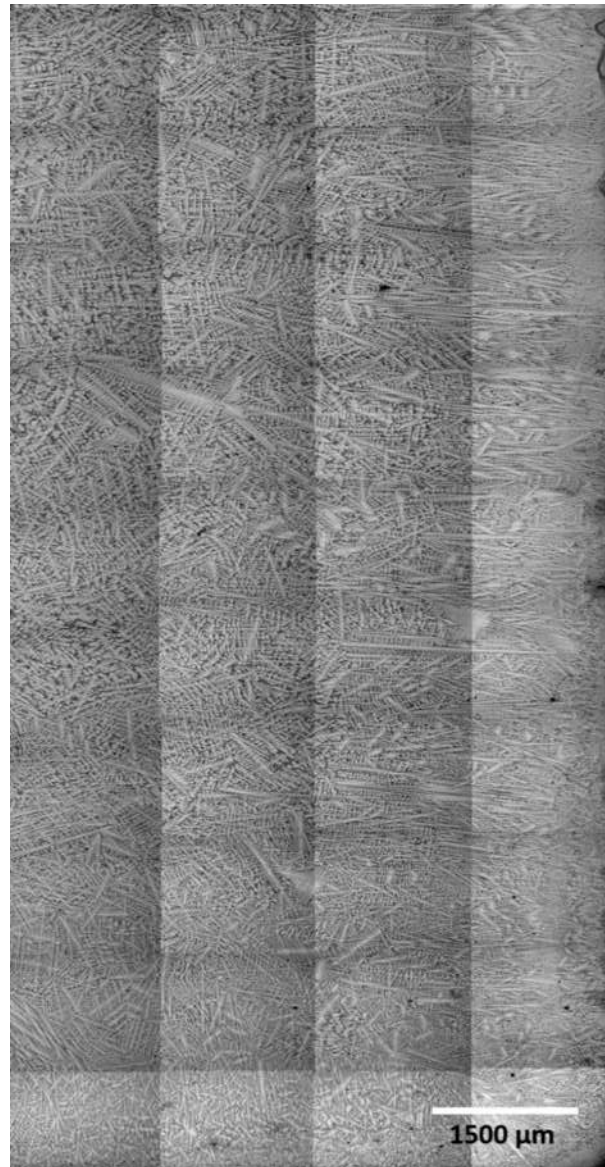


Figura 4.17 Línea de solidificación (centro-para) para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Sasaki y col. [114] 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. Por otro lado, los altos gradientes térmicos en la interfase sólido-líquido producen fuertes movimientos convectivos del líquido hacia el sólido, lo cual produce un mayor refinamiento.

Al microaleaar el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C con Ti y B se generó un refinamiento de las dendritas y, por lo tanto, un incremento en la densidad de éstas (mayor nucleación de granos austeníticos dendríticos (ver **Figuras 4.16 y 4.17**), observándose dendritas columnares finas con ejes primarios más cortos y granos columnares-equiaxiales a medida que se ubica en la zona central del lingote. Además de que se hace más notoria la reducción del espaciamiento interdendrítico, lo cual coincide con aceros TWIP microaleados con Ti y B en donde se ha reportado que el Ti ayuda a incrementar la efectividad del B como elemento de microaleación en el acero [73].

En la **Figura 4.18a** se puede apreciar que la distribución normal está sesgada a la derecha. Por lo tanto, el tamaño promedio en brazos columnares primarios es de $1255 \mu\text{m} \pm 488.76$. Para el caso de los brazos secundarios la distribución normal es casi simétrica obteniendo una media de $19.17 \mu\text{m} \pm 6.13 \mu\text{m}$ (ver **Figura 4.18b**).

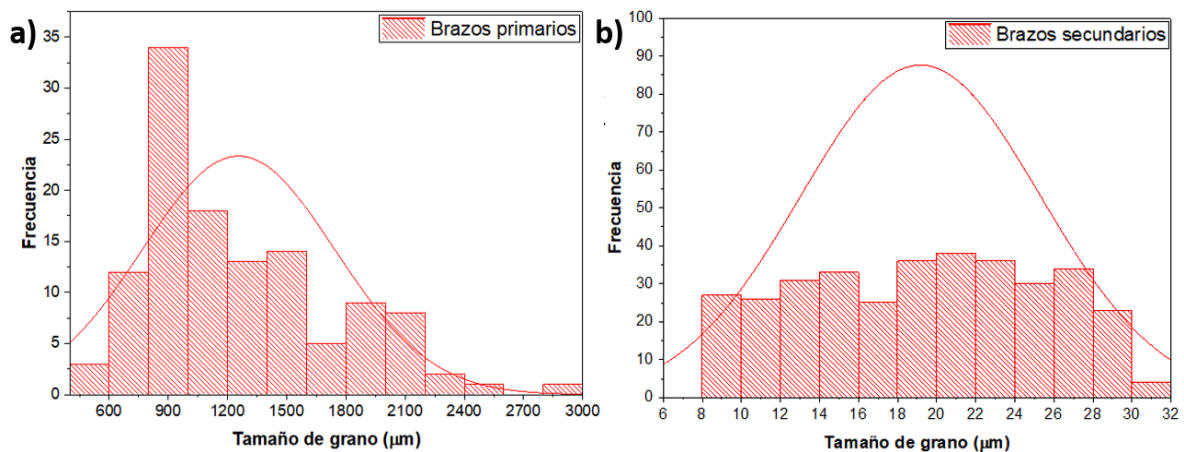


Figura 4.18 Distribución normal del tamaño promedio de: **a)** brazos primarios **b)** secundarios para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

4.5.2 Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).

La **Figura 4.19** presenta la microestructura dendrítica para el acero bajo estudio donde se analizaron puntos correspondientes a la zona dendrítica e inter-dendrítica.

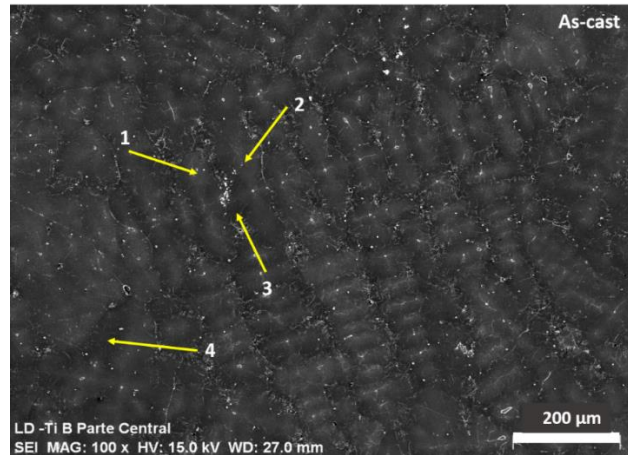


Figura 4.19 Microanálisis puntuales en regiones dendríticas e inter-dendríticas para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.

En condición de solidificación la redistribución del soluto durante el proceso de solidificación depende de la velocidad de enfriamiento, produciéndose una condición inhomogénea del soluto en el sólido (fenómeno conocido como segregación). El acero bajo estudio, al ser una aleación alta en Mn, se espera que este elemento quede como soluto rechazado durante la solidificación y que quede concentrado en los límites interdendríticos.

La **Tabla 4.3** presenta los análisis puntuales mediante MEB-EDS que corresponden a la zona dendrítica donde el contenido de Mn es menor que en los puntos 3 y 4 que corresponden a la zona inter-dendrítica.

Tabla 4.3 Resultados de los microanálisis puntuales en regiones dendríticas e inter-dendríticas para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.

Microanálisis	(% en peso)			
	Fe	Mn	Al	C
Punto 1 (Zona dendrítica)	65.44	24.06	7.52	2.96
Punto 2 (Zona dendrítica)	66.07	23.22	7.89	2.80
Punto 3 (Zona inter-dendrítica)	59.01	30.67	6.72	3.59
Punto 4 (Zona inter-dendrítica)	60.26	29.63	6.76	3.33

Los resultados obtenidos mediante los análisis puntuales indican regiones interdendríticas con altos contenidos en Mn. Corroborando dichos resultados mediante mapeos químicos elementales, donde se observa el Mn (verde) segregado en las zonas interdendríticas como se observa en la **Figura 4.20b**.

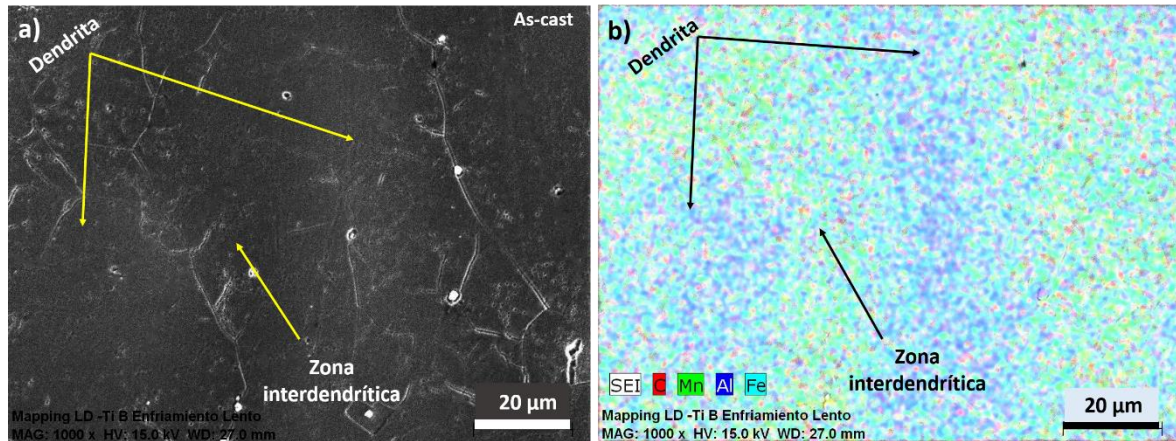


Figura 4.20 Mapeo químico de la región dendrítica e inter-dendrítica para el acero en Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.

También se detectó la presencia de fase ferrita en condición de solidificación a lo largo de límites de grano (ver **Figura 4.21**). Dicha fase está predicha de acuerdo al diagrama de equilibrio mediante JMatPro v9.1.

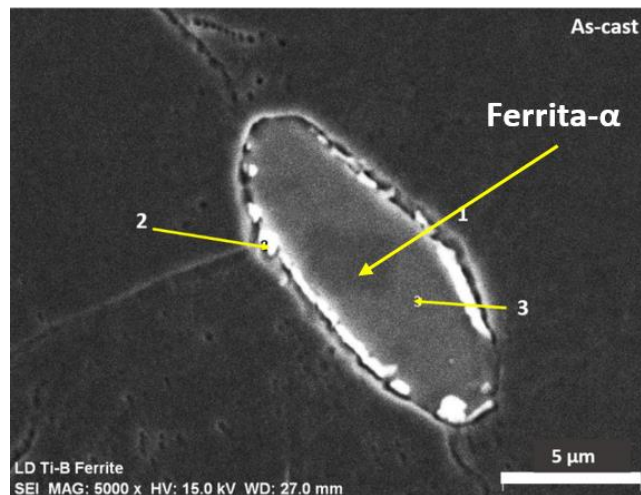


Figura 4.21 Microanálisis en diferentes zonas de la ferrita en condición de solidificación.

La **Tabla 4.4** presenta los resultados de los microanálisis de la fase ferrita, obteniéndose un contenido mayor de Al, a la vez que el Mn disminuye (puntos 2 y 3), lo cual es característico de la ferrita en este sistema.

Tabla 4.4 Resultados de los microanálisis puntuales de la fase ferrita para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.

Microanálisis	(% en peso)			
	Fe	Mn	Al	C
Punto 1 (Matriz)	64.12	25.75	7.18	2.93
Punto 2 (Zona blanca)	58.77	24.32	11.26	5.63
Punto 3 (Zona gris)	69.40	18.06	10.20	2.32

La **Figura 4.22** presenta el mapeo químico elemental que demuestra la presencia de ferrita en la matriz austenítica.

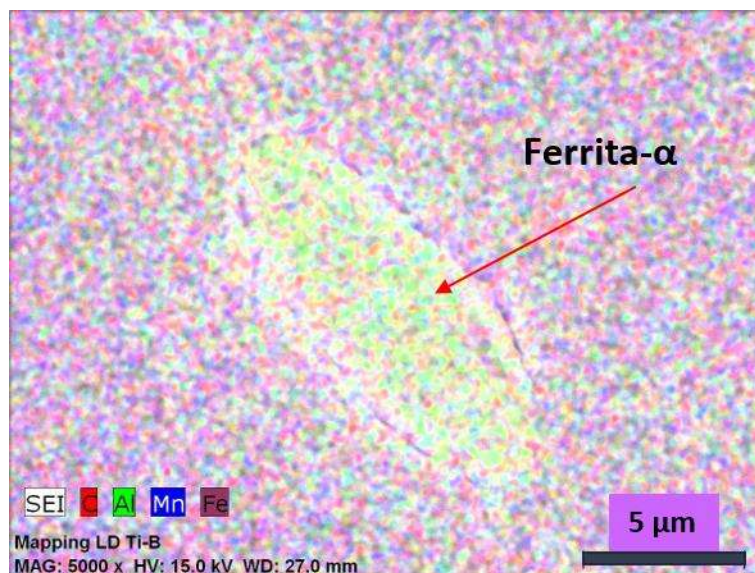


Figura 4.22 Mapeo químico de la fase ferrita para el acero en Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.

En el mapeo químico se aprecia un alto contenido del elemento de Al dentro de la ferrita y una disminución de C y Mn respecto a la matriz austenítica. Además de exhibir una microestructura globular, a diferencia de la ferrita- δ que presenta en forma de listones en límite de grano.

En la **Figura 4.23a-f** se presenta una partícula de Ti/B de tamaño promedio de 650 nm detectada por microscopia electrónica de barrido SEM-Jeol 6400.

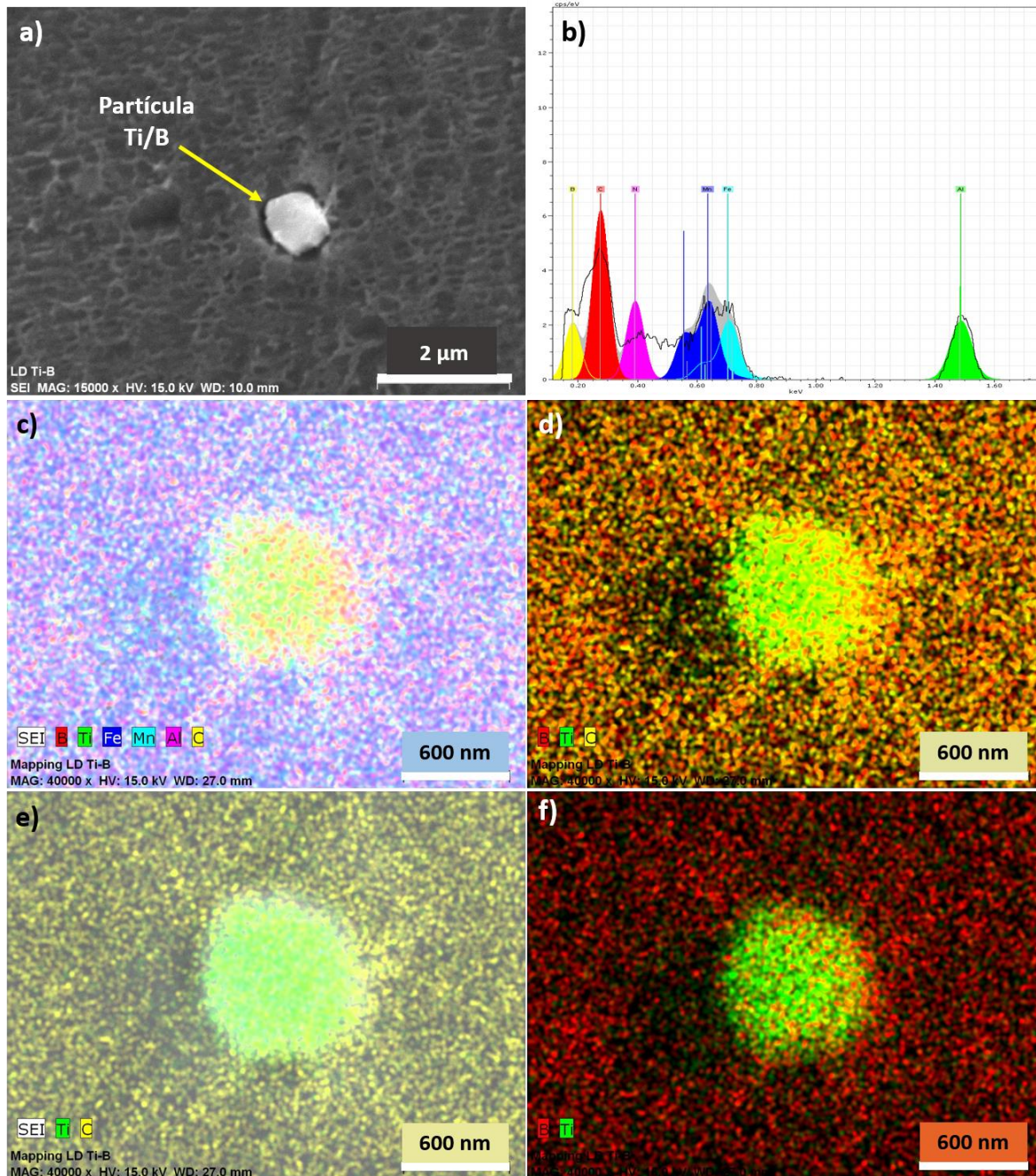


Figura 4.23 Mapeo químico elemental de una partícula de Ti/B.

El mapeo químico elemental indica que el B puede estar tanto en la matriz como en solución sólida en el sistema Fe-Mn-Al-C (ver **Figura 4.23c**). Por otro lado, el Ti se encuentra como carburo de titanio (TiC). Estudios sobre la distribución de átomos en aceros [73] revelan que el B puede estar disuelto tanto en solución sólida intersticial, como sustitucional. La localización de los átomos de boro en la red de la austenita también ha sido objeto de cierta controversia. La información reportada por Nicholson [115] dieron velocidades de difusión y una energía de activación apropiada a solubilidad intersticial. Del mismo modo, una discontinuidad pronunciada fue observada por Goldhoff y col. [116] en experimentos de expansión térmica dentro de la región de la austenita, lo que sugiere que hay una transición en la posición de átomos de B en la red, lejos de los sitios sustitucionales con el aumento de la temperatura. La **Figura 4.24** presenta las partículas detectadas dentro de la matriz austenítica y límites de grano en condición de solidificación.

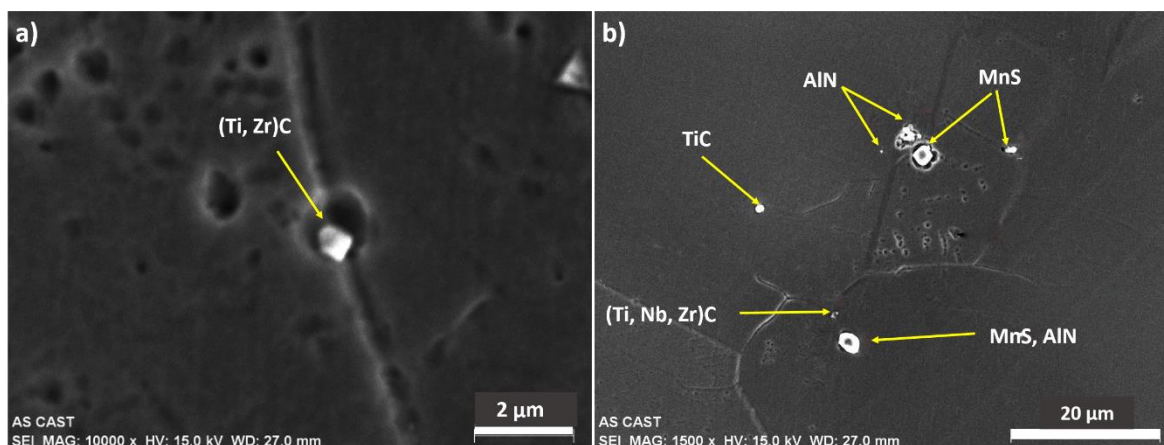


Figura 4.24 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de solidificación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

Cabe mencionar que además de precipitados de Ti/B se encontraron partículas como AlN, MnS y carburos complejos dentro de la matriz austenítica y límites de grano. Cabe señalar que además de precipitados de Ti y B, se encontraron precipitados de Nb y Zr, lo cual se atribuye a una contaminación por el crisol donde fue realizada la fusión, formando carburos complejos aunado con otros elementos de microaleación.

En la **Tabla 4.5** se enlistan las principales partículas complejas de Ti, Zr, Nb detectadas en condición de solidificación, así como su respectivo EDS. Se observa que el Nb y Zr tienden a la formación carburos, los cuales tienen un efecto importante en las propiedades del material.

Tabla 4.5 Microanálisis de partículas complejas de Ti, Zr, Nb en condición de solidificación.

Partícula	Microanálisis puntuales en condición as-cast									Espectro
	(% en peso)									
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	Zr	N	S	
(Ti, Zr)C	37.80 ± 1.04	23.95 ± 0.66	10.43 ± 0.46	6.27 ± 0.78	13.55 ± 0.38	-	7.59 ± 0.25	-	-	
(Ti, Nb, Zr)C	10.10 ± 1.84	6.88 ± 0.22	2.42 ± 0.13	12.15 ± 1.43	47.85 ± 1.28	9.05 ± 1.43	11.21 ± 0.50	-	-	
TiC	45.01 ± 1.13	37.98 ± 1.06	3.27 ± 0.08	7.20 ± 0.47	6.63 ± 0.05	-	-	-	-	
AlN	44.58 ± 1.38	21.07 ± 0.67	15.91 ± 0.77	2.91 ± 0.47	-	-	-	15.51 ± 2.35	-	
MnS	4.98 ± 0.22	51.84 ± 1.56	-	3.27 ± 1.02	-	-	-	-	25.77 ± 0.95	

4.5.3 Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.

La **Figura 4.25** muestra los patrones típicos de difracción de rayos-X del acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condiciones de solidificación. Como se puede apreciar, las fases constituyentes en la condición as-cast son principalmente austenita- γ y ferrita- α . Además, se identificaron un pico de fase difractado a $2\theta = 47.5^\circ$ (200) [112].

La relación de ángulos 2θ de los picos presentes para la identificación en el material bajo estudio se desglosa en las **Tablas 3.9-3.14**, en base a los ángulos que reportan algunos autores ya que no existen tarjetas específicas para el sistema Fe-Mn-Al-C.

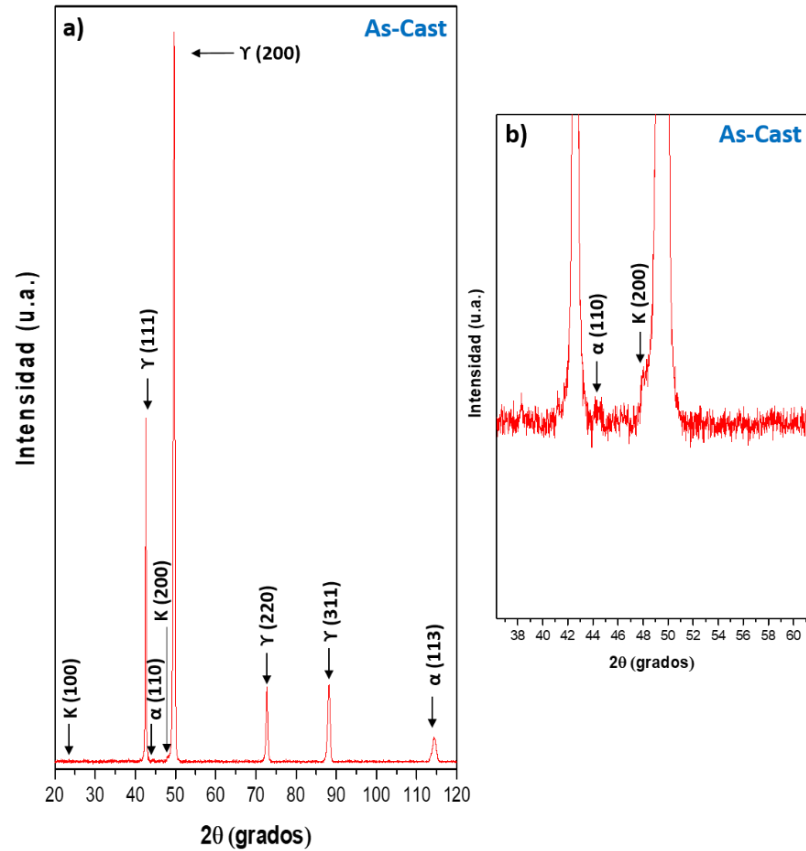


Figura 4.25 Patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de solidificación.

Generalmente la fase kappa difracta en ángulos similares a los picos de la austenita. Acselrad y col. [111] reportó ángulos de difracción a expensas de la fase austenita- γ similares a las reportadas bajo el material de estudio. La fase kappa es básicamente una estructura (fcc), además de que las dimensiones de las celdas unitarias son muy similares; para el caso de la austenita a un ángulo de 49° el parámetro de red es 1.847 y 1.895 Å para la fase kappa.

4.5.4 Microdureza Vickers.

La **Figura 4.26** muestra el perfil de microdureza de la zona columnar y equiaxial para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B.

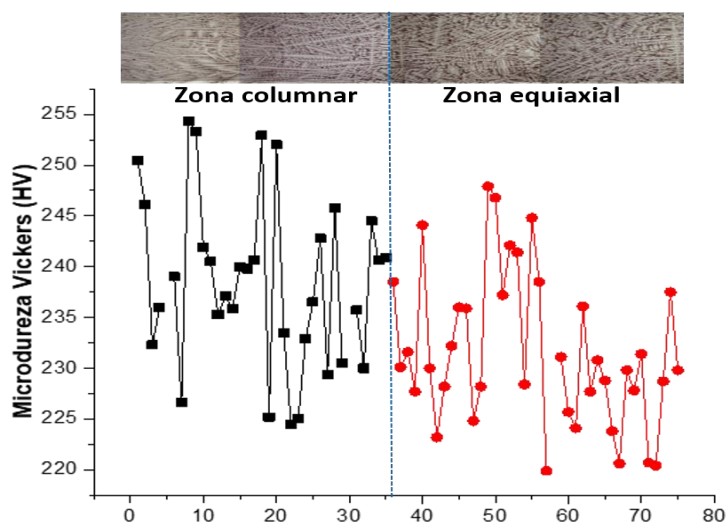


Figura 4.26 Microdureza Vickers para zona columnar-equiaxial en condición de solidificación.

Se observa, que la dureza disminuye en la zona equiaxial hasta 220 HV, por el contrario, la mayor dureza se encuentra en la zona columnar obteniendo valores de hasta 255HV. De manera general se puede ver que los brazos primarios columnares presentan una mayor dureza debido a que la velocidad de solidificación es rápida y al refinamiento de grano por la adición de microaleantes Ti/B o a la presencia de segundas fases, como por ejemplo los nitruros, carburos y los sulfuros, que ya han sido reportados en trabajos del grupo de trabajo [73-117]. Por otro lado, en la zona equiaxial la microdureza disminuye por efecto del tiempo consumido durante la solidificación al centro del lingote. En este caso, la disminución de dureza en la zona equiaxial puede justificarse debido a que se presenta heterogeneidades en composición química producto de la segregación.

Generalmente se esperaría que la dureza en aceros de baja densidad microaleado con Ti/B aumente en este tipo de sistema por el alto contenido de C, Al y Mn. Estudios previos [73] revelaron que en aceros alto-Mn austeníticos de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) la dureza en la zona columnar alcanza valores de 176.8 HV y 174.5 HV para la zona equiaxial.

4.6 Condición de tratamiento térmico de homogenizado.

4.6.1 Resultados de microscopía óptica de luz (MO).

En la **Figura 4.27a-o** se observa la evolución del tamaño de grano con respecto al tiempo de homogenizado del acero Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B.

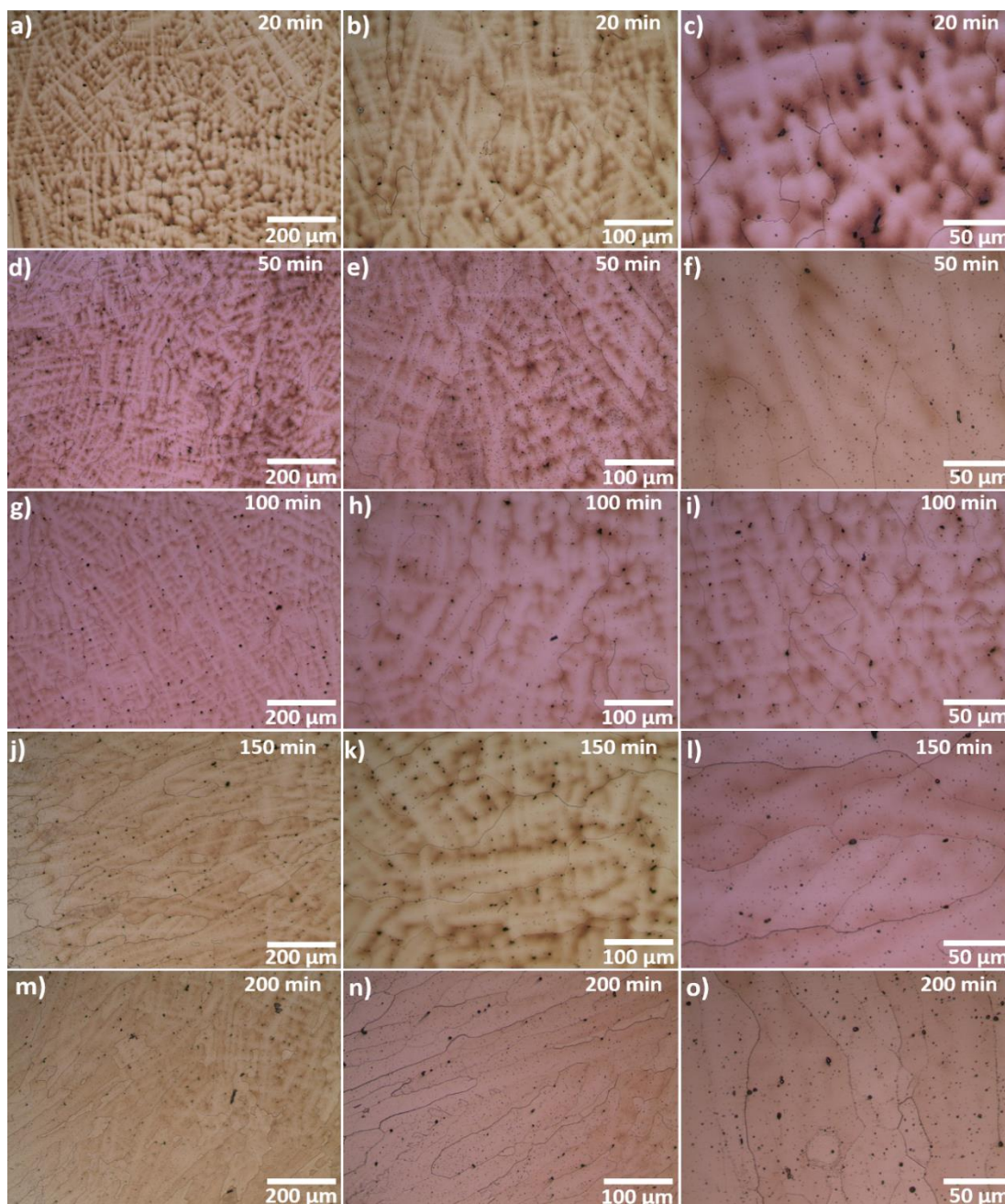


Figura 4.27 Evolución microestructural para diferentes tiempos de homogenizado **a-c)** 20 min, **d-f)** 50 min, **g-i)** 100 min, **j-l)** 150 min y **m-o)** 200 min.

Las microestructuras se presentan a diferentes magnificaciones para tiempos de homogenizado de 20-200 min. Para poder obtener un mayor grado de homogeneización es necesario prolongar el tiempo de permanencia durante el tratamiento térmico a fin de disolver las heterogeneidades químicas y segregación causadas por el Mn, Al y Si.

Por otro lado, uno de los objetivos de realizar el tratamiento térmico de homogenizado fue encontrar un tiempo óptimo con el cual se elimine la segregación, con el menor tamaño de grano posible. El tiempo óptimo requerido para eliminar la segregación fue de 2 h/plg de espesor. La adición de elementos microaleantes generó un efecto de inhibición de tamaño de grano. En este caso, se presenta un comportamiento similar al de los aceros TWIP microaleados con B [118] donde la presencia del B disminuye el crecimiento de grano austenítico en condición de homogeneizado, es decir. las partículas segregadas de B localizadas en las regiones interdendríticas fueron efectivas al anclar los límites de grano durante el tratamiento térmico.

En la **Figura 4.28** se presenta la evolución de tamaño de grano durante diferentes tiempos de homogenización (20, 50, 100, 150 y 200 min).

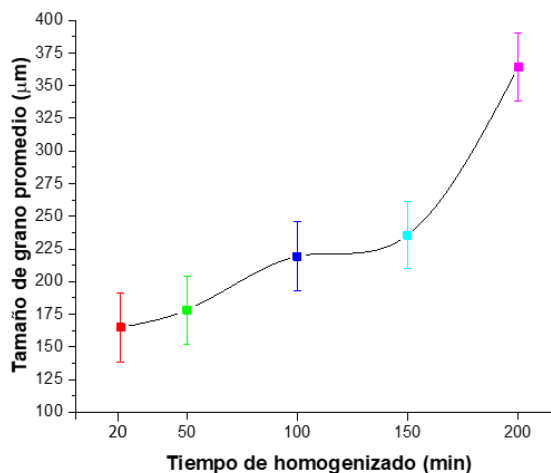


Figura 4.28 Evolución del tamaño de grano promedio durante el tratamiento térmico de homogenización del acero Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B.

La evolución del tamaño de grano además de observarse en las microestructuras se puede analizar con las gráficas de distribución normal donde el tamaño de grano promedio es de $164.81 \mu\text{m} \pm 6.70$ para 20 min, $178.24 \mu\text{m} \pm 6.21$ para 50 min, $219.16 \mu\text{m} \pm 6.36$ para 100 min, $235.59 \mu\text{m} \pm 5.95 \mu\text{m}$ para 150 min y $364 \mu\text{m} \pm 6.12$ para 200 min.

La **Figura 4.29** presenta las distribuciones normales para el tamaño de grano promedio para diferentes tiempos de homogenizado (20, 50, 100, 150 y 200 min).

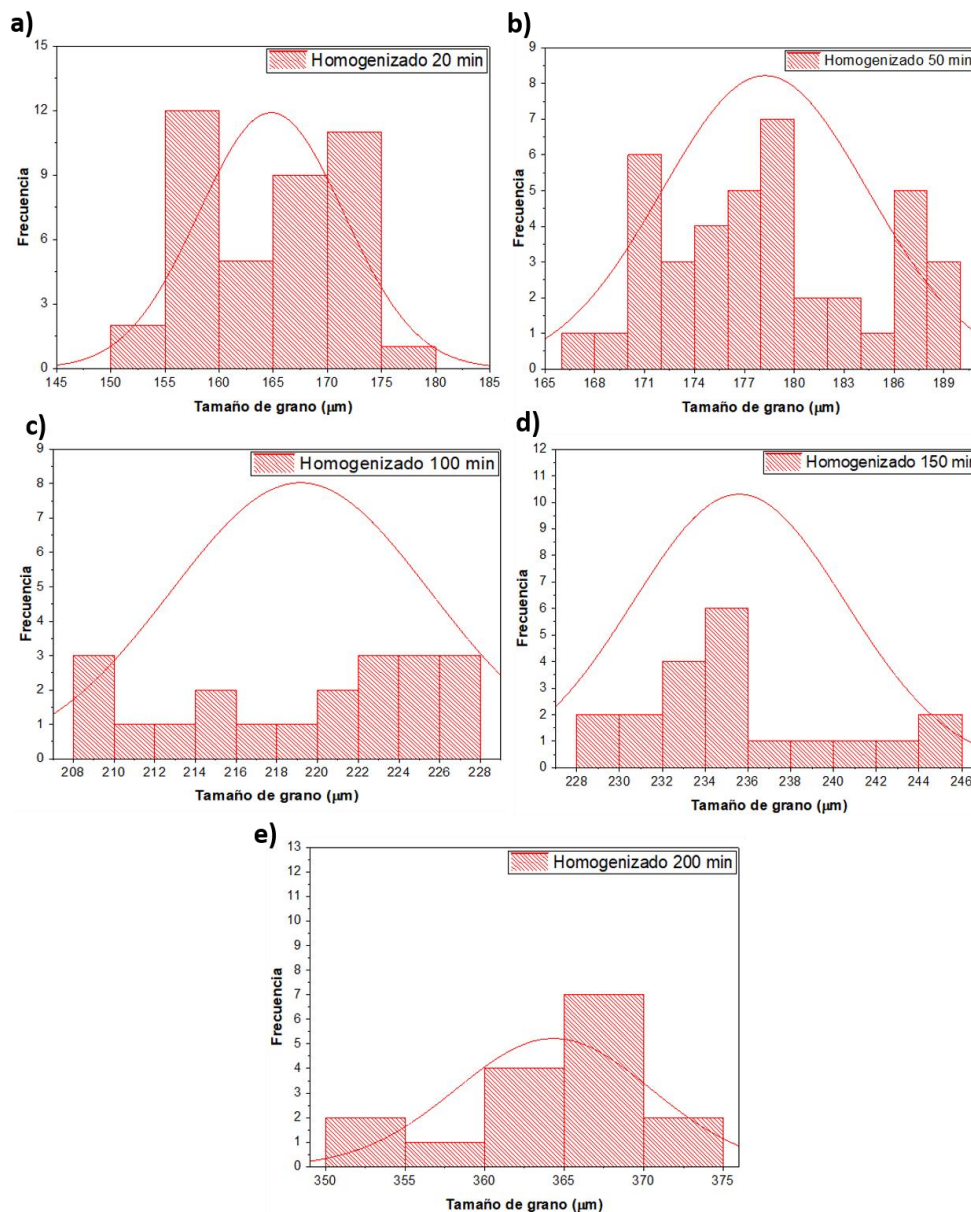


Figura 4.29 Distribución normal para el tamaño de grano promedio para diferentes tiempos de homogenizado **a)** 20 min, **b)** 50 min, **c)** 100 min, **d)** 150 min y **e)** 200 min.

Las distribuciones normales muestran que la frecuencia disminuye a medida que transcurre el tiempo de homogenizado, esto se debe a que el grano es más escaso para cuantificarlo, ocasionando que se genere una deformación de la curva llamada “curva platicurtica” con una ligera asimetría negativa.

4.6.2 Resultados de microscopia electrónica de barrido (MEB).

En la **Figura 4.30** se presentan las microestructuras en condición de tratamiento de homogenización del acero bajo estudio.

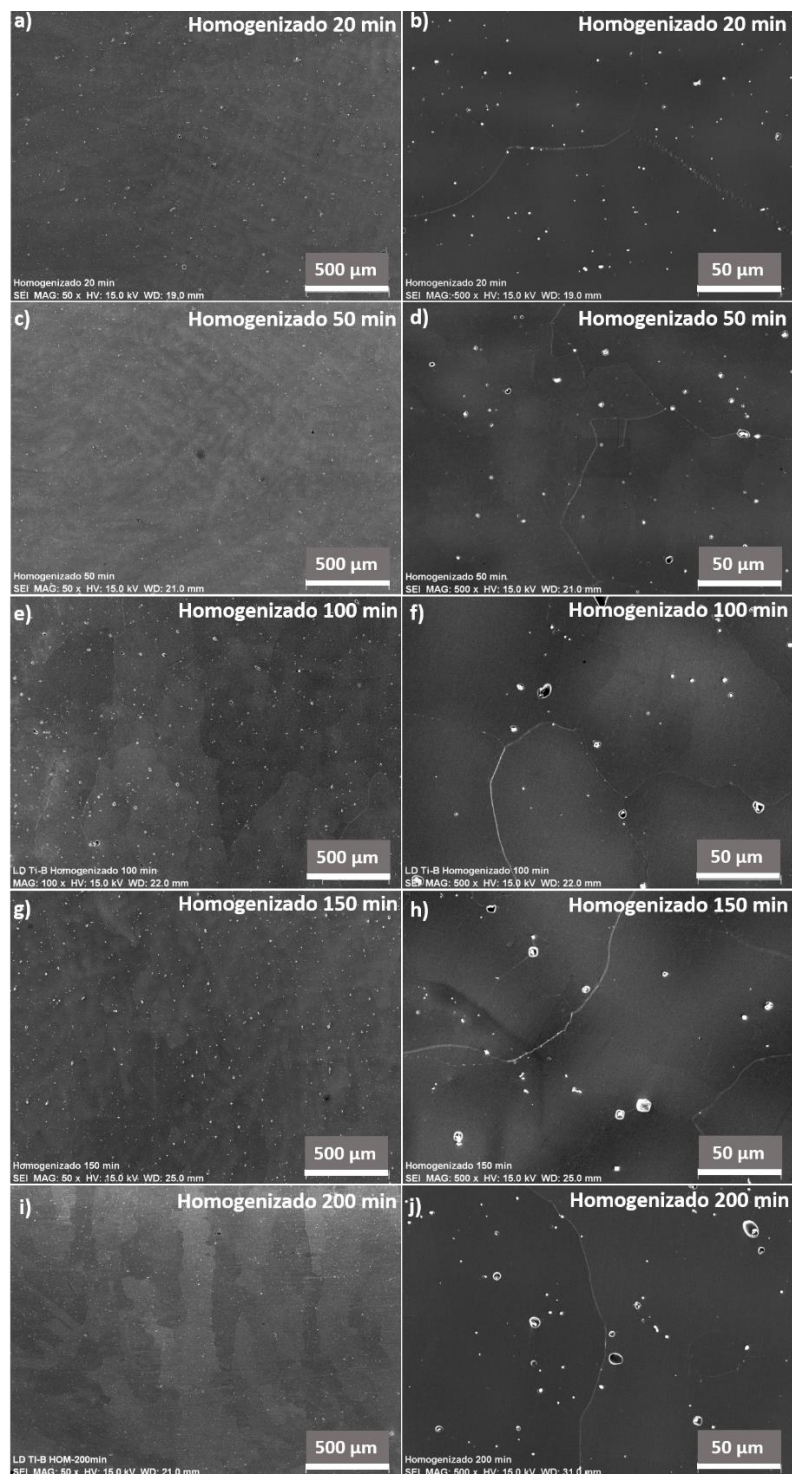


Figura 4.30 Micrografías en condición de homogenizado: **a-b)** 20min, **c-d)** 50min, **e-f)** 100 min, **g-h)** 150 min y **i-j)** 200min.

Durante tiempos de homogenizado entre 20 y 50 min se presentó estructura dendrítica y la presencia de límites de grano aunado con partículas alojadas en la matriz austenítica (ver **Figura 4.30a-d**). Por otro lado, para tiempos entre 100 y 200 min se aprecia la descomposición de la estructura dendrítica y a su vez el aumento de tamaño de grano a medida que transcurre el tiempo de homogenización (ver **Figura 4.30e-j**).

En la **Figura 4.31** se observan diferentes partículas sobre la matriz de austenita y límites de grano tales como AlN y MnS los cuales son formados a altas temperaturas.

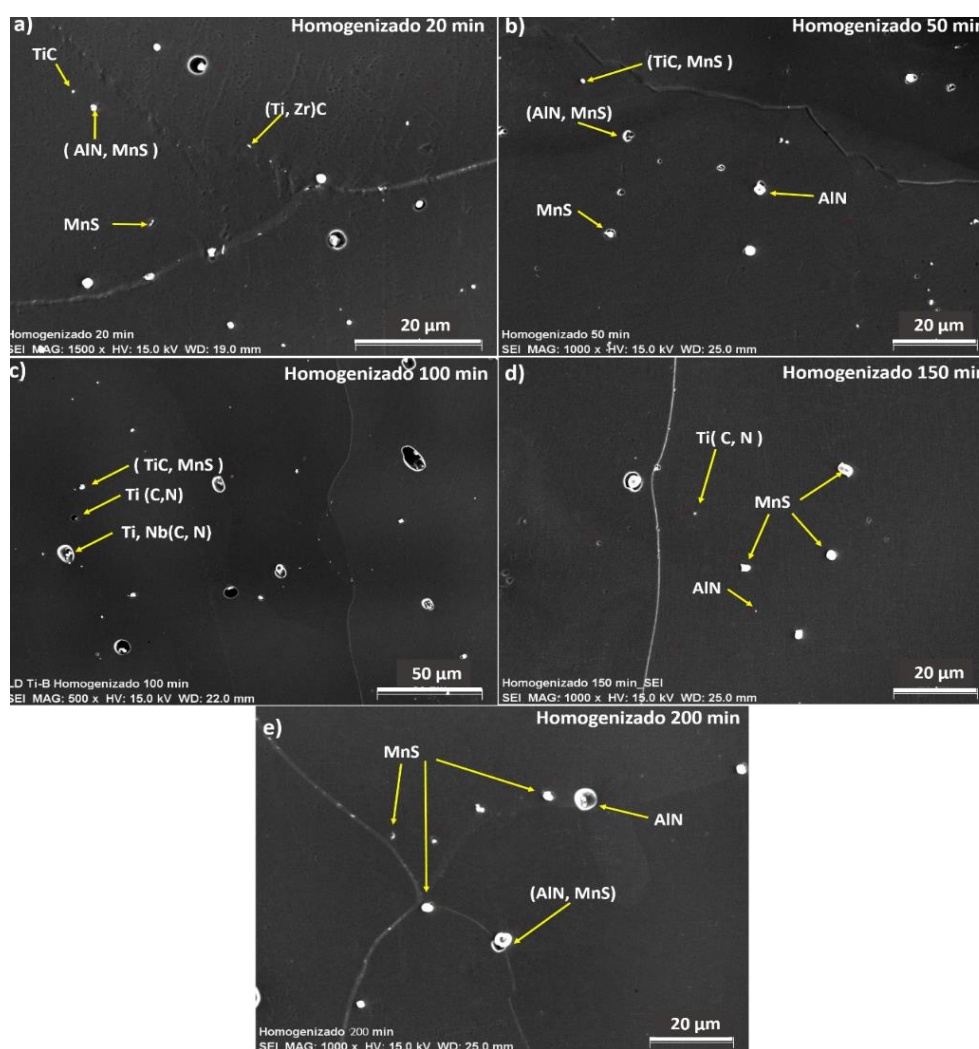


Figura 4.31 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de homogenizado: a) 20 min, b) 50 min, c) 100 min, d) 150 min y e) 200 min.

La presencia de carbonitruros de titanio Ti(C,N) y nitruros de aluminio AlN en el acero bajo estudio es debido a que el N tiene una alta afinidad por el Ti y el Al.

En la **Tabla 4.6** se presenta el resumen de las partículas detectadas mediante análisis puntuales EDS en el de homogenizado. Se observa que el Nb y Zr tienden a la formación carburos, los cuales tienen un efecto importante en las propiedades del material. A diferencia de la condición de solidificación el contenido (% en peso) de Al, C, Ti, Nb, N y S fue menor.

Tabla 4.6 Microanálisis de partículas complejas Ti, Zr, Nb en condición de homogenizado.

Partícula	Microanálisis puntuales en homogenizado de 20-200 min (% en peso)									Espectro
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	Zr	N	S	
(Ti, Zr)C	57.77 ± 1.65	25.29 ± 0.74	7.98 ± 0.38	4.38 ± 0.59	2.94 ± 0.11	-	1.61 ± 0.09	-	-	
Ti, Nb(C,N)	48.57 ± 2.44	25.17 ± 1.28	3.50 ± 0.30	0.35 ± 0.13	21.02 ± 1.05	0.69 ± 0.08	-	0.66 ± 1.07	-	
Ti(C, N)	51.11 ± 1.39	22.79 ± 0.69	16.39 ± 0.76	1.96 ± 0.31	0.46 ± 0.04	-	-	6.78 ± 1.16	-	
TiC	54.65 ± 1.55	21.40 ± 0.60	18.09 ± 0.79	5.16 ± 0.66	0.67 ± 0.05	-	-	-	-	
AlN	61.78 ± 1.98	26.74 ± 0.88	6.22 ± 0.34	1.42 ± 0.27	-	-	-	3.81 ± 0.75	-	
MnS	4.40 ± 0.17	52.19 ± 1.5	-	2.34 ± 0.36	-	-	-	-	22.66 ± 0.80	

La **Tabla 4.7** presenta la composición química de la matriz austenítica en para tiempos de homogenizado: 20, 50, 100, 150 y 200 minutos.

Tabla 4.7 Composición química de la matriz en condición de homogenizado.

Composición química (% en peso)				
Tiempo (min)	Fe	Mn	Al	C
20	62.54±2.01	29.06±0.82	5.54±0.29	2.84±0.43
50	62.41±1.84	28.86±0.84	6.30±0.36	2.42±0.36
100	63.80±2.06	27.85±0.84	6.32±0.32	2.32±0.40
150	65.16±1.90	25.54±0.76	7.25±0.36	2.04±0.41
200	63.76±1.92	22.09±0.87	7.51±0.31	1.93±0.29

Se observa que a medida que incrementa el tiempo de homogenizado el Mn disminuye proporcionalmente con el C, observándose una homogenización casi completa en la matriz hasta los 200 min. La **Figura 4.32** muestra la evolución del tamaño de grano y concentración del Mn en la matriz austenítica.

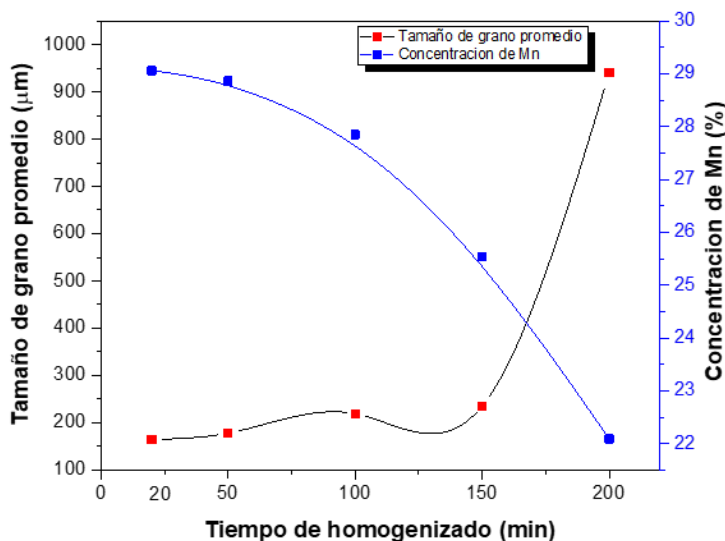


Figura 4.32 Evolución del tamaño de grano promedio versus concentración de manganeso en la matriz austenítica.

La **Figura 4.33** presenta los mapeos químicos en condición de homogenizado para la evaluación del contenido del Mn en las zonas interdendríticas.

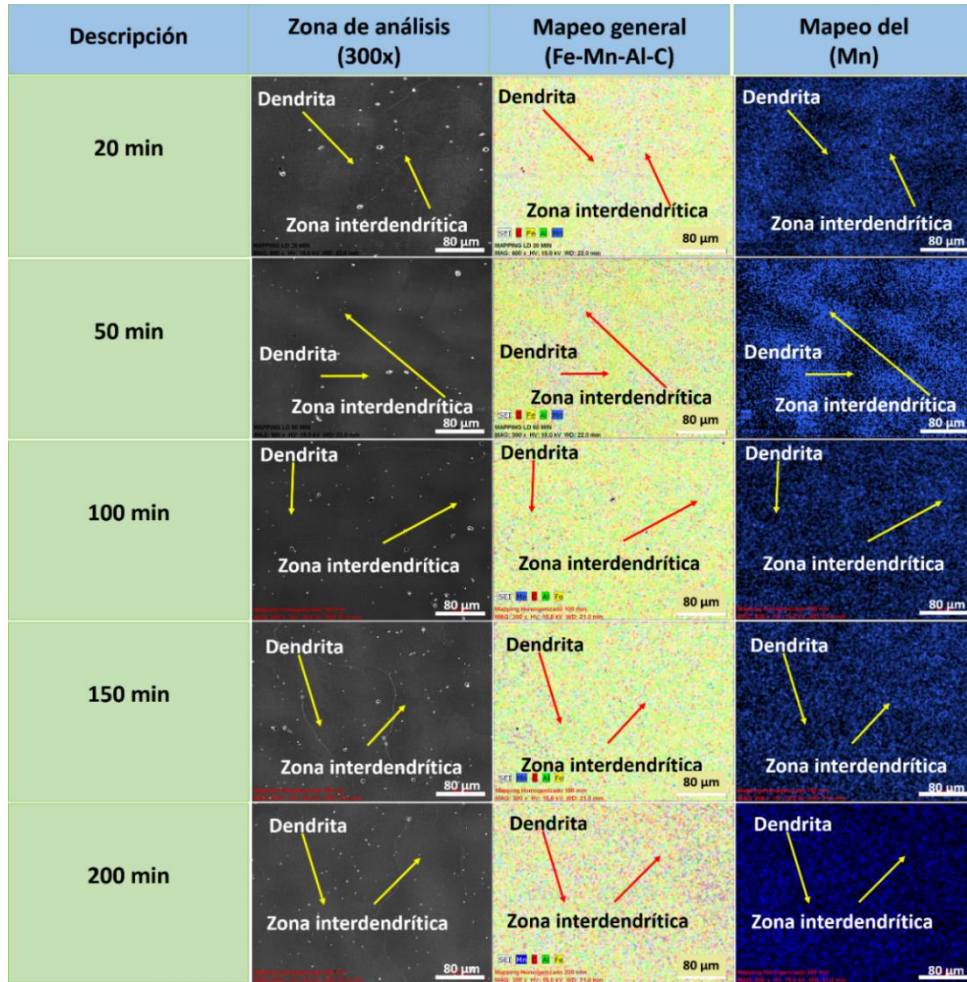


Figura 4.33 Mapeos de concentración química de los elementos de la aleación base en el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de homogenizado en las zonas interdendríticas.

Se observa que para 20 y 50 minutos de homogenizado la concentración de Mn está segregado en las zonas interdendríticas pre-existent de la condición de solidificación, a medida que incrementa el tiempo, la segregación se homogeniza en la matriz para tiempos entre 100-200 min.

4.6.3 Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.

En la **Figura 4.34** se muestran los ángulos de difracción cuya relación de ángulos 2θ de los picos presentes se desglosa en las **Tablas 3.9-3.14**. Observándose la presencia de los picos característicos de las fases austenita, ferrita y kappa, donde la fase kappa presenta una intensidad de pico mucho menor que la del resto de fases.

Se observa que, a mayores tiempos de homogenizado, los picos de la fase kappa tienden a atenuarse, lo cual se asocia con el menor grado de segregación.

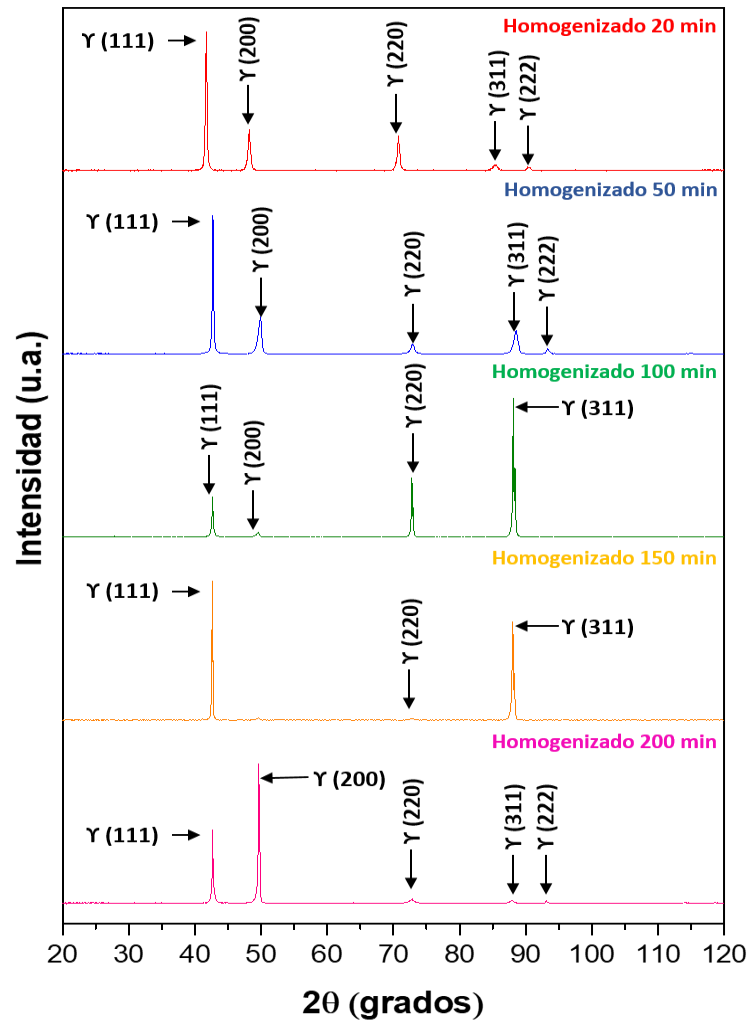


Figura 4.34 Patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de homogenizado.

Por otro lado, en la **Figura 4.35** se presentan acercamientos en los ángulos donde las fases difractaron con menor intensidad como la fase ferrita y kappa. Dichas fases difractaron en tiempos de homogenización entre 20 y 150 min. Sin embargo, la fase kappa no difractó para un tiempo de 200 min. Debido a que las altas temperaturas y largos tiempos de homogenizado disolvieron fases secundarias y carburos.

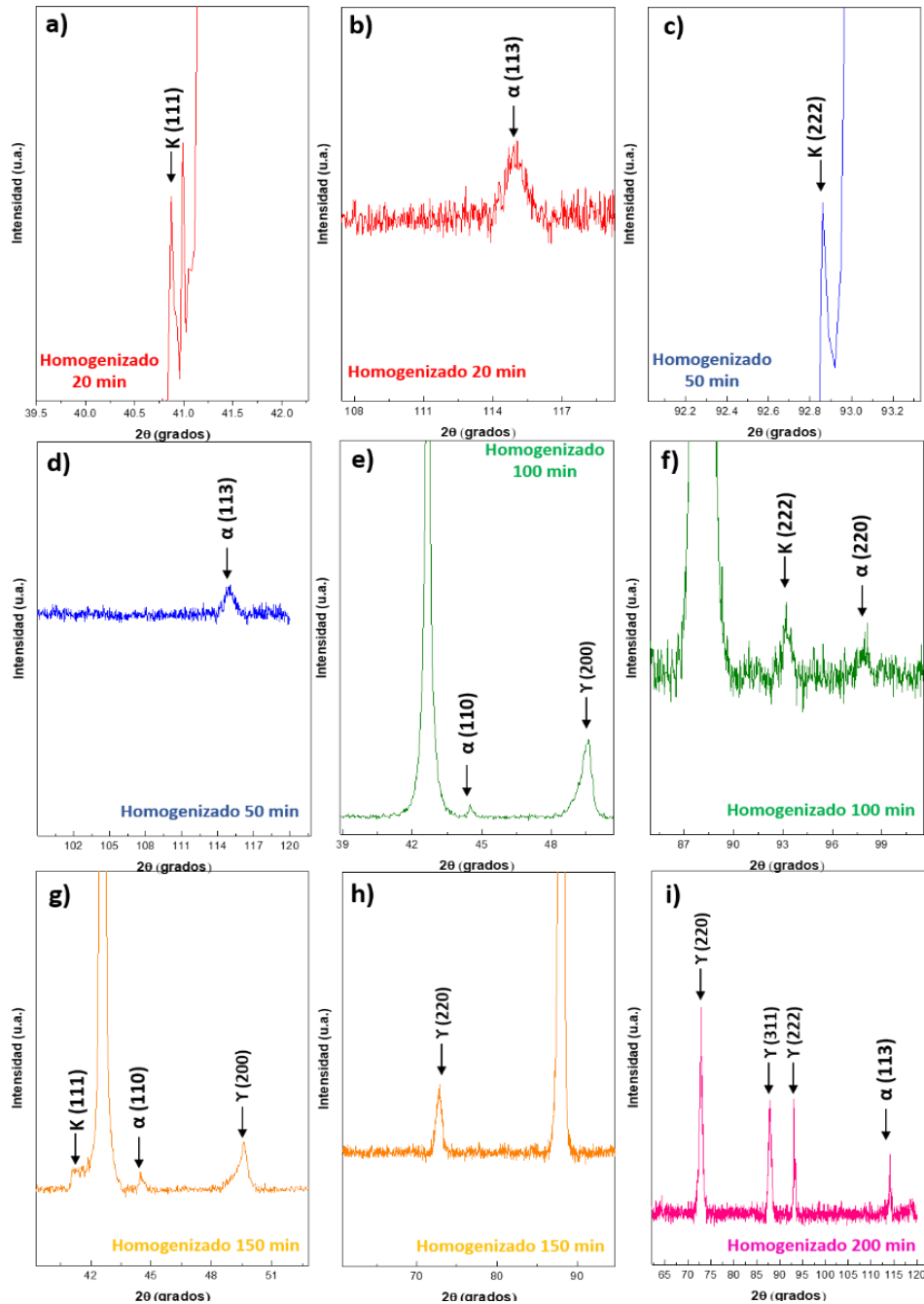


Figura 4.35 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de homogenizado.

4.6.4 Microdureza Vickers.

La Figura 4.36 presenta la microdureza en función del tiempo de homogenización a 20, 50, 100, 150 y 200 min.

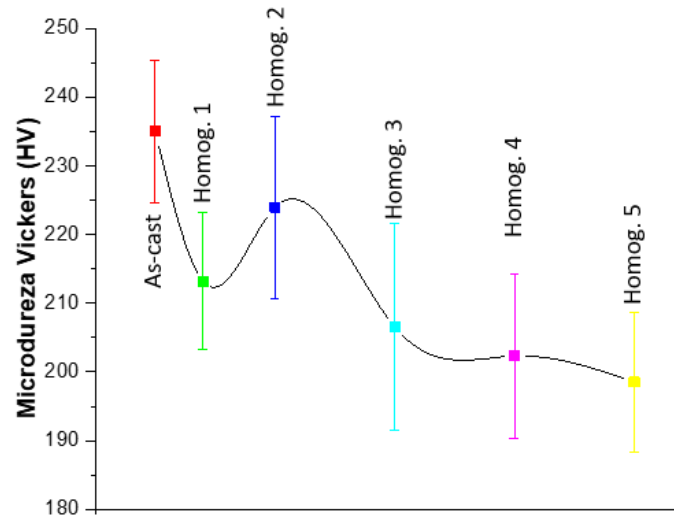


Figura 4.36 Microdureza en condición de homogeneizado para tiempos: 20, 50, 100, 150 y 200 minutos de permanencia.

Se observa que la dureza disminuyó bruscamente en el tiempo de homogeneización de 20 min, principalmente debido a la disolución de fase kappa y las partículas de la segunda fase a alta temperatura 1100 °C. Sin embargo, en esta condición no hay tiempo suficiente para alcanzar una homogeneización total. Por otro lado, a los 50 min del tiempo de homogeneización, el acero de baja densidad exhibió una microestructura de granos austeníticos gruesos equiaxeados y se detectó una menor cantidad de ferrita- α y fase kappa. El análisis de la composición química y la metalografía indicaron que la segregación desaparece después de 50 minutos de tratamiento térmico. Posteriormente, a medida que aumenta el tiempo de homogeneización, se produjo un notable crecimiento de grano, ocasionando una disminución significativa en el valor de dureza de 198 HV. En este caso, el tiempo óptimo de homogeneización es de 50 minutos, ya que el Mn se distribuye de manera más uniforme y el tamaño de grano austenítico no es demasiado grande.

4.7 Condición de tratamiento térmico-mecánico de laminación en caliente.

4.7.1 Resultados de microscopía óptica de luz (MO).

Las imágenes de la **Figura 4.37a-c** muestran la microestructura del acero LD-Ti/B en condición de laminación en caliente.

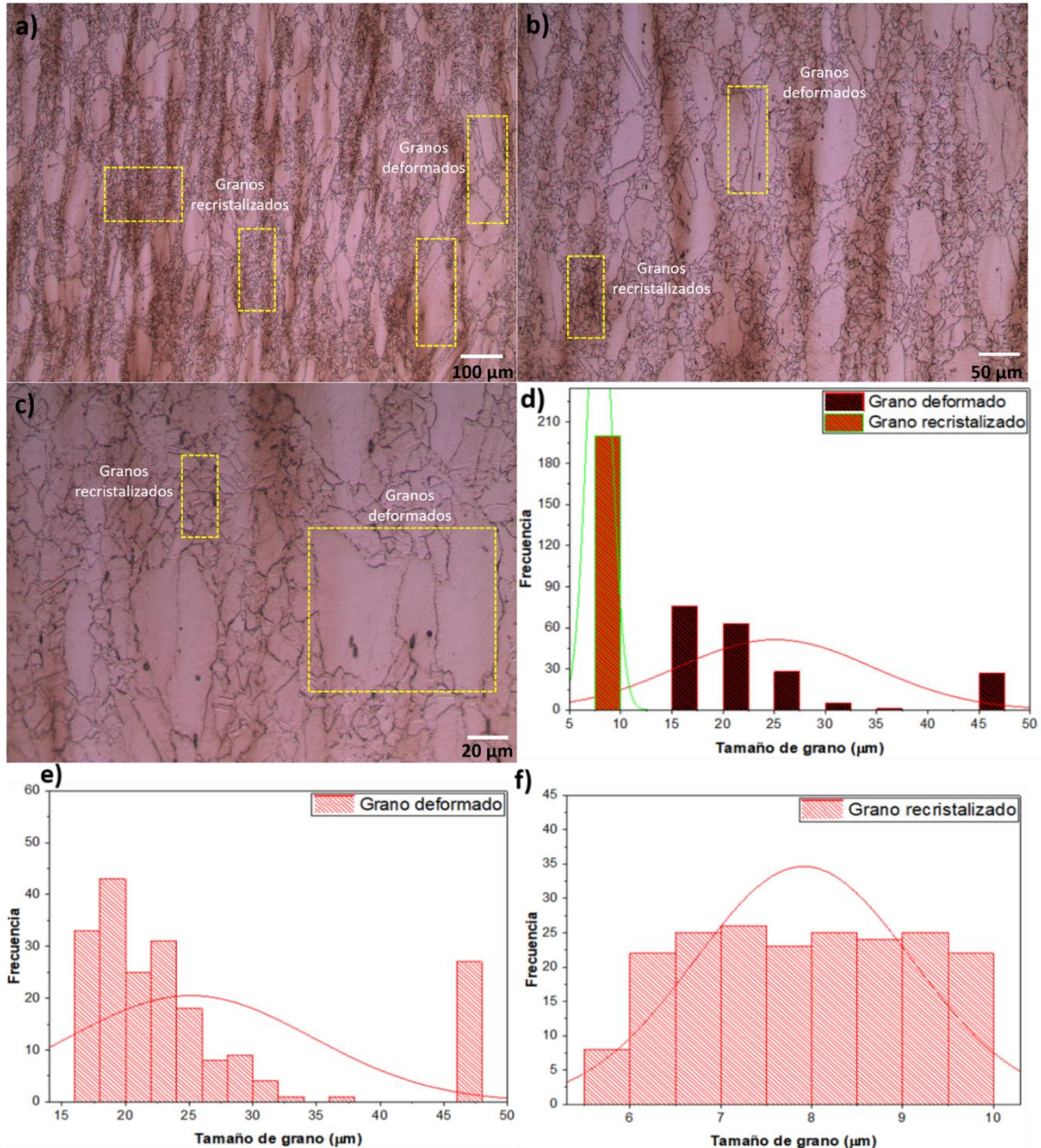


Figura 4.37 Microestructura bimodal (*Grano deformado-recristalizado*) en condición de laminación en caliente para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

En las micrografías se aprecian granos deformados burdos rodeados de granos finos conglomerados (*efecto de collar*) en el sentido de laminación, además de que se alcanzan a apreciar las líneas de segregación que también se orientan en dirección de la laminación. Evidenciándose también la presencia de algunas partículas como MnS y AlN.



Lo anterior es un claro indicio de que la presencia de los microaleantes en mayor o menor medida favorece la recrystalización dinámica durante el laminado de los aceros de baja densidad para el intervalo de temperaturas empleado (1110 a 900°C) con posterior enfriamiento en horno hasta temperatura ambiente con la finalidad de relajar los esfuerzos previos a la deformación por laminación.

Un fenómeno importante que cabe mencionar es que la recrystalización continua a diferencia de la discontinua ocurre preferentemente en materiales muy deformados, en los que la distribución de dislocaciones es más homogénea. En este caso el tipo de recrystalización es discontinua, generando estructuras de collar debido a que no fue suficiente la deformación plástica para generar grano fino homogéneo. La velocidad de nucleación aumenta con la cantidad de deformación y energía almacenada, tamaño de grano fino y otro factor importante son las impurezas como los precipitados, ya que estos incrementan la velocidad de nucleación y disminuye la velocidad de crecimiento de la recrystalización.

En las gráficas de la **Figura 4.37 d-f** se presentan las distribuciones de granos deformados y recrystalizados, donde el grano deformado presenta un tamaño promedio de $25.10 \mu\text{m} \pm 9.57$, mientras que los granos recrystalizados de $7.91 \mu\text{m} \pm 1.19$. Es importante destacar que el tamaño de grano recrystalizado, además de la cantidad de deformación, también depende de la velocidad de deformación, la cual en esta investigación se mantuvo constante y en un valor medio (aprox. 0.1 s^{-1}).

4.7.2 Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).

En la **Figura 4.38** se presenta la microestructura de deformación en caliente donde se pueden apreciar partículas precipitadas como AlN y MnS distribuidas uniformemente en los granos deformados y recrystalizados, siendo además una microestructura bimodal (grano deformado-recrystalizado), y a mayores magnificaciones se observa claramente el inicio de la estructura modulada por la presencia de carburos kappa (ver **Figura 4.38d**).

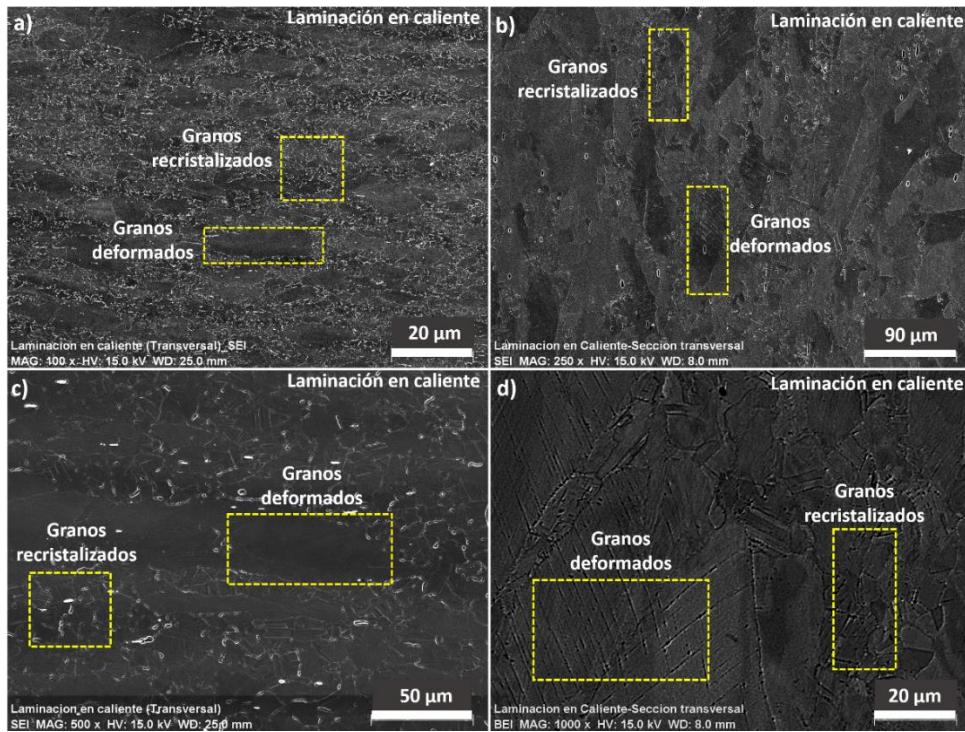


Figura 4.38 Micrografías en condición de deformación en caliente (sección transversal).

Por otro lado, en la **Figura 4.39**, se observa que la precipitación de los carburos presentes es favorecida y acelerada por la deformación aplicada durante la deformación en caliente.

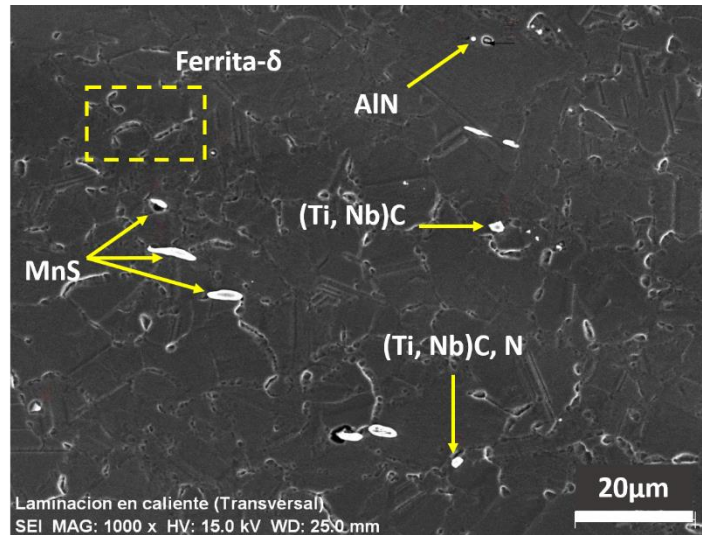


Figura 4.39 Partículas precipitadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de deformación para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C-0.019Ti-0.0053B.

La cinética de formación de precipitados depende de las variables del proceso y la composición química del acero. Otro punto importante que mencionar es que, la velocidad de deformación ejerce una influencia significativa sobre la subestructura del material durante la deformación en caliente a alta temperatura. De hecho, la aniquilación de dislocaciones ocurre más fácilmente a mayor temperatura y velocidad de deformación baja. En la **Tabla 4.8**, se resumen las partículas presentes en la condición de laminación en caliente.

Tabla 4.8 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de laminación en caliente.

Partícula	Microanálisis puntuales para laminación en caliente								Espectro
	(% en peso)								
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	N	S	
(Ti, Nb)C	21.38 ± 0.62	10.86 ± 0.34	3.03 ± 0.15	7.17 ± 0.94	46.29 ± 1.13	11.24 ± 0.39	-	-	
Ti, Nb(C,N)	5.53 ± 0.21	3.76 ± 0.15	1.95 ± 0.11	8.35 ± 1.09	60.29 ± 1.64	16.82 ± 0.59	3.29 ± 0.91	-	
TiC	33.71 ± 2.51	19.91 ± 1.47	27.09 ± 0.11	10.54 ± 0.23	8.75 ± 1.14	-	-	-	
AlN	20.79 ± 0.72	9.03 ± 0.31	25.37 ± 1.32	5.81 ± 0.93	-	-	38.98 ± 5.34	-	
MnS	6.48±0. 25	50.38 ±1.51	-	3.23± 0.54	-	-	-	21.32 ± 0.38	

Algo importante que mencionar es que, en la etapa final de la deformación en caliente, estos precipitados retardan la recrystalización, esencialmente bloqueando la subestructura y, por lo tanto, previniendo la evolución de los granos recrystalizados por el proceso de migración de las dislocaciones y sub-granos. Algunos estudios [117] han mostrado que los precipitados inducidos por deformación no son capaces de actuar como barreras cuando su tamaño excede un tamaño crítico. En este caso, éstos pueden incrementar la tasa de recrystalización al actuar como sitios de nucleación para la recrystalización. Se ha mostrado que el efecto más importante de los elementos microaleantes es en la formación de finos carbonitruros como el caso de Ti y Nb para el acero bajo estudio, los cuales retardan la recrystalización en mayor grado que los elementos de soluto. Es por ello que la precipitación de carbonitruros, su cinética e interacción con la recrystalización son de gran importancia para el conformado en caliente de materiales. Por otro lado, se detectó la presencia de ferrita- δ , la cual resulta de la descomposición de la austenita a altas temperaturas.

4.7.3 Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.

En la **Figura 4.40 a-b** se muestran los ángulos de difracción del acero de baja densidad bajo estudio cuya relación de ángulos 2θ de los picos presentes se desglosa en las **Tablas 3.9-3.14**.

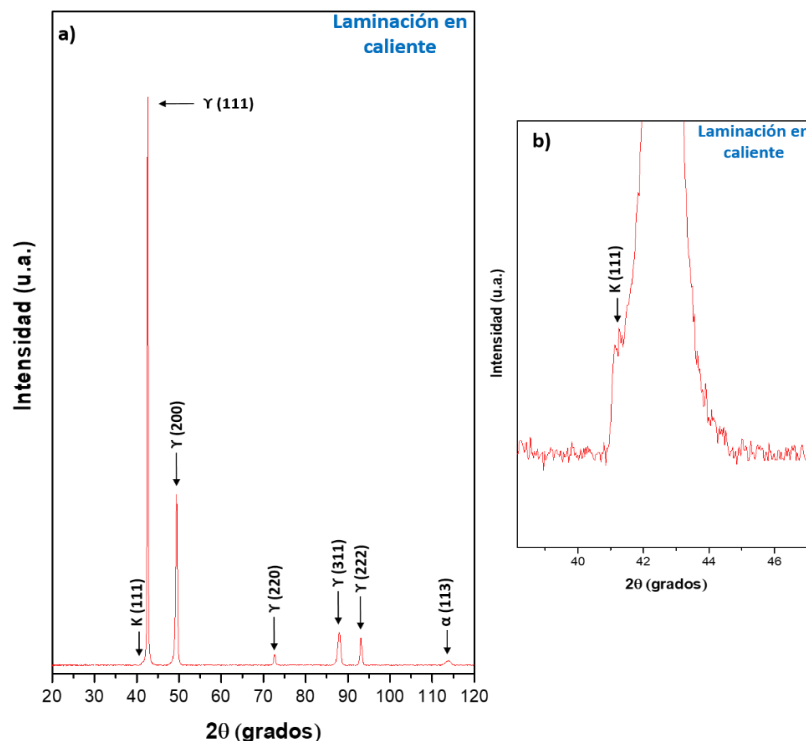


Figura 4.40 Patrón de difracción de acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C-0.019Ti-0.0053B en condición de laminación.

Se observa la presencia de los picos característicos de la fase austenita, ferrita y kappa, donde resulta notoria la baja intensidad de los picos de la fase kappa.

4.7.4 Microdureza Vickers.

En la **Figura 4.41** se muestra la evolución de la dureza durante los tratamientos de homogenización y laminación en caliente, donde la máxima dureza corresponde a la condición de laminación en caliente alcanzando valores de hasta $283.36 \text{ HV} \pm 21.39$, lo cual se debe al refinamiento de grano, producto de la recristalización dinámica.

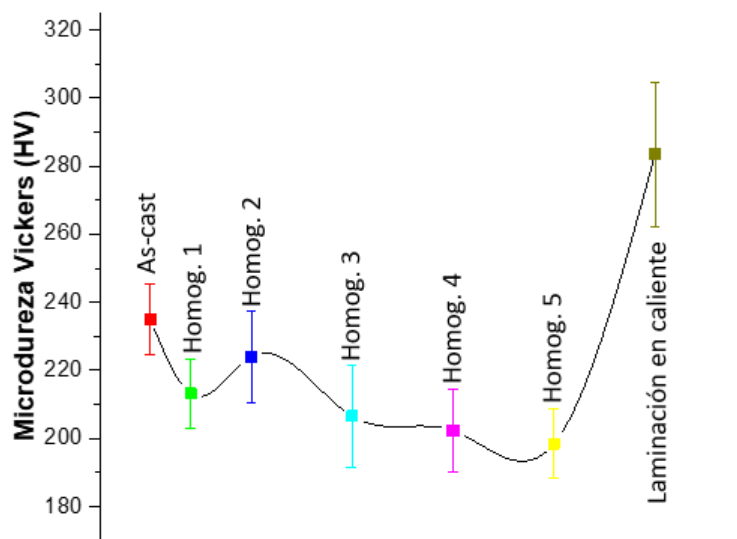


Figura 4.41 Evolución de la microdureza incluyendo la condición de laminación en caliente.

4.8 Condición de tratamiento térmico de solubilizado.

4.8.1 Resultados de microscopía óptica de luz (MO).

En la **Figura 4.42a-c**, se observan las microestructuras de solubilizado a diferentes magnificaciones, donde se aprecian granos austeníticos equiaxiales homogéneos, efecto de refinamiento aportado por la presencia de los elementos microaleantes. También se observa la presencia de maclas de recocido. El tamaño de grano promedio fue de $25.28 \mu\text{m} \pm 3.87$ (ver **Figura 4.42d**).

Sin embargo, un dato importante es que desde la condición de solubilizado inicia el crecimiento de una estructura modulada espinodalmente a lo largo de las direcciones ortogonales $\langle 100 \rangle$ dando como resultado una disposición periódica de carburos kappa, $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}_x$, en la matriz de austenita [118].

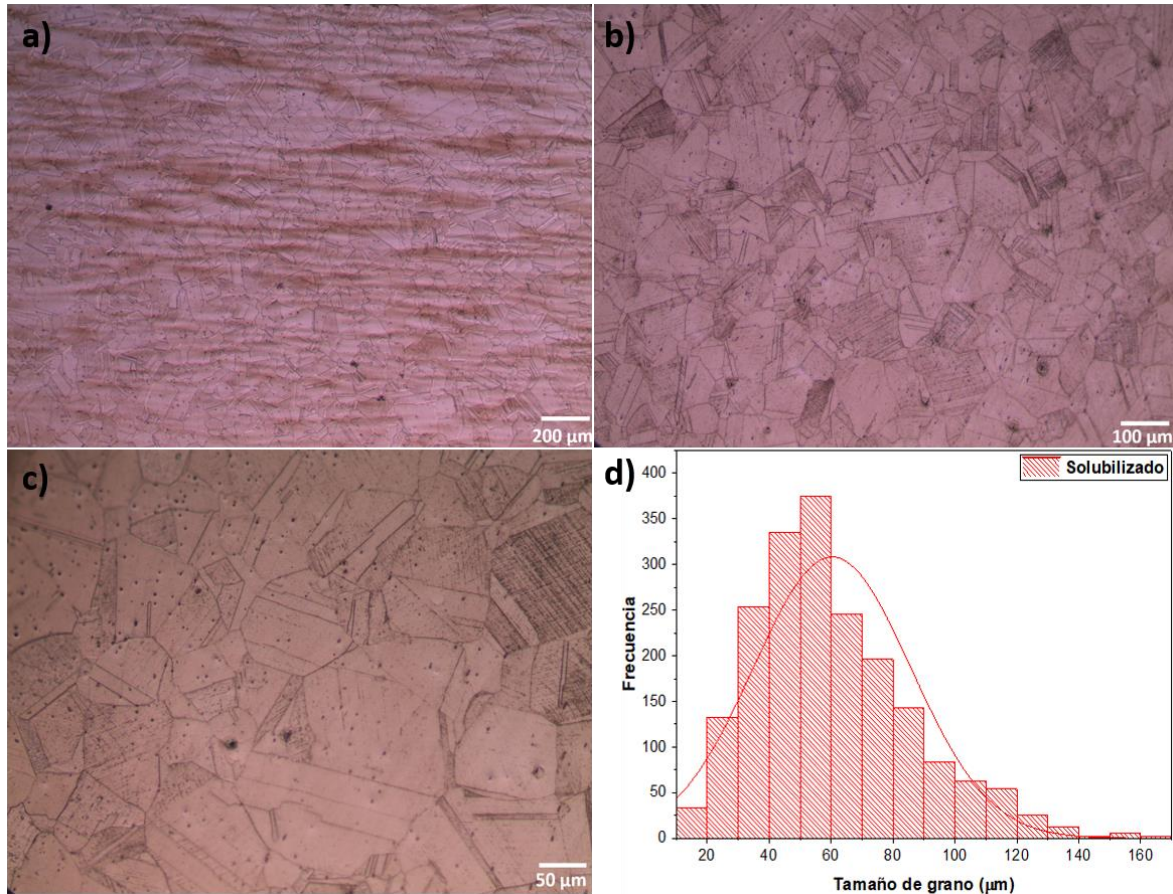


Figura 4.42 Microestructura en condición de solubilizado para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C

4.8.2 Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).

La Figura 4.43 presenta la microestructura en condición de solubilizado, la cual consiste de granos de austenita, así como maclas de recocido. Observándose una gran cantidad de partículas y carburos distribuidos uniformemente sobre la matriz aunado con el inicio de una estructura modulada generada por descomposición espinodal durante el temple. Por otro lado, se observa la presencia de carbonitruros finos, AlN y MnS (ver Figura 4.44). En la Tabla 4.9 se muestra el resumen de las partículas detectadas por MEB identificadas mediante análisis químicos puntuales.

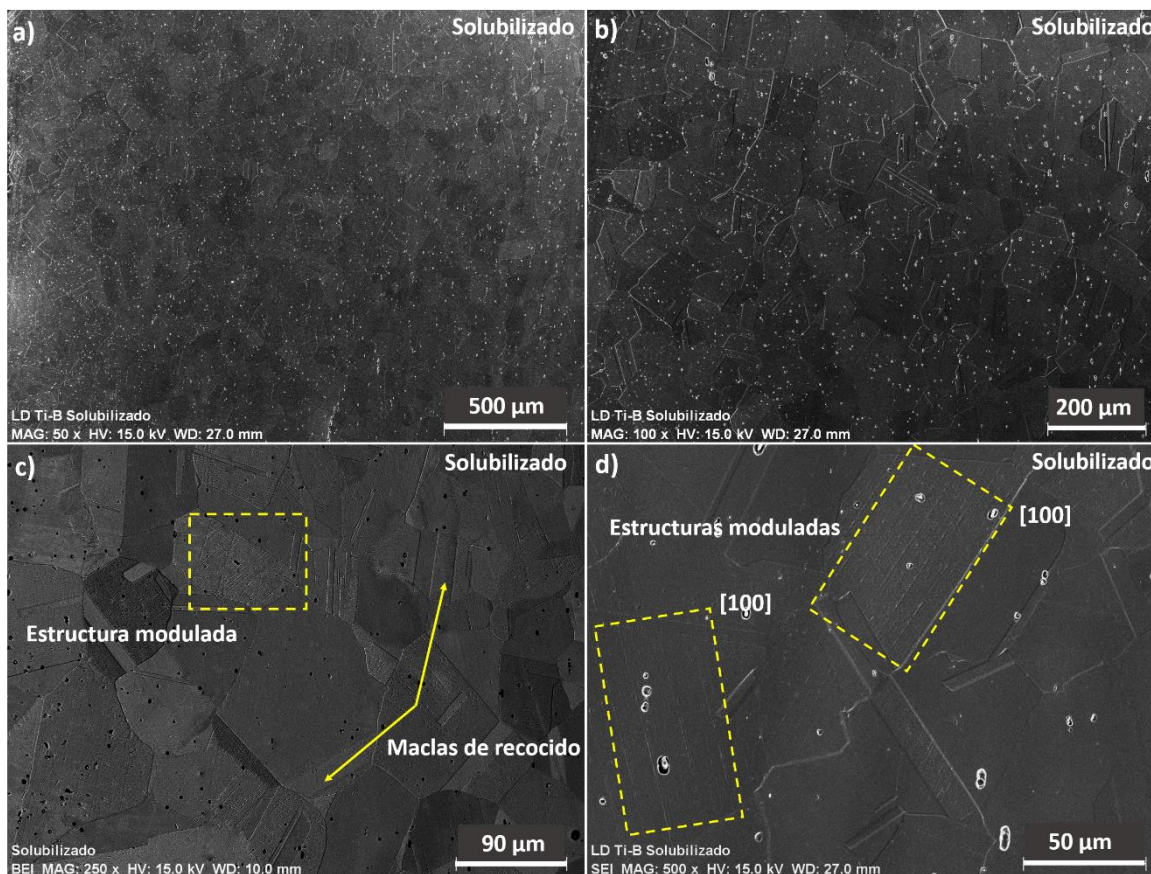


Figura 4.43 Micrografías en condición de solubilizado a 1100 °C.

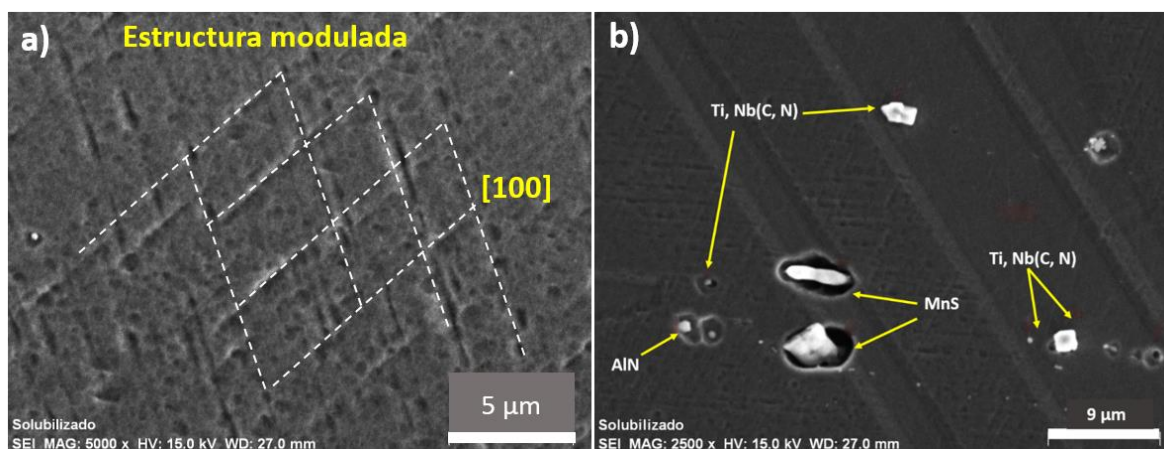


Figura 4.44 a) Estructura modulada y b) Partículas precipitadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de solubilizado a 1100 °C.

Tabla 4.9 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de solubilizado.

Partícula	Microanálisis puntuales para solubilizado (1100°C)								Espectro
	(% en peso)								
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	N	S	
Ti, Nb(C, N)	10.61 ± 0.37	4.99 ± 0.21	11.19 ± 0.53	6.94 ± 1.02	42.87 ± 1.24	13.02 ± 0.49	10.35 ± 1.21	-	
(Ti, Nb)C	8.63 ± 8.38	10.73 ± 3.81	5.27 ± 0.49	12.84 ± 0.89	51.74 ± 9.03	12.13 ± 4.31	-	-	
Ti(C, N)	42.87 ± 1.38	18.29 ± 0.65	23.23 ± 1.12	3.24 ± 0.64	0.83 ± 0.07	-	11.51 ± 1.18	-	
TiC	49.75 ± 8.49	21.01 ± 1.41	12.37 ± 2.87	9.41 ± 0.17	7.45 ± 1.74	-	-	-	
AlN	15.13 ± 0.52	7.23 ± 0.27	26.93 ± 1.31	6.22 ± 0.99	-	-	43.31 ± 6.39	-	
MnS	9.38 ± 0.61	48.15 ± 1.5	-	2.34 ± 0.45	-	-	-	19.71 ± 0.75	

4.8.3 Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.

En la **Figura 4.45a-b** se muestran los ángulos de difracción cuya relación de ángulos 2θ de los picos presentes se desglosa en las **Tablas 3.9-3.14**, observándose la presencia de los picos característicos de la fase austenita, ferrita y kappa, donde la fase kappa se encuentra a expensas de los picos de austenita y anclados, debido a que la fase kappa es básicamente una estructura cubica centrada en las caras, además de que las dimensiones de las celdas unitarias son muy similares. Moon y col. [24] reportan parámetros de red de la fase austenita- γ con la fase kappa.

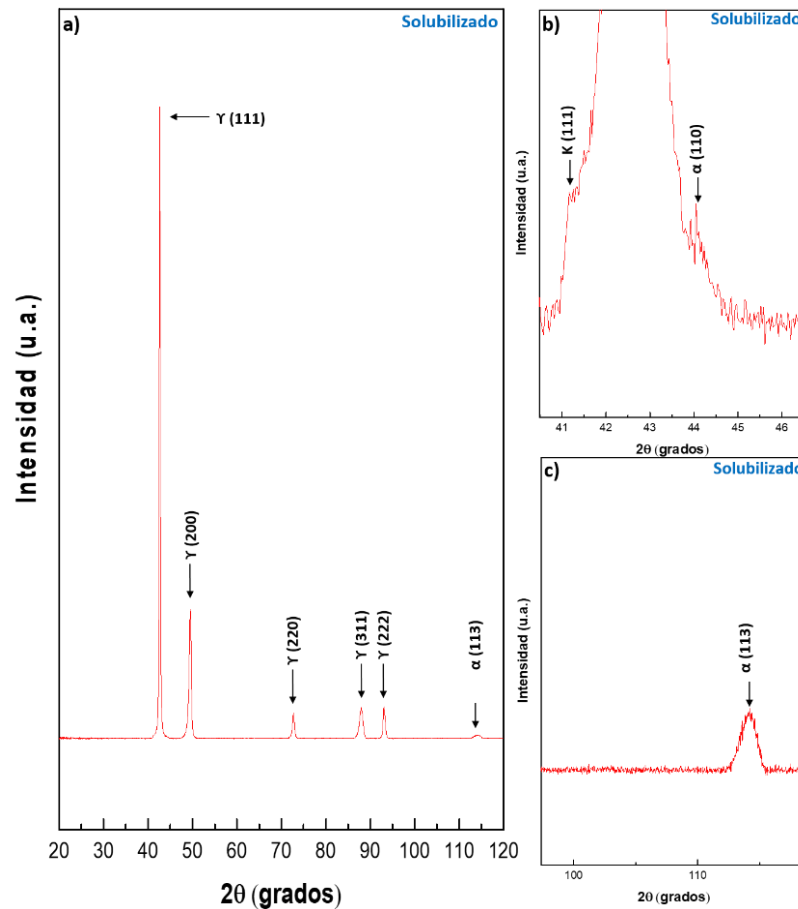


Figura 4.45 Patrón de difracción de rayos-X en condición de solubilizado.

4.8.4 Microdureza Vickers.

En la **Figura 4.46** se presenta la microdureza de la condición de solubilizado respecto a las condiciones de homogeneización y laminación alcanzando valores de hasta 258.93 HV \pm 8.64, la cual presenta una disminución respecto a la condición de deformación en caliente. Esta disminución se explica a que durante el recocido de solubilización los granos deformados y recristalizados crecieron por efecto de la temperatura y tiempo generando una microestructura equiaxial con maclas de recocido. Es importante mencionar que durante este tratamiento muchos precipitados alcanzan a disolver en la austenita disminuyendo el endurecimiento.

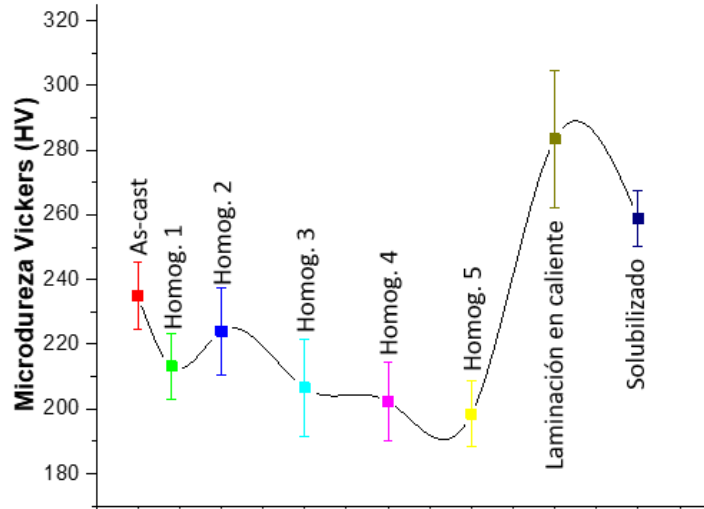


Figura 4.46 Evolución de la microdureza incluyendo la condición de solubilizado.

4.9 Condición de tratamiento térmico de envejecimiento.

4.9.1 Resultados de microscopía óptica de luz (MO).

4.9.1.1 Envejecimiento a 450 °C.

Las Figuras 4.47-4.51 muestran las microestructuras obtenidas durante el envejecimiento a 450°C durante 6, 12, 24, 36 y 48 h, respectivamente.

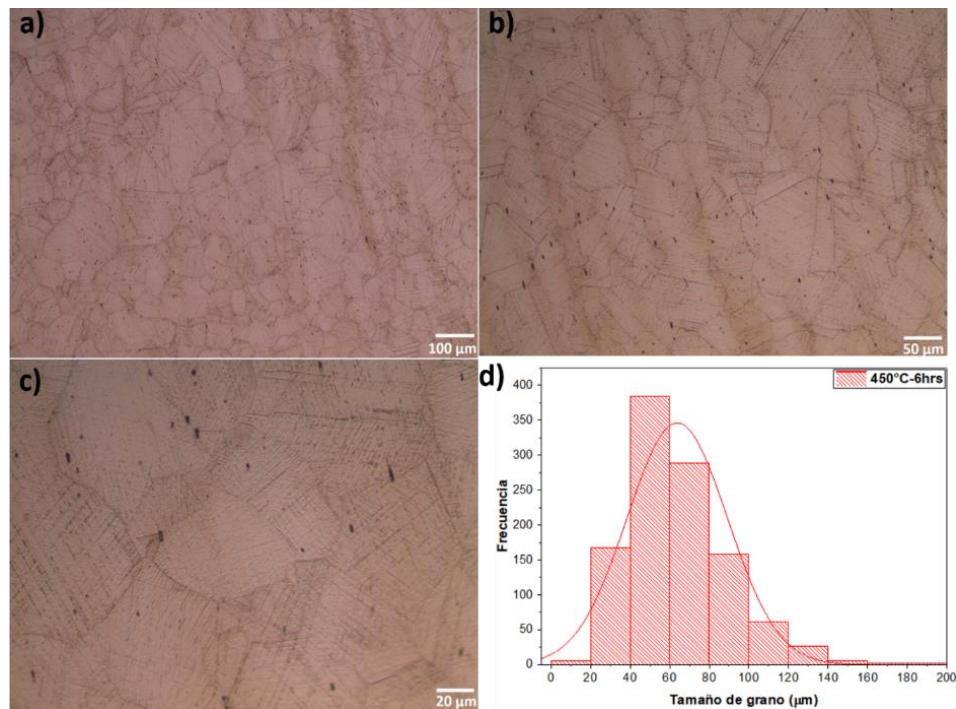


Figura 4.47 Microestructura en condición de envejecimiento a 450°C durante 6 h.

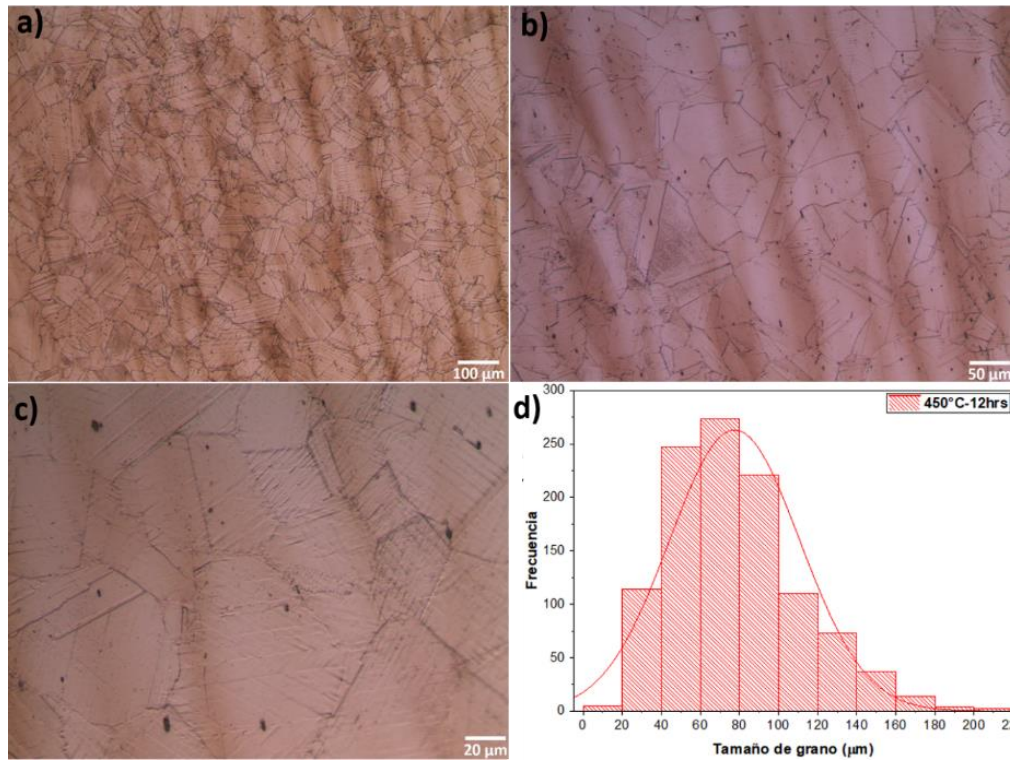


Figura 4.48 Microestructura en condición de envejecimiento a 450°C durante 12 h.

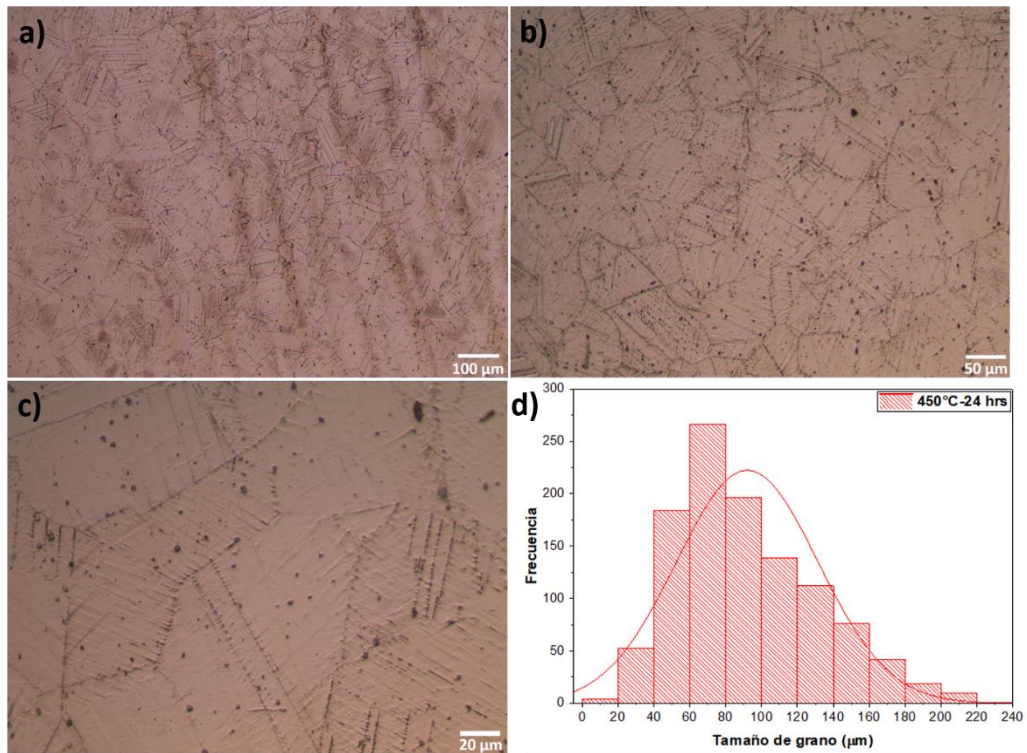


Figura 4.49 Microestructura en condición de envejecimiento a 450°C durante 24 h.

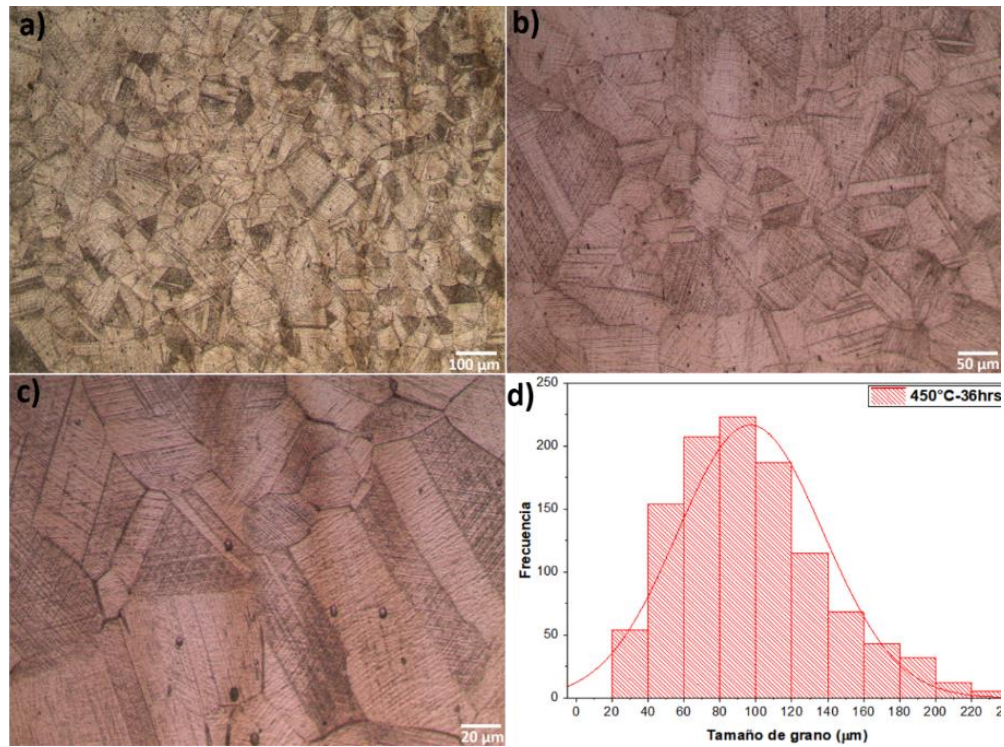


Figura 4.50 Microestructura en condición de envejecimiento a 450°C durante 36 h.

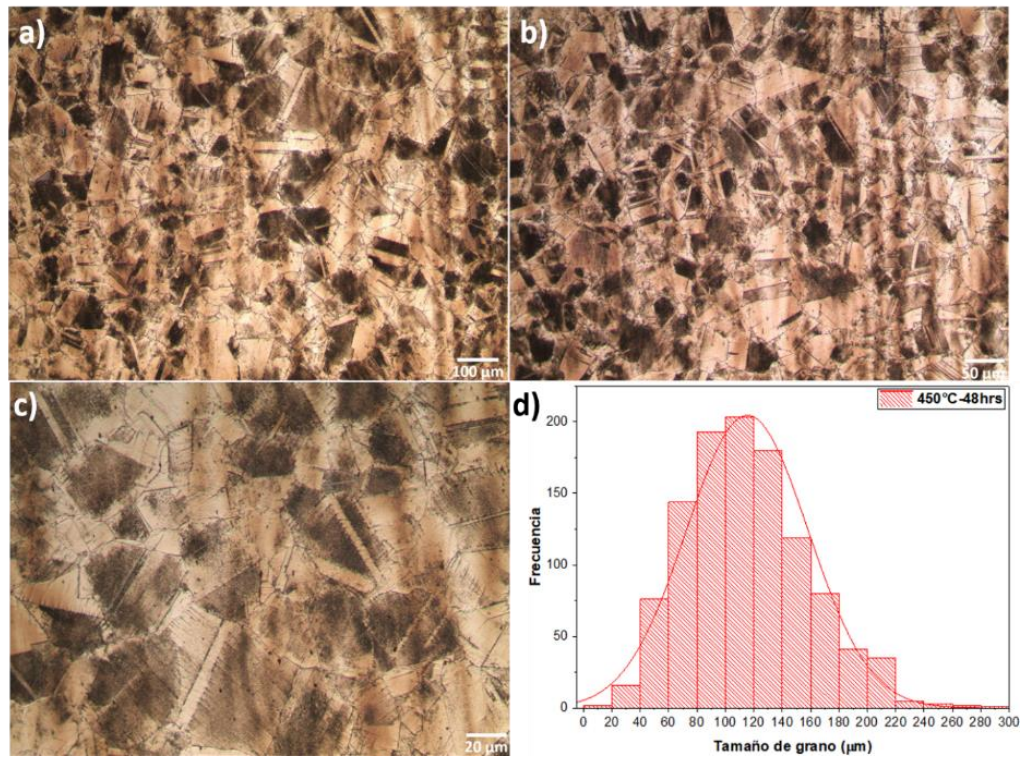


Figura 4.51 Microestructura en condición de envejecimiento a 450°C durante 48 h.



Las microestructuras a 6, 12, 24, 36 y 48 h de envejecimiento presentaron una estructura equiaxial con maclas de recocido y tamaño de grano promedio reportados en la **Tabla 4.10**. Por otro lado, a 450°C se presentaron fases de austenita- γ , ferrita- α , kappa y B2/DO3 en la matriz austenítica.

Tabla 4.10 Tamaño de grano promedio a 450 °C de envejecimiento.

6 h	12 h	24 h	36 h	48 h
23.31 $\mu\text{m} \pm 4.45$	23.11 $\mu\text{m} \pm 4.48$	24.42 $\mu\text{m} \pm 4.12$	23.58 $\mu\text{m} \pm 4.65$	22.36 ± 4.65

Se observa que el tamaño de grano promedio no presenta crecimiento conforme el tiempo de envejecimiento incrementa. Es importante señalar que el tratamiento térmico de envejecimiento realizado entre el rango de 6 hasta 24 h presentó una microestructura similar a la de solubilizado en presencia de estructuras moduladas y maclas de recocido en el grano austenítico. Por otro lado, la morfología del grano austenítico cambio en los tiempos 36 y 48 h de envejecimiento, observándose pequeñas partículas esferoidizadas, lo cual se atribuye a la presencia de carburos kappa (Fe,Mn)₃Al que engrosaron en la matriz austenitica por efecto del tiempo. La formación de la fase B2/DO3 durante el tratamiento térmico se originó por la descomposición de la ferrita.

Sin embargo, hay poca información de la fase B2 (Fe-Al) / DO3 (Fe₃Al) en el sistema Fe-Mn-Al-C, la mayoría de los autores muestran predicciones de fases dando como resultado descomposiciones de la ferrita a bajas temperaturas siendo esta fase un intermetalico del diagrama Fe-Al. Chen et.al [16] reportaron para un acero Fe-8Al-29Mn-0.9C-1.5Si, partículas discretas que contenían mezclas de fase (ferrita- α +DO3) que se formaron en límites de grano durante el enfriamiento. Por otro lado, Acselrad et. al. [19] reportaron para un acero Fe-28%Mn-8.5Al-1C-1.25Si que la fase kappa se forma inicialmente en las regiones de DO3. De modo que, la secuencia de la descomposición de fase se denota de la siguiente manera: $\gamma \rightarrow$ kappa + ferrita- α (B2/DO3).

4.9.1.2 Envejecimiento a 550°C.

Las **Figuras 4.52-4.56** muestran las microestructuras obtenidas durante el envejecimiento a 550°C durante 6, 12, 24, 36 y 48 h, respectivamente.

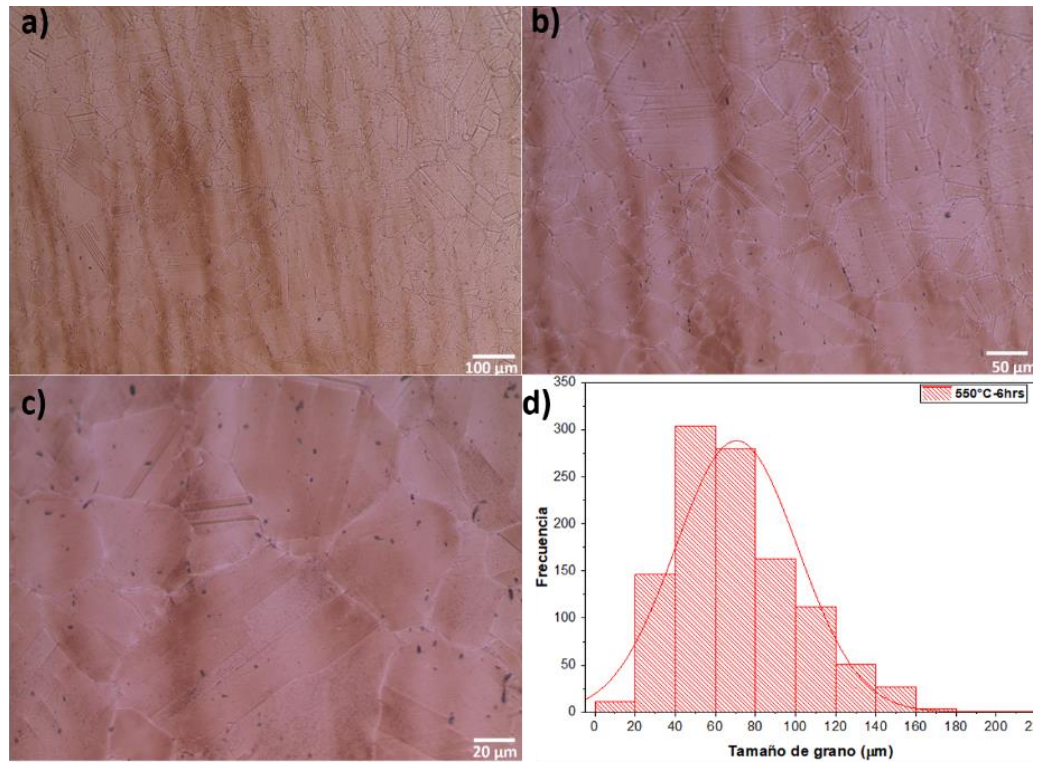


Figura 4.52 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 6 h.

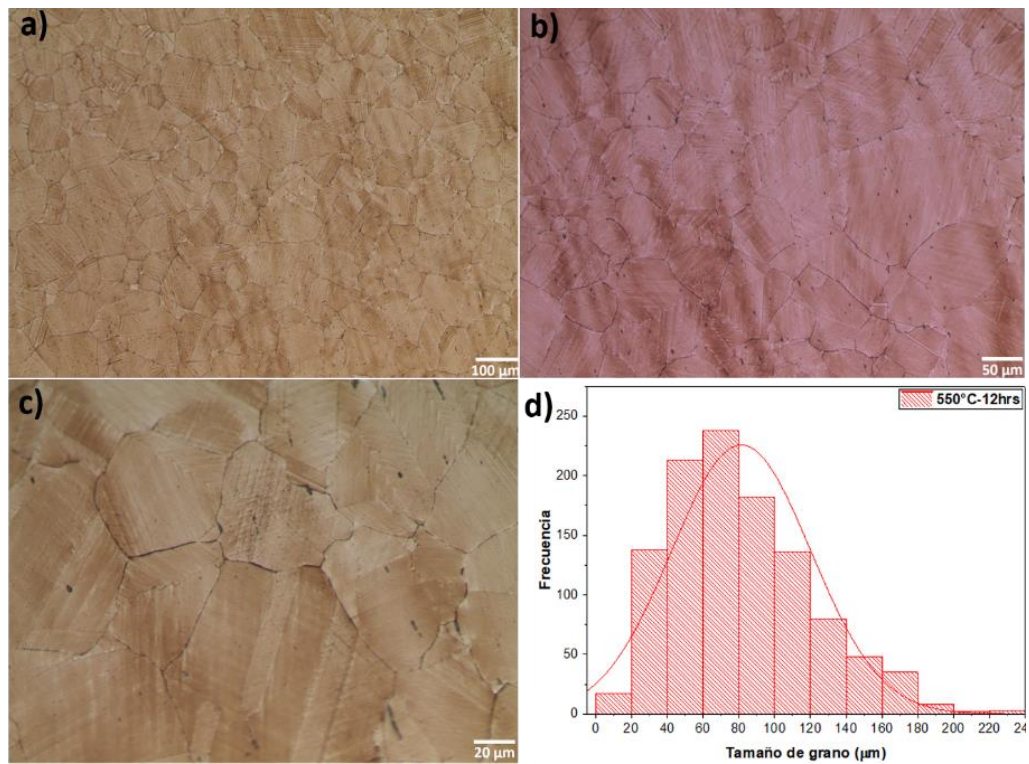


Figura 4.53 Microestructura en condición de envejecimiento a 550 °C durante 12 h.

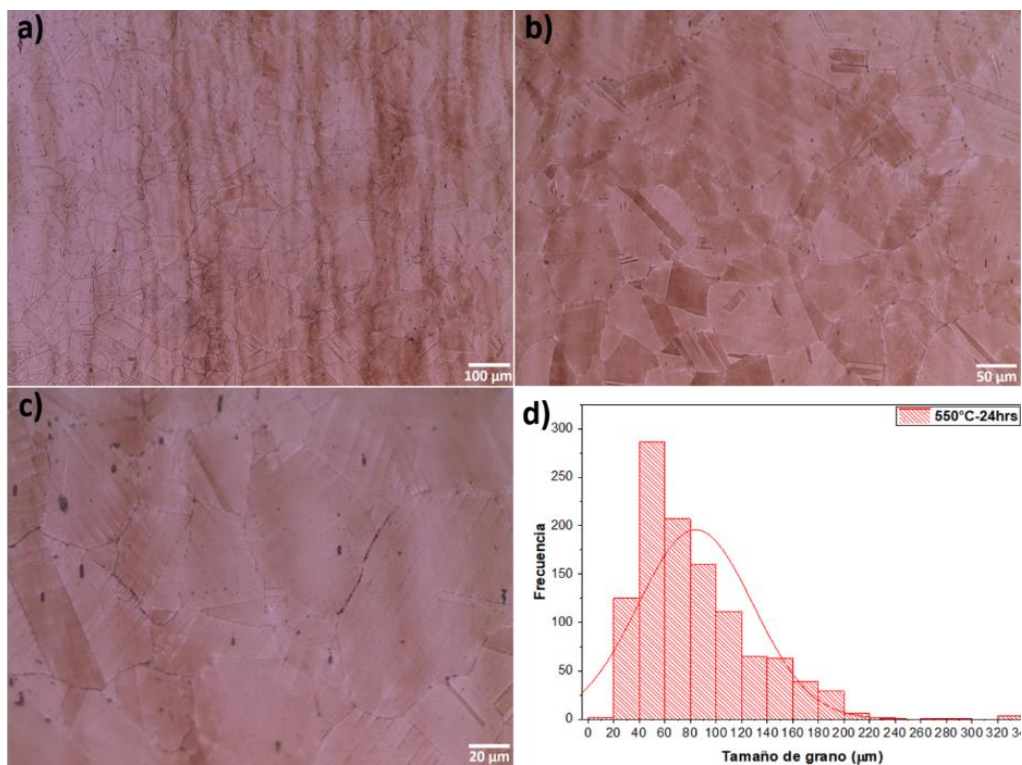


Figura 4.54 Microestructura en condición de envejecimiento a 550°C durante 24 h.

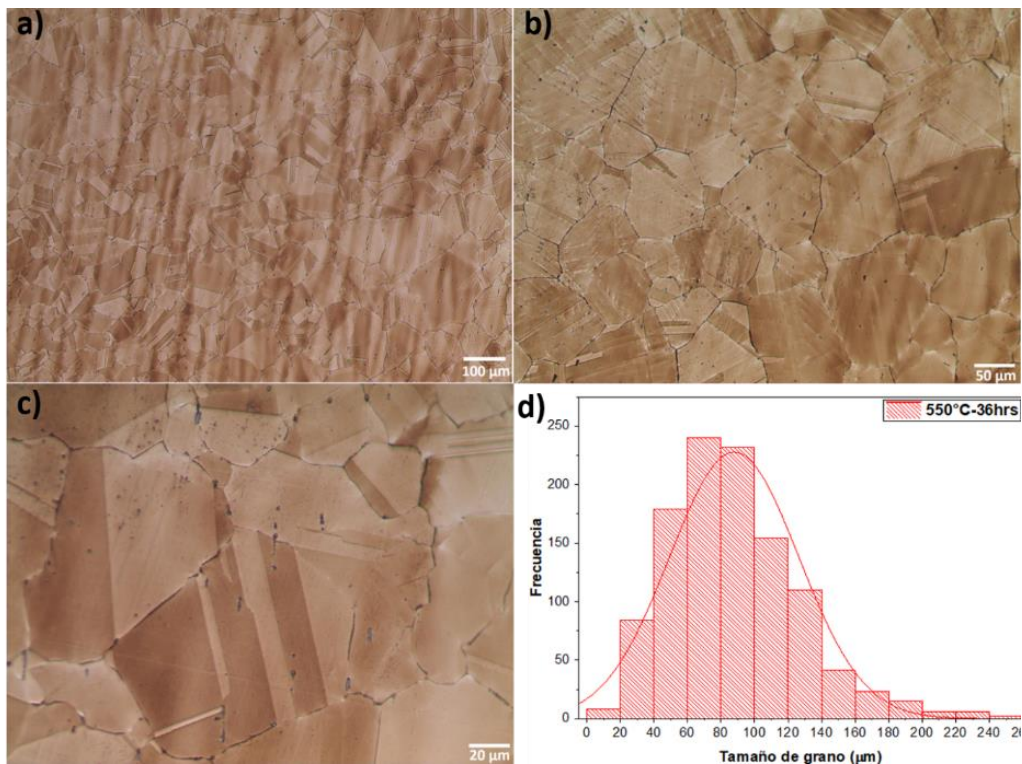


Figura 4.55 Microestructura en condición de envejecimiento a 550°C durante 36 h.

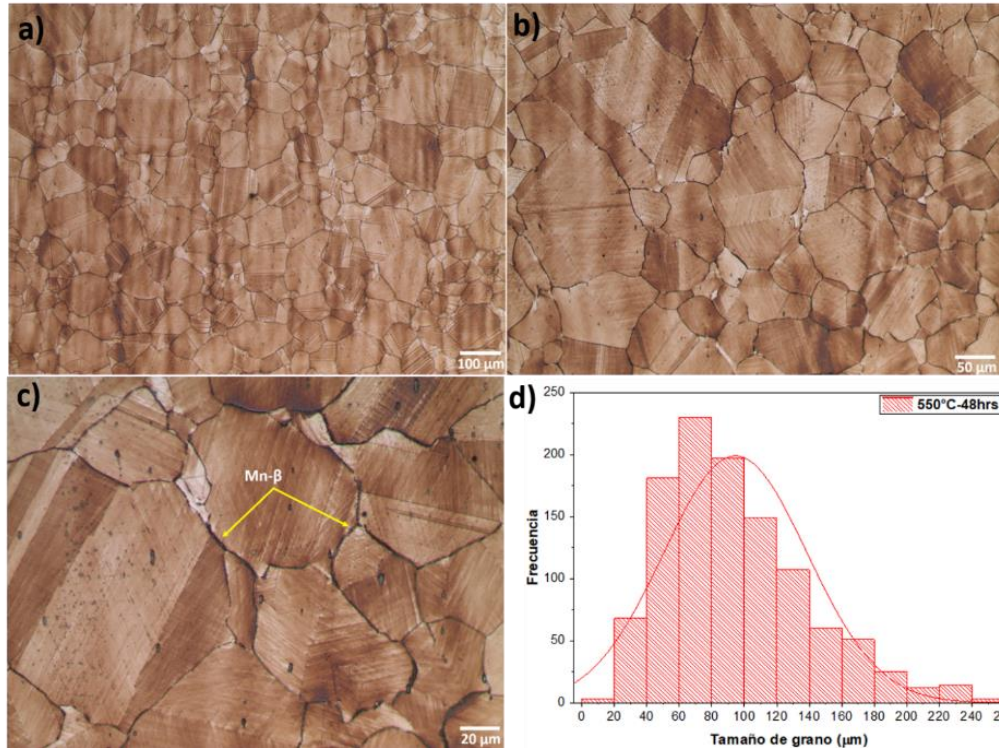


Figura 4.56 Microestructura en condición de envejecimiento a 550°C durante 48 h.

Las microestructuras a 6, 12, 24, 36 y 48 h de envejecimiento presentaron una estructura equiaxial con maclas de recocido y tamaño de grano promedio reportados en la **Tabla 4.11**. Por otro lado, las fases presentes en esta condición son austenita- γ , ferrita- α , kappa y Mn- β

Tabla 4.11 Tamaño de grano promedio a 550 °C de envejecimiento.

6 h	12 h	24 h	36 h	48 h
23.58 $\mu\text{m} \pm 4.86$	23.03 $\mu\text{m} \pm 5.02$	23.88 $\mu\text{m} \pm 4.33$	23.32 $\mu\text{m} \pm 4.71$	21.76 $\mu\text{m} \pm 4.40$

Se observa que el tamaño de grano promedio disminuyó ligeramente a 48 h de envejecimiento, lo cual se relaciona con la formación de la fase Mn- β en límite de grano. Sin embargo, a diferencia de la temperatura de 450°C la estructura modulada se observa tenue y finamente formada en el grano austenítico, aunado a que las maclas de recocido tienen mejor contraste. De acuerdo con lo anterior, los carburos kappa (Fe, Mn) Al_3 se disponen en direcciones ortogonales y finamente distribuidas en la matriz austenítica, incrementando la dureza en el material debido a su morfología más fina.

Kalashnikov y col. [43] reportaron que cuando la aleación envejece en rangos de temperatura entre 450-650°C, los carburos kappa finos (κ') precipitan de manera coherente dentro de la matriz austenítica. Por otro lado, Moon y col. [24], obtuvieron este tipo de microestructuras con un tamaño de grano promedio de $18.44 \mu\text{m} \pm 3.12$, donde los carburos kappa están distribuidos uniformemente en la matriz austenítica.

Sin embargo, a 48 h de envejecimiento se observa en el límite de grano la formación de la fase Mn- β producto de un sobre-envejecimiento no deseable, ya que fragiliza el material debido a que empieza a engrosarse en el límite de grano durante tiempos muy prolongados. La cuantificación de la fase Mn- β (ver **Tabla 4.12**) da un porcentaje de 2.78%. Dichas estructuras en forma de islas en límite de grano fueron obtenidas de igual manera por Moon y col. [24] y Lee y col. [59], afirmando que dicha fase fragiliza el material debido a las fases secundarias gruesas de la mezcla de ferrita y Mn- β después de 10,000 minutos de envejecimiento.

Tabla 4.12 Cuantificación de fase Mn- β a 550°C y 48 h de envejecimiento.

Tiempo de envejecimiento 550°C		
Tiempo (h)	Área de Mn- β (μm^2)	Mn- β (% de fase)
48	128974.82	2.78 ± 1.01

4.9.1.3 Envejecimiento a 650°C.

Las **Figuras 4.57-4.61** muestran las microestructuras obtenidas durante el envejecimiento a 550°C durante 6, 12, 24, 36 y 48 h, respectivamente.

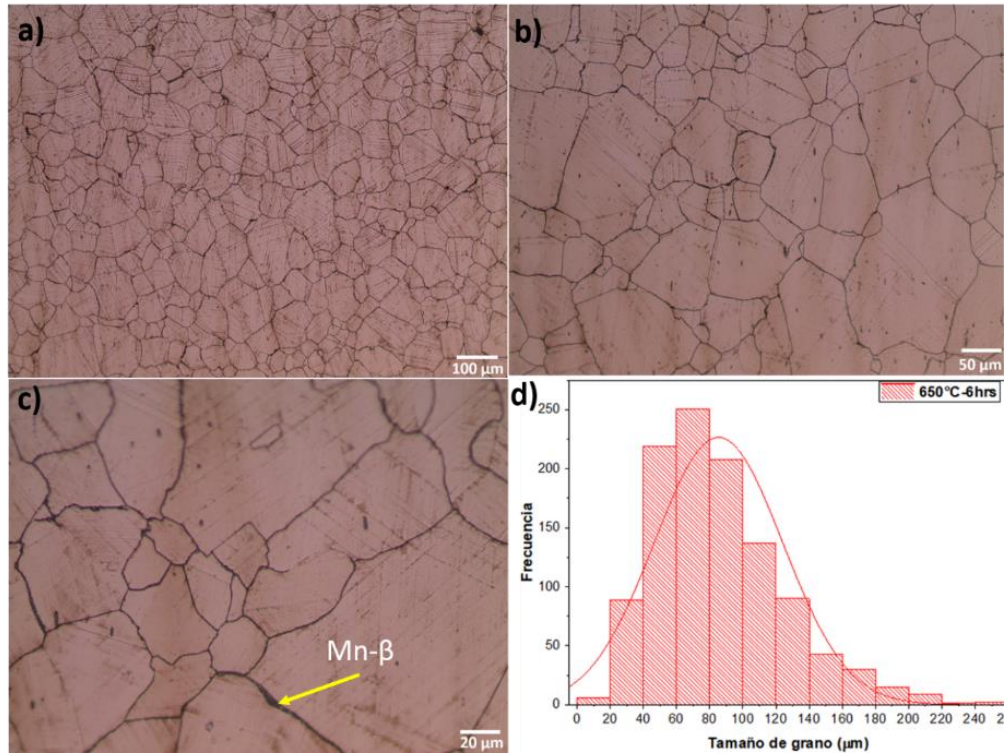


Figura 4.57 Microestructura en condición de envejecimiento a 650°C durante 6 h.

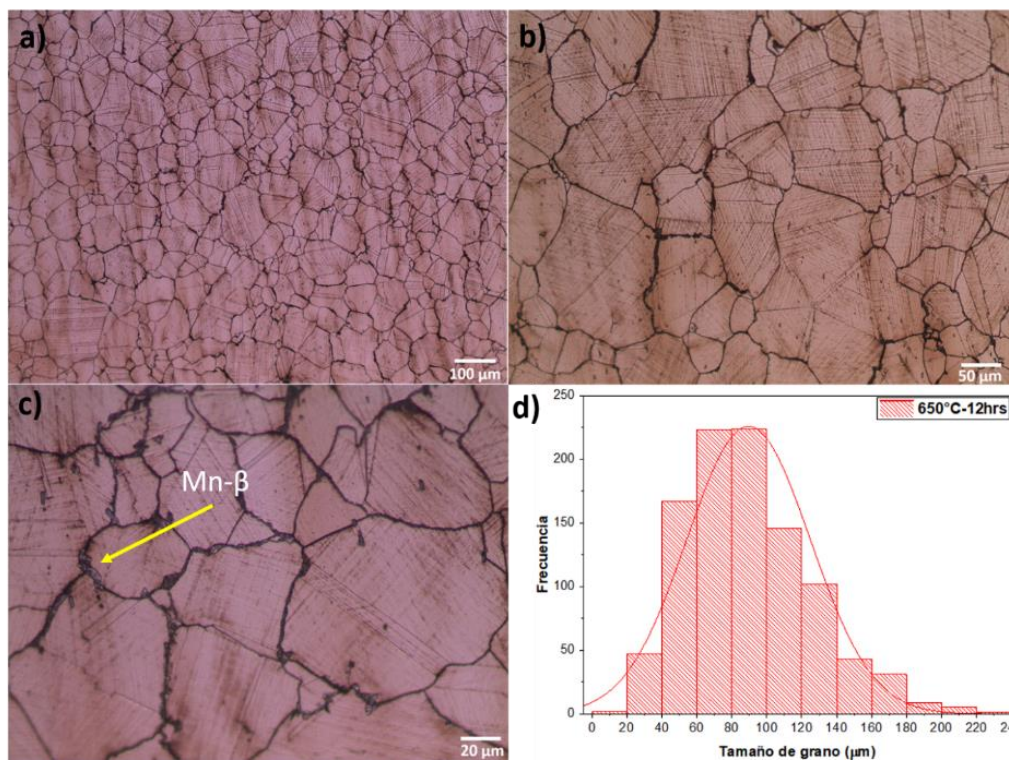


Figura 4.58 Microestructura en condición de envejecimiento a 650°C durante 12 h.

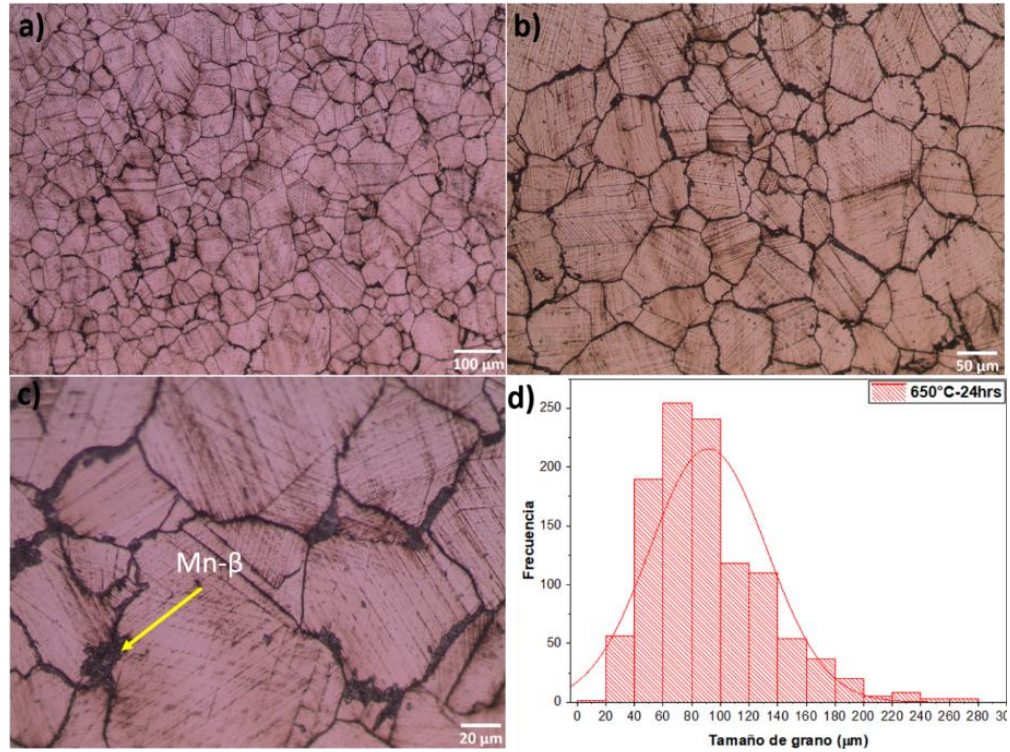


Figura 4.59 Microestructura en condición de envejecimiento a 650°C durante 24 h.

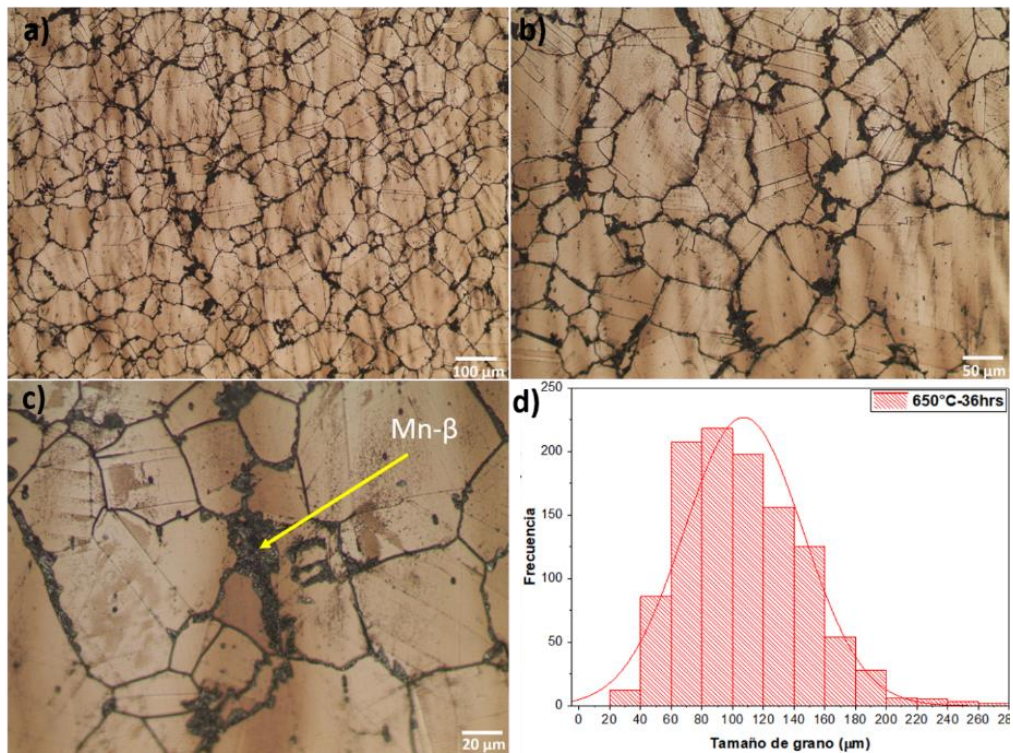


Figura 4.60 Microestructura en condición de envejecimiento a 650°C durante 36 h.

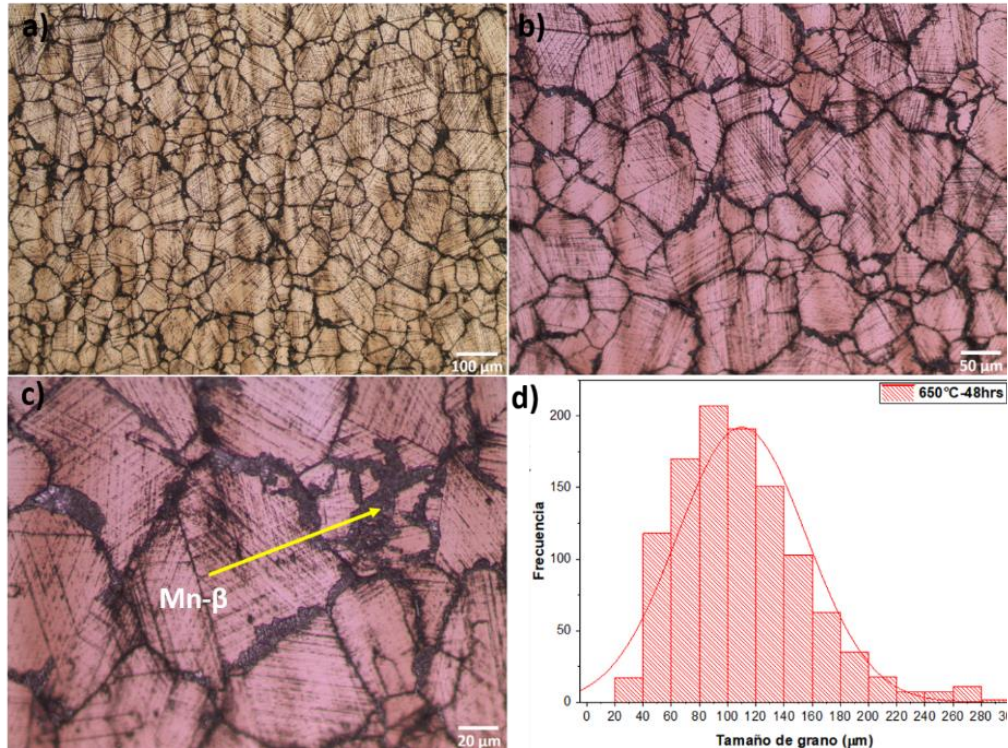


Figura 4.61 Microestructura en condición de envejecimiento a 650°C durante 48 h.

Las microestructuras a 6, 12, 24, 36 y 48 h de envejecimiento presentaron una estructura equiaxial con maclas de recocido y tamaño de grano promedio reportados en la **Tabla 4.13**. Por otro lado, a 650°C se presentaron fases de austenita- γ , ferrita- α , kappa y Mn- β en la matriz austenítica.

Tabla 4.13 Tamaño de grano promedio a 650 °C de envejecimiento.

6 h	12 h	24 h	36 h	48 h
22.05 $\mu\text{m} \pm 4.71$	21.92 $\mu\text{m} \pm 4.39$	21.69 $\mu\text{m} \pm 4.81$	21.42 $\mu\text{m} \pm 4.26$	20.48 $\mu\text{m} \pm 4.78$

Se observa que, a largos tiempos de envejecimiento, el tamaño de grano disminuye ligeramente, esto se debe a que la fase Mn- β engrosa en el límite de grano y por ende el tamaño de grano austenítico disminuye. La formación de regiones empobrecidas de C y enriquecidas de Al promovió que la ferrita- α nucleara en los límites del grano como se ilustra en la **Figura 2.19a**.

Posteriormente, los átomos de C y Mn se acomodan en la austenita adyacente, lo cual conduce a la formación de regiones ricas en Mn, dando como resultado la fase Mn- β , tal como se muestra en la

Figura 2.19b. El intercambio de elementos contribuyó al crecimiento de ferrita- α y Mn- β y generó la redistribución de elementos con mayor Al en ferrita- α , Mn en Mn- β y C en austenita- γ [21].

En la **Tabla 4.14** se presenta la identificación de la fase Mn- β mediante el programa de análisis de imágenes (*SigmaScan*) mediante la herramienta “Threshold”.

Tabla 4.14 Cuantificación de fase Mn- β para T=650°C durante 6, 12, 24,36 y 48 h de envejecimiento.

Tiempo de envejecimiento 650°C		
Tiempo (h)	Área de Mn- β (μm^2)	Mn- β (% de fase)
6	566377.24	12.21
12	815818.64	17.58
24	1021700.99	22.02
36	1127578.90	24.31
48	1425695.66	30.73

En la **Figura 4.62**, se muestra un ejemplo de la cuantificación de la fase Mn- β (*zonas rojas*) por medio de intensidades.

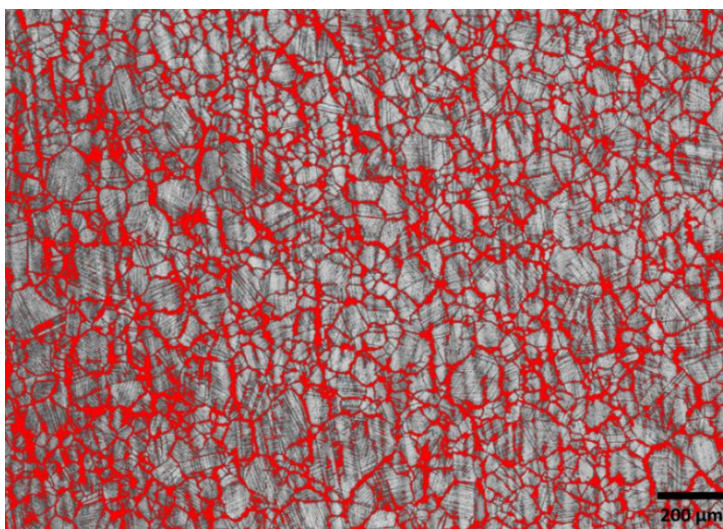


Figura 4.62 Cuantificación de fase Mn- β (*zonas rojas*) por medio de análisis de imagen a 650°C durante 48 h de envejecimiento para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.

En la **Figura 4.63**, se observa la evolución del tamaño de grano de todo el proceso de acondicionamiento microestructural del acero de baja densidad estudiado, es interesante observar que el tamaño de grano para la condición de solidificación presenta valores de hasta 1250 μm , mientras que el tamaño de grano más fino se obtiene en la condición de laminación. La variación de tamaño de grano durante el envejecimiento es mínima.

El efecto de los microaleantes Ti/B se presentó con mayor grado, en la deformación en caliente al obtenerse una recristalización dinámica discontinua, observando una mayor fracción de granos recristalizados con un promedio de $7.91 \mu\text{m} \pm 1.19$. El tamaño de grano creció después del tratamiento térmico de solubilizado hasta valores entre 20 y 24 μm en la condición de envejecimiento. De modo que, la adición de microaleantes Ti/B generó un refinamiento de grano, acelerando la cinética de nucleación y crecimiento, propiciando un tamaño de grano fino y carburos kappa $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}$ distribuidos uniformemente en la matriz austenítica. Por otro lado, Moon y col. [24] obtuvieron tamaño de grano promedio de $17 \pm 1.2 \mu\text{m}$ para muestras solubilizadas en un acero de baja densidad con el sistema Fe-31Mn-8Al-0.8C microaleado con V y Nb. Abedi y col. [91] obtuvieron tamaño de grano promedio para muestras recristalizadas dinámicas continuas de $17 \pm 1 \mu\text{m}$.

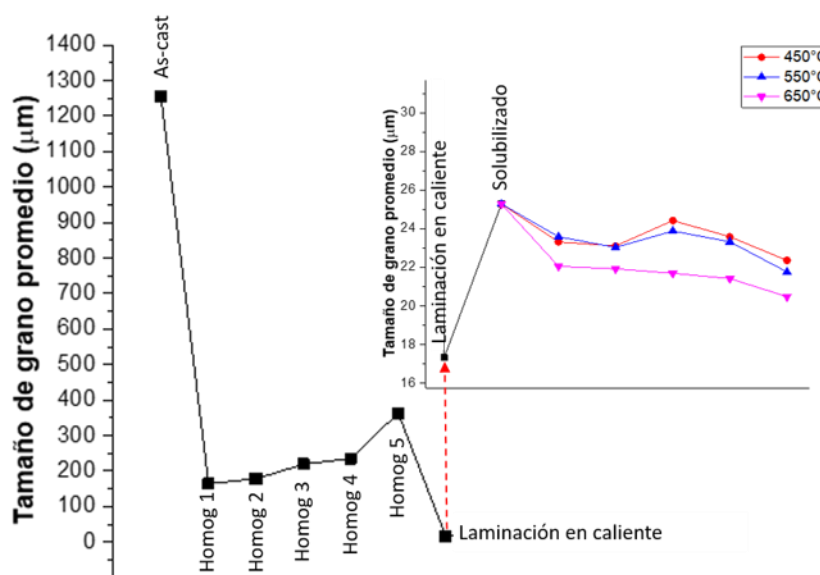


Figura 4.63 Evolución total tamaño de grano LD Ti/B.

4.9.2 Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).

4.9.2.1 Envejecimiento a 450 °C.

En la **Figura 4.64a-j**, se presentan las micrografías del acero envejecido a 450°C durante diferentes tiempos, en las cuales se observan granos equiaxiales con maclas de recocido y una estructura modulada debida a una descomposición espinoal por carburos kappa.

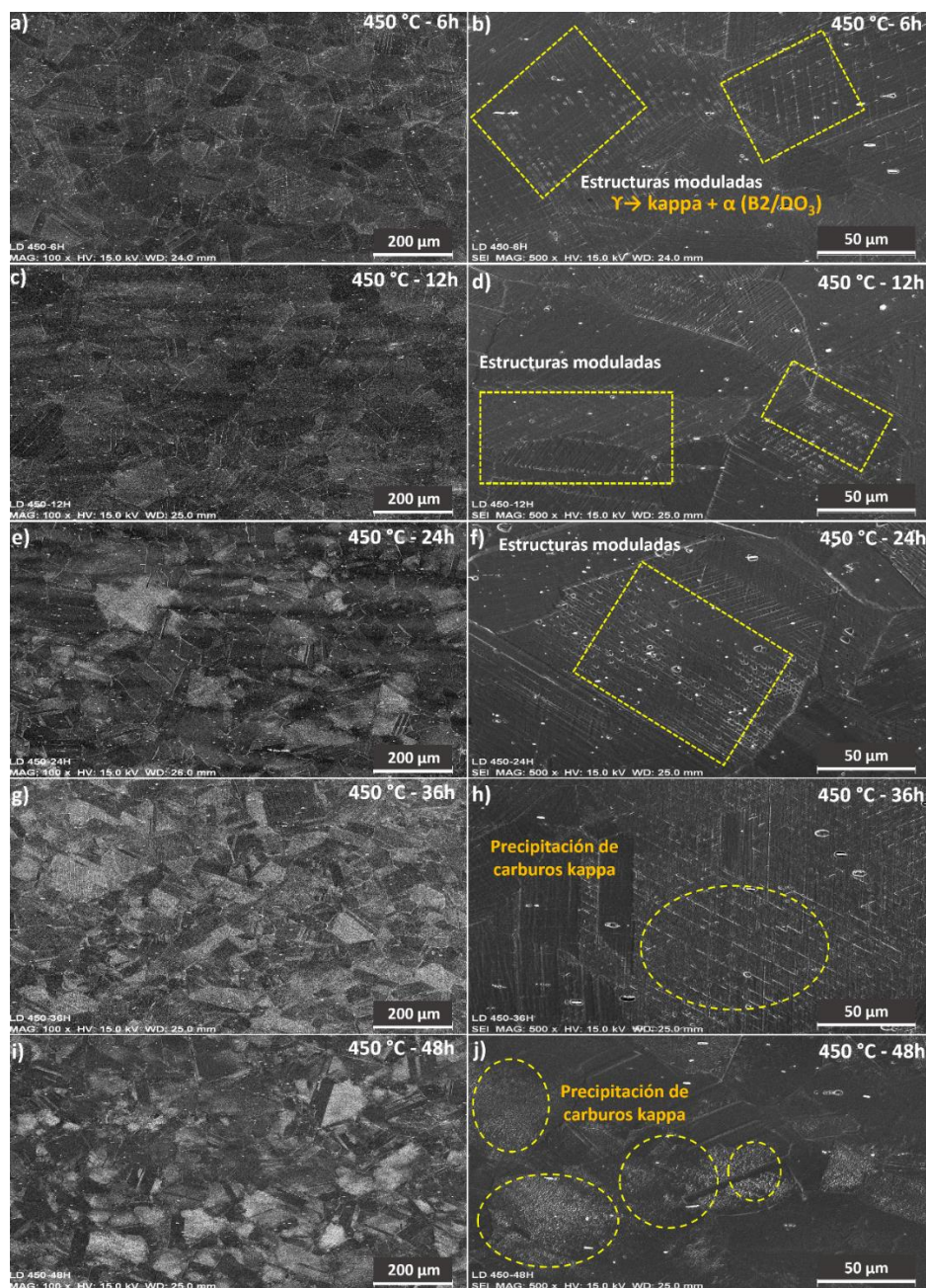


Figura 4.64 Micrografías en condición de envejecimiento a 450 °C durante tiempos de envejecimiento **a-b)** 6 h, **c-d)** 12 h, **e-f)** 24 h, **g-h)** 36 h y **i-j)** 48 h.

En esta condición, se puede apreciar zonas blancas sobre el grano austenítico (ver **Figura 4.65g-j**), lo cual hace referencia a la precipitación de carburos kappa provocada por la descomposición espinodal. Estas zonas fueron corroboradas con imágenes de fases de EBSD, lo cual se discutirá más adelante.

En la **Figura 4.65** se presentan carburos precipitados en la matriz austenítica y en las estructuras moduladas.

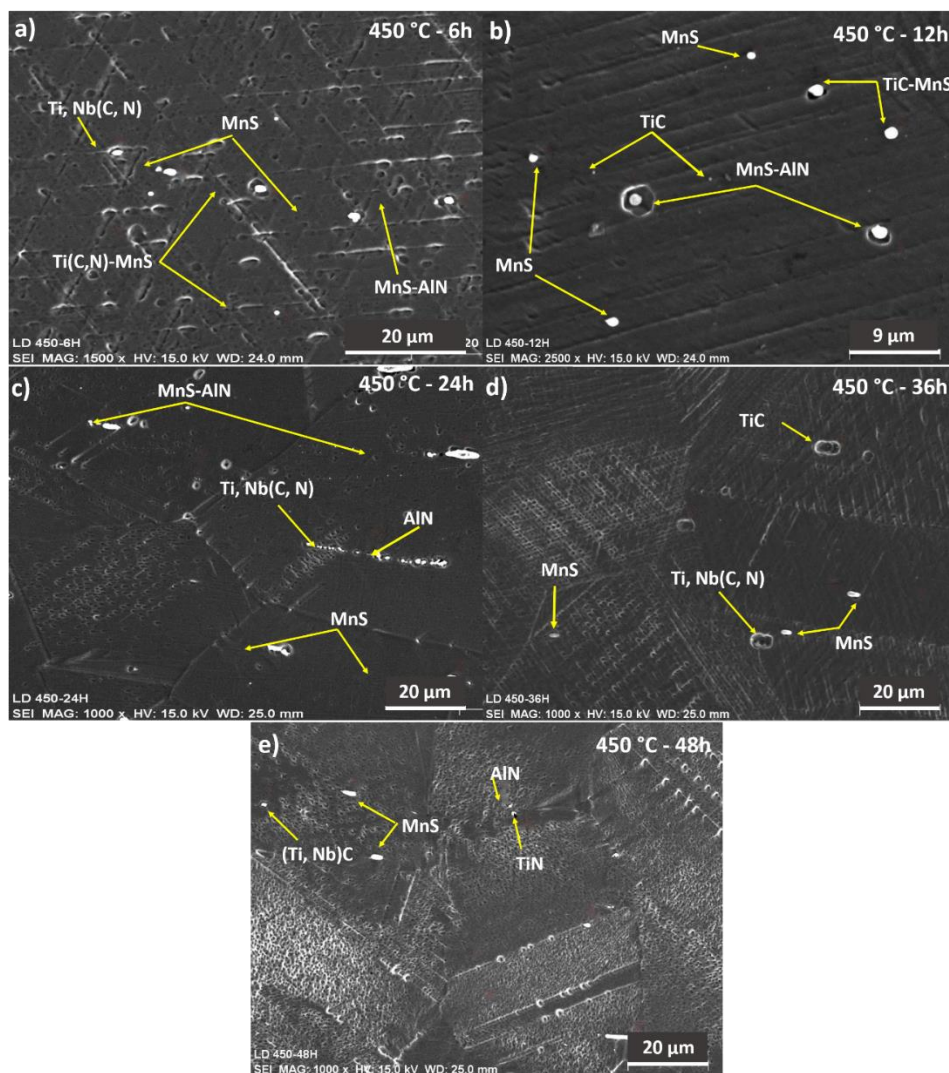


Figura 4.65 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de envejecimiento a 450 °C durante: **a)** 6 h, **b)** 12 h, **c)** 24 h, **d)** 36 h y **e)** 48 h.



La adición de microaleantes Ti/B aceleró la cinética de nucleación y crecimiento, precipitando fases secundarias en mayor fracción respecto a la temperatura de 450°C, mejorando así la dureza del acero. En la **Tabla 4.15** se muestra el resumen de las partículas precipitadas por MEB identificadas mediante análisis químicos puntuales.

Tabla 4.15 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de envejecimiento a 450 °C.

Partícula	Microanálisis puntuales (T=450°C)							
	(% en peso)							
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	N	S
Ti, Nb(C, N)	12.03	7.54	23.78	8.84	25.13	9.17	21.5	-
	± 3.45	± 1.04	± 8.1	± 2.9	± 4.9	± 3.02	± 4.63	-
(Ti, Nb)C	14.63	7.52	2.77	11.84	48.41	15.93	-	-
	± 8.38	± 3.81	± 0.49	± 0.89	± 8.63	± 4.31	-	-
(Ti, Al)N	15.99	7.81	31.90	-	0.44	-	43.58	1.25
	± 0.5	± 0.28	± 1.56	-	± 0.04	-	± 30.04	± 0.03
TiC	31.36	31.07	14.83	8.89	13.83	-	-	-
	± 0.78	± 0.76	± 0.57	± 1.02	± 0.35	-	-	-
AlN	39.36	16.93	25.03	2.57	-	-	16.08	-
	± 3.48	± 1.02	± 2.61	± 0.01	-	-	± 1.88	-
MnS	11.74	45.35	-	4.83	-	-	-	17.93
	± 0.41	± 1.38	-	± 0.74	-	-	-	± 0.67
MnS-AlN	13.48	36.44	5.61	3.20	36.44	-	-	13.73
	± 0.55	± 1.19	± 3.05	± 0.54	± 1.19	-	-	± 0.55
TiC-MnS	12.93	42.59	5.11	3.58	1.43	-	-	17.08
	± 0.43	± 1.24	± 3.13	± 0.60	± 0.08	-	-	± 0.61
Ti(C, N)-MnS	30.8	14.08	28.98	4.10	0.44	-	21.08	0.43
	± 0.90	± 0.43	±1.29	± 0.58	± 0.04	-	± 9.73	± 0.04

4.9.2.2 Envejecimiento a 550 °C.

La **Figura 4.66a-j**, presenta las micrografías del acero envejecido a 550°C durante diferentes tiempos, en las cuales se observan granos equiaxiales con maclas de recocido y una estructura modulada debida a una descomposición espinodal por carburos kappa.

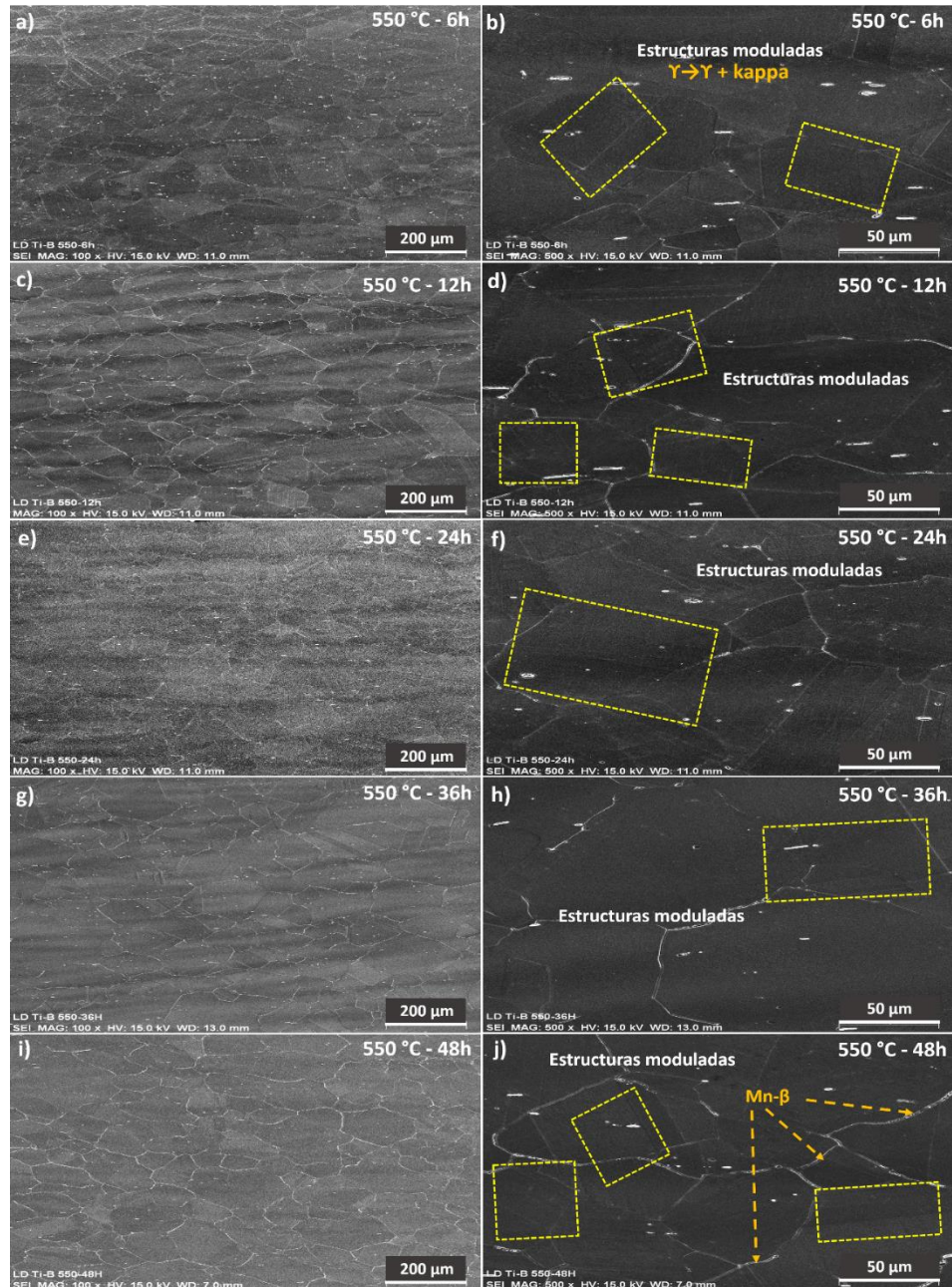


Figura 4.66 Micrografías en condición de envejecimiento a 550 °C durante tiempos de envejecimiento a- b) 6 h, c-d) 12 h, e-f) 24 h, g-h) 36 h y i-j) 48 h.

A diferencia de la microestructura a 450°C se observa una estructura modulada mucho más fina y tenue en comparación con la obtenida a temperatura de 450°C. Además, la condición de envejecimiento a 550 °C presentó una dureza mucho mayor debido a la presencia de carburos complejos y carburos kappa incrementando la resistencia del material (ver **Figura 4.66**).

En la **Figura 4.67** se presentan carburos precipitados en la matriz austenítica y en las estructuras moduladas.

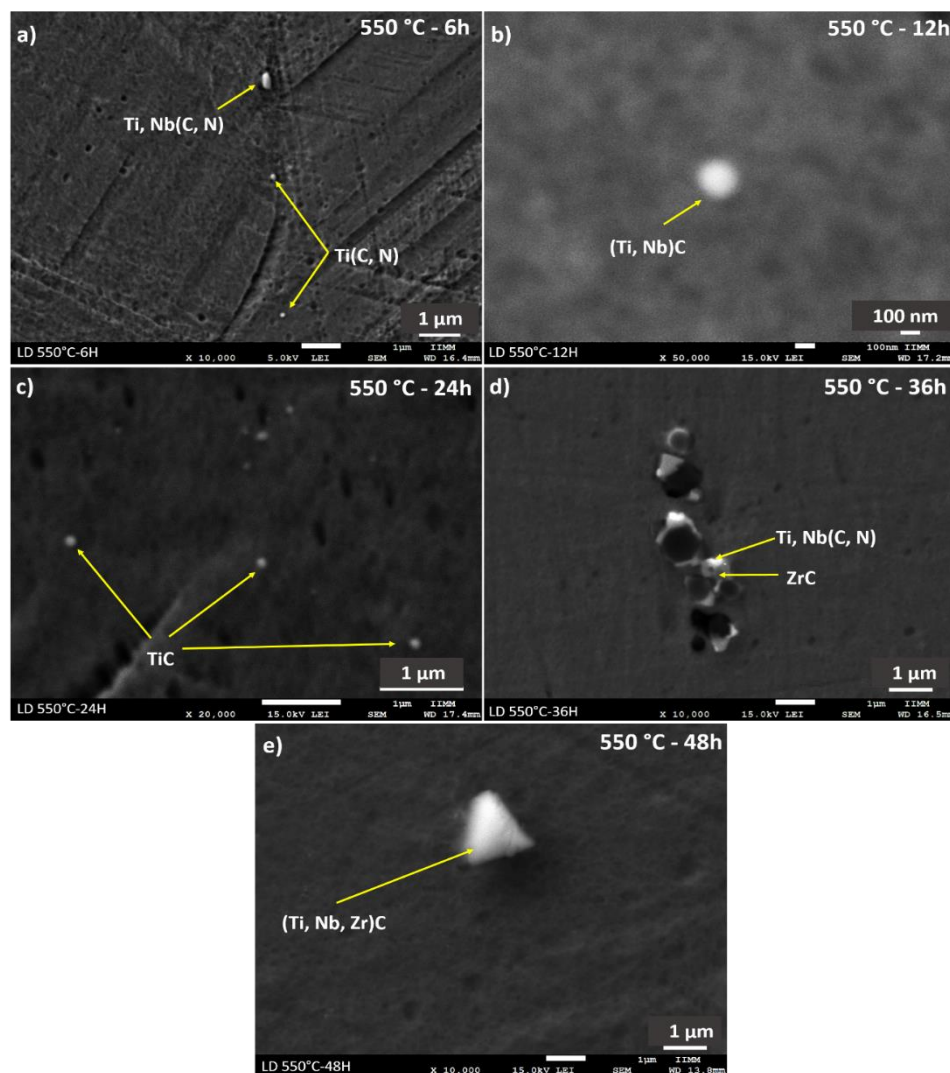


Figura 4.67 Partículas alojadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de envejecimiento a 550 °C durante: **a)** 6 h, **b)** 12 h, **c)** 24 h, **d)** 36 h y **e)** 48 h.

A 48 h de envejecimiento se puede observar en límite de grano pequeñas islas blancas lo cual indica la presencia de la fase Mn- β . Este tipo de microestructuras han sido obtenidas por Moon y col. [24] y Chen y col. [21], quienes las refieren como estructuras moduladas por efecto de la descomposición espinodal. Como se mencionó en el capítulo III la velocidad de la descomposición espinodal depende del coeficiente de interdifusión aunado a que dentro de las composiciones de la espinodal el coeficiente de interdifusión es menor que cero, por lo tanto, las fluctuaciones de composición química aumentan exponencialmente con el tiempo de envejecimiento. En la **Tabla 4.16** se muestra el resumen de las partículas precipitadas por MEB identificadas mediante análisis químicos puntuales.

Tabla 4.16 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de envejecimiento a 550 °C.

Partícula	Microanálisis puntuales (T=550°C)								
	(% en peso)								
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	Zr	N	S
Ti, Nb(C, N)	7.67	5.96	8.68	23.82	39.79	7.53	-	6.52	-
	±	±	±	±	±	±	-	±	-
	0.32	0.26	0.42	3.83	1.16	0.31	-	1.67	-
Ti(C,N)	10.27	5.75	45.08	7.04	2.29	-	-	29.53	-
	±	±	±	±	±	-	-	±	-
	0.39	0.23	1.81	1.61	0.12	-	-	4.28	-
(Ti, Nb)C	50.26	22.16	5.84	13.29	7.16	1.26	-	-	-
	±	±	±	±	±	±	-	-	-
	1.48	0.69	0.30	2.39	0.26	0.09	-	-	-
(Ti, Zr)C	44.17	20.50	6.99	14.46	3.53	-	10.31	-	-
	±	±	±	±	±	-	±	-	-
	1.37	1.68	0.36	2.88	0.17	-	0.43	-	-
(Ti, Nb, Zr)C	10.41	6.26	1.71	22.64	46.52	6.59	5.34	-	-
	±	±	±	±	±	±	±	-	-
	0.93	0.27	0.12	3.85	1.38	0.29	0.25	-	-
TIC	59.91	26.65	7.17	5.07	1.17	-	-	-	-
	±	±	±	±	±	-	-	-	-
	1.71	0.80	0.35	1.23	0.08	-	-	-	-
MnS	4.15	62.11	-	6.23	-	-	-	-	27.46
	±	±	-	±	-	-	-	-	±
	0.18	1.52	-	1.45	-	-	-	-	0.81
AlN	31.01	14.94	28.21	5.57	-	-	-	20.25	-
	±	±	±	±	-	-	-	±	-
	0.88	0.43	1.23	0.90	-	-	-	2.50	-

Es importante notar que, en la **Tabla 4.16** se reporta mayor cantidad de carburos, lo cual justifica la alta dureza obtenida a esta temperatura aunado con la presencia de carburos kappa nanométricos, sin duda alguna los carburos kappa de tamaño nanométrico tienen un efecto mucho mayor en el mecanismo de endurecimiento por precipitación.

4.9.2.3 Envejecimiento a 650°C.

En la **Figura 4.68a-j**, se presentan las micrografías del acero envejecido a 650°C durante diferentes tiempos, en las cuales se observan granos equiaxiales con algunas maclas de recocido, estructura modulada debida a una descomposición espinodal por carburos kappa y fase Mn-β.

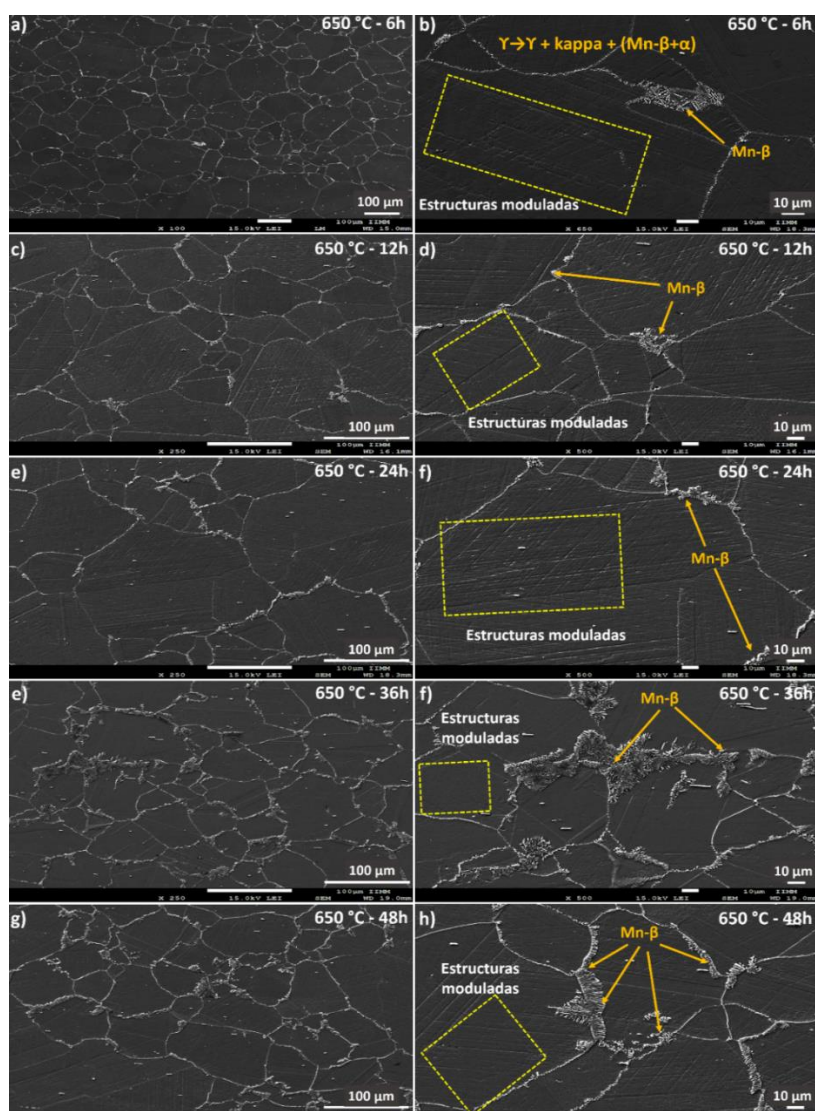


Figura 4.68 Micrografías en condición de envejecimiento a 650 °C durante tiempos de envejecimiento **a-b)** 6 h, **c-d)** 12 h, **e-f)** 24 h, **g-h)** 36 h y **i-j)** 48 h.

En este caso, la fase Mn- β se formó al desestabilizamiento de la fase austenítica debido a largos tiempos de envejecimiento y altas temperaturas dando lugar a la fase ferrita y Mn en forma de láminas (ver **Figura 4.69c-d**). Esta fase se detectó a temperatura de 550°C durante 48 h, en un estado inicial de crecimiento y a su vez disminuyendo la presencia de carburos y partículas debido una redistribución de elementos (ver **Tabla 4.18**).

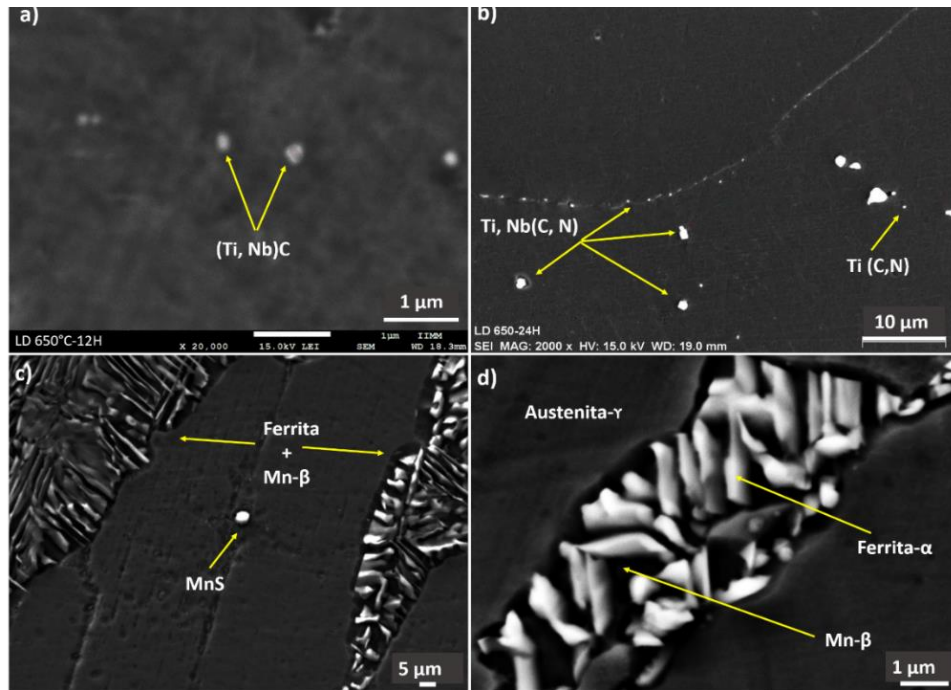


Figura 4.69 Partículas precipitadas en la matriz austenítica y límites de grano en condición de envejecimiento a 650 °C durante: a-b) 36 h y c-d) 48 h.

En la **Figura 4.70**, se presenta el mapeo químico de la fase Mn- β detectando los elementos Al y Mn en forma de láminas (color rojo) y para Mn- β (color azul)

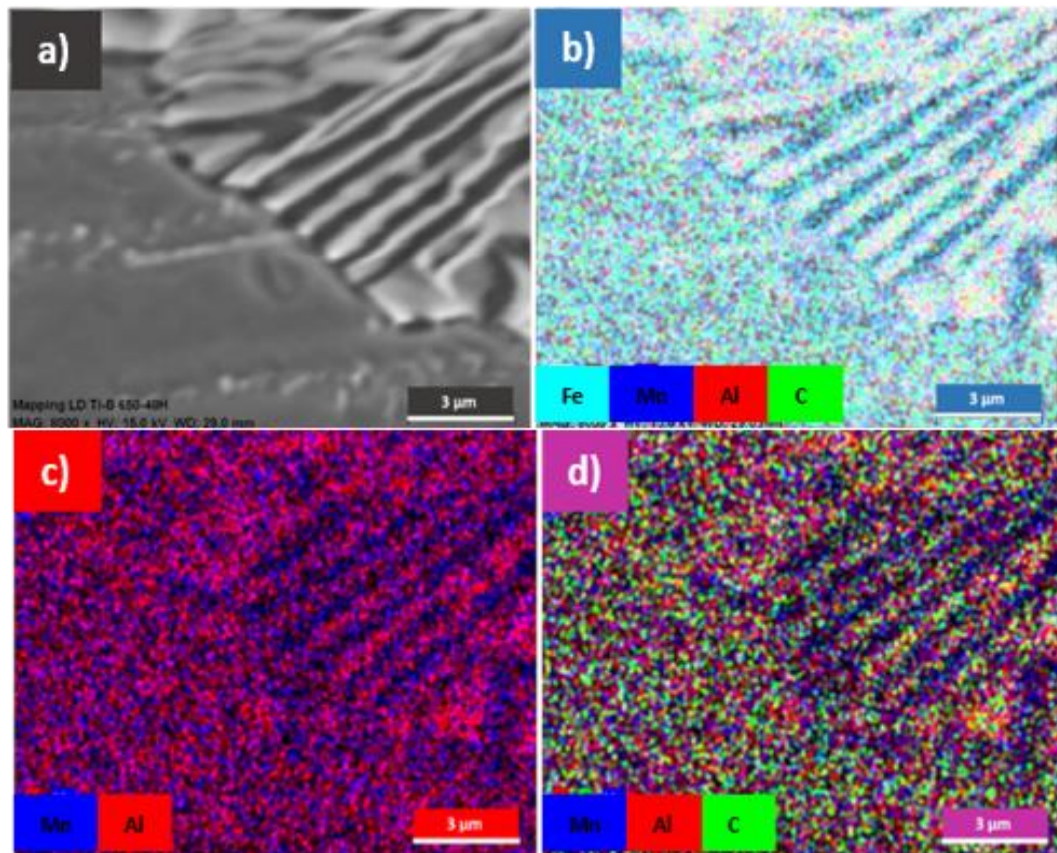


Figura 4.70 Mapeo químico de la fase Mn- β en condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h.

Comúnmente los carburos kappa nuclean en una etapa temprana de envejecimiento, dando como resultado una reducción del contenido de soluto C en la matriz. Con el progreso del envejecimiento, el contenido de C disminuye tal que se reduce la estabilidad de la austenita. De este modo la ferrita es capaz de formarse a lo largo del límite de grano de la austenita metaestable, después de lo cual se produce un enriquecimiento de elementos estabilizadores de austenita, como Mn, en los límites entre la austenita y la ferrita. Como resultado, se formó Mn- β en la región enriquecida con Mn.

En la **Tabla 4.17** se muestra el resumen de las partículas precipitadas por MEB identificadas mediante análisis químicos puntuales.

Tabla 4.17 Microanálisis de partículas precipitadas en condición de envejecimiento a 650 °C.

Partícula	Microanálisis puntuales (T=650°C)							
	(% en peso)							
	Fe	Mn	Al	C	Ti	Nb	N	S
Ti, Nb(C, N)	55.13	24.81	4.73	15.32	8.14	1.32	1.67	-
	±	±	±	±	±	±	±	
	1.69	0.79	0.25	0.66	0.28	0.08	0.85	
(Ti, Nb)C	50.14	22.92	5.92	11.93	7.79	1.28	-	-
	±	±	±	±	±	±	-	-
	1.43	0.67	0.29	1.72	0.25	0.07	-	-
Ti(C, N)	38.15	17.22	22.91	4.73	2.38	-	14.58	-
	±	±	±	±	±	-	±	-
	1.11	0.52	1.04	0.64	0.10	-	1.99	-
TiC	69.58	21.18	5.09	3.11	1.02	-	-	-
	±	±	±	±	±	-	-	-
	2.87	0.76	0.31	0.97	0.28	-	-	-
AlN	49.21	10.91	22.67	2.03	-	-	15.16	-
	±	±	±	±	-	-	±	-
	3.48	1.02	3.41	0.01	-	-	2.14	-
MnS	9.81	53.68	-	16.37	-	-	-	20.12
	±	±	-	±	-	-	-	±
	0.33	1.53	-	1.57	-	-	-	0.70

4.9.2.4 Replica de carbono.

En la **Figura 4.71** se presentan imágenes realizadas por microscopía electrónica de barrido (MEB), mediante la técnica replica de carbono para la muestra envejecida a 550°C y 36 h.

En este caso se observaron precipitados de AlN, TiC y carburos kappa burdos en límite de grano. Por otro lado, la razón de encontrar carburos kappa en el límite de grano, se debe a la temperatura de envejecimiento y composición química. Kalashnikov y col. [43] reportaron que los carburos kappa precipitan no solo de manera coherente dentro de la matriz de austenita, sino también en los límites de grano en forma de partículas gruesas.

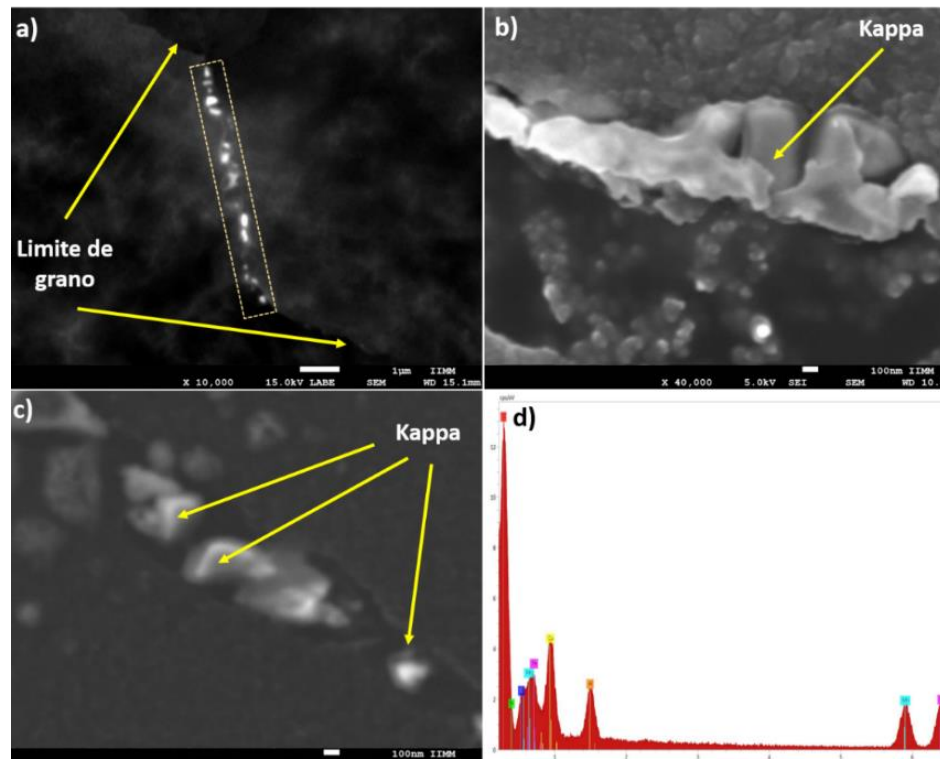


Figura 4.71 Imágenes en MEB de carburos kappa ($(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{AlC}$) localizados en límite de grano a $T=550$ °C durante 36 h de envejecimiento mediante réplica de carbono.

Cuanto mayor es la temperatura de envejecimiento, más es la cantidad de carburos kappa en límite de grano. Cabe mencionar que los precipitados nanométricos no precipitan por nucleación sino por descomposición espinodal. Moon y col. [23] reportaron que en un acero de baja densidad sin microaleantes se presenta mayor precipitación de carburos kappa que en los aceros microaleados debido a la partición de C para la precipitación de carburos metálicos y carburos kappa.

4.9.2.5 Difracción de electrones retro-dispersados (EBSD).

Las condiciones de envejecimiento que fueron estudiadas por la técnica de EBSD fueron 450 °C-48 h, 550 °C-36 h y 650 °C-48 h. En estas condiciones se presentaron los mejores valores de dureza.

Las herramientas para la interpretación de EBSD para el acero bajo estudio se describen de la siguiente manera. **a)** Mapa IPF: Permite mostrar de manera inmediata la densidad de polos con direcciones cristalográficas específicas, **b)** Mapa de Euler: Permite representar la orientación individual de cada grano, **c)** Mapa de fases: Permite la identificación de fases. Esta herramienta, además de encontrar todas las fases de una muestra de forma semi-automática ayuda a remarcar las maclas de recocido y a mejorar la calidad del indexado al determinar siempre la fase que más se ajusta en la base de datos instalada, **d)** Mapa de Kernel: Permite ver en detalle desorientaciones de los granos con respecto al núcleo de éstos. La utilidad que estos mapas tienen es mostrar la concentración de tensiones o dislocaciones que distorsionan las redes cristalinas de los granos vecinos. **e)** Mapa de desorientación promedio: Permite mostrar la desorientación media de todos los píxeles que conforman un grano. Esto es una manera típica de mostrar cambios de orientación en el interior de los granos y se hace utilizando una escala de colores desde el azul al rojo, donde el azul significa cambios bajos de la orientación, verde significa desorientaciones moderadas, mientras que el rojo representa desorientaciones cerca del máximo de la escala y **f)** Graficas de desorientación: Permite mostrar una desorientación en general. Por otro lado, las figuras de polo permiten establecer la distribución de la orientación de todos los granos analizados mediante proyecciones estereográficas. Las figuras de polo inversas nos muestran en los mapas IPF la distribución de las direcciones cristalográficas normales a los planos atómicos de los granos (ver **Figura 4.72**). Una de las herramientas más importantes son los mapas ODFs, ya que permiten establecer la distribución individual de la orientación de cada grano en función de las rotaciones medidas con los ángulos de Euler. También es posible observar las orientaciones individuales de cada grano en forma tridimensional tomando un sistema ortonormal de los ángulos de Euler (Espacio de Euler).

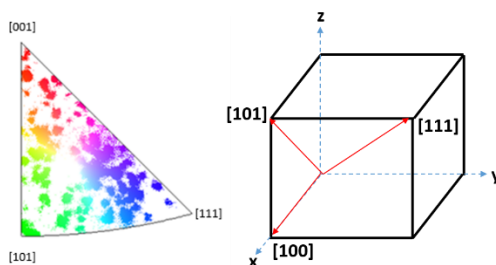


Figura 4.72 Leyenda de mapas IPF y direcciones cristalográficas

Para la interpretación de los mapas de Euler es necesario tener en cuenta que los ángulos que permiten parametrizar la orientación cristalina de un grano, describen tres rotaciones a lo largo de los ejes coordenados del cristal, definiendo cada rotación con un ángulo determinado mostrándose mediante coloración RVA las orientaciones que toman los granos como se muestra en la siguiente **Figura 4.73**.

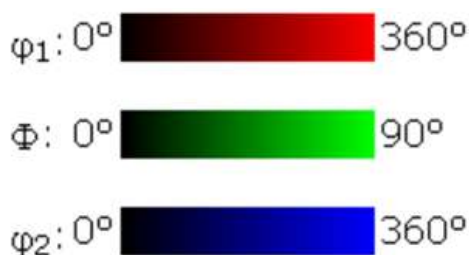


Figura 4.73 Leyenda correspondiente al mapa de Euler.

Para identificar cuáles son aquellas componentes de textura que se formaran inicialmente se necesita transformar los ángulos de Euler a índices de Miller mediante las siguientes ecuaciones [119]:

$$\begin{aligned}
 h &= \text{sen}\varphi * \text{sen}\varphi_2 \dots\dots\dots(1) & u &= \text{cos}\varphi_1 * \text{cos}\varphi_2 - \text{sen}\varphi_1 * \text{sen}\varphi_2 * \text{cos}\varphi \dots\dots\dots(4) \\
 k &= \text{sen}\varphi * \text{cos}\varphi_2 \dots\dots\dots(2) & v &= -\text{cos}\varphi_1 * \text{sen}\varphi_2 - \text{sen}\varphi_1 * \text{cos}\varphi_2 * \text{cos}\varphi \dots\dots\dots(5) \\
 l &= \text{cos}\varphi \dots\dots\dots(3) & w &= \text{sen}\varphi_1 * \text{sen}\varphi \dots\dots\dots(6)
 \end{aligned}$$



4.9.2.5.1. EBSD de envejecimiento a 450 °C y 48 h.

Las **Figuras 4.74-4.83** muestran los resultados de EBSD de la fase austenita, ferrita y kappa. En la **Figuras 4.74-4.76a** y **4.77-4.79b**, se puede apreciar cómo los granos van tomando una coloración diferente en función de la preferencia de las direcciones normales a los planos atómicos de los granos, es decir, si la dirección de la normal a un plano atómico se ajusta a la dirección cristalográfica [100], su color será rojo en el mapa, si por el contrario esa dirección se ajusta a [101], se tornará verde y si la dirección es [111], su coloración será azul (ver **Figura 4.72**).

A la vista del mapa IPF, se destaca que no hay preferencia de orientación de los granos, las distintas coloraciones mostradas dan cuenta de la aleatoriedad de las orientaciones cristalográficas de los granos del material. En las **Figuras 4.74-4.76b** se aprecia los granos mediante coloración rojo, verde y azul (RVA) ver **Figura 4.73**, para describir las diferentes rotaciones se utilizan los denominados ángulos de Euler.

En las **Figuras 4.74-4.76c**, fue posible observar la distribución de fases, donde la fase austenita-y predomina con un 97.4% seguido de la fase kappa con 2.52% y ferrita con 0.039 % (en volumen) respectivamente. En la **Figura 4.83** se aprecia la distribución de la fase kappa, precipitado preferencialmente en direcciones [100] propias de las direcciones ortogonales causadas por la modulación. Donde, este efecto fue observado en técnicas de MO y MEB el cual la distribución y cantidad incrementa a medida que transcurre el tiempo de envejecimiento.

En las **Figuras 4.74-4.76d-e**, se aprecian los mapas de Kernel y desorientación promedio donde, se observa que no hay cambios bruscos en la desorientación para la fase ferrita ya que, el mapa muestra claramente uniforme el color azul, esto quiere decir que la aleación no presenta defectos o degradaciones que afecten bruscamente a la desorientación de los granos. Sin embargo, para la fase austenita y kappa, se observa algo muy interesante; los mapas son similares entre sí, lo que dice que hay desorientaciones moderadas (verde) para la fase kappa. Esto explica la presencia de carburos kappa solo en algunos granos austeníticos (ver **Figura 4.83**). Por otro lado, en las **Figuras 4.74-4.76f**, se observa un aumento en la fracción de desorientación en ángulos entre 39° y 48° para la fase kappa. Determinándose que el tamaño de grano promedio es de 42 μm con respecto a la zona de análisis.



Analizando la figura de polos como se aprecian en las **Figuras 4.77-4.79a** se observó que los granos no tienen un carácter preferencial de orientación. Concluyéndose que la aleación no tiene una textura cristalográfica fuerte, todo lo contrario, existe ausencia de ésta, ya que los polos están uniformemente distribuidos en la proyección estereográfica. Sin embargo, si se realiza un análisis frecuencial de todos los polos presentes para las diferentes fases, se observa que existe mayor densidad de éstos en la familia de planos atómicos (110) en la fase austenita y kappa.

Por último, se aprecian en las **Figuras 4.80-4.82**, las funciones de distribución de orientación que son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de φ_2 constantes. Generalmente el índice de difracción es superior a 6 para muestras deformadas. El índice de difracción obtenido para las muestras bajo estudio fue de 2, por lo que no se desarrolló una textura. Por lo que respecta, dentro de las imágenes ODF fue posible transformar los ángulos de Euler a índices de Miller mediante las ecuaciones 1-6 de este apartado, esto con la finalidad de obtener las componentes de textura (hkl) [uvw] y conocer las zonas donde hay indicios de formar una textura.

Una vez obtenidas las componentes de textura para cada fase (ver **Tablas 4.17-4.19**) de las muestras envejecidas se hizo un análisis, el cual resultó que hay zonas con indicios de formar una textura. Otra de las cuestiones observadas en las ODF es que hay mayores puntos de formar componentes de textura en la fase kappa, lo cual puede estar atribuido a los mismos precipitados, donde estos generaron mayores puntos de nucleación dando lugar a orientaciones cristalográficas preferenciales muy probablemente sobre la estructura modulada que mantiene direcciones ortogonales [100]. Las componentes de textura de la fase kappa mostraron indicios desde ángulos para φ_2 constante desde 10° hasta 55° , seguida de la fase austenita en ángulos únicamente 0° , 80° y 90° y por último la fase ferrita para 5° , 10° , 35° , 60° y 70° .

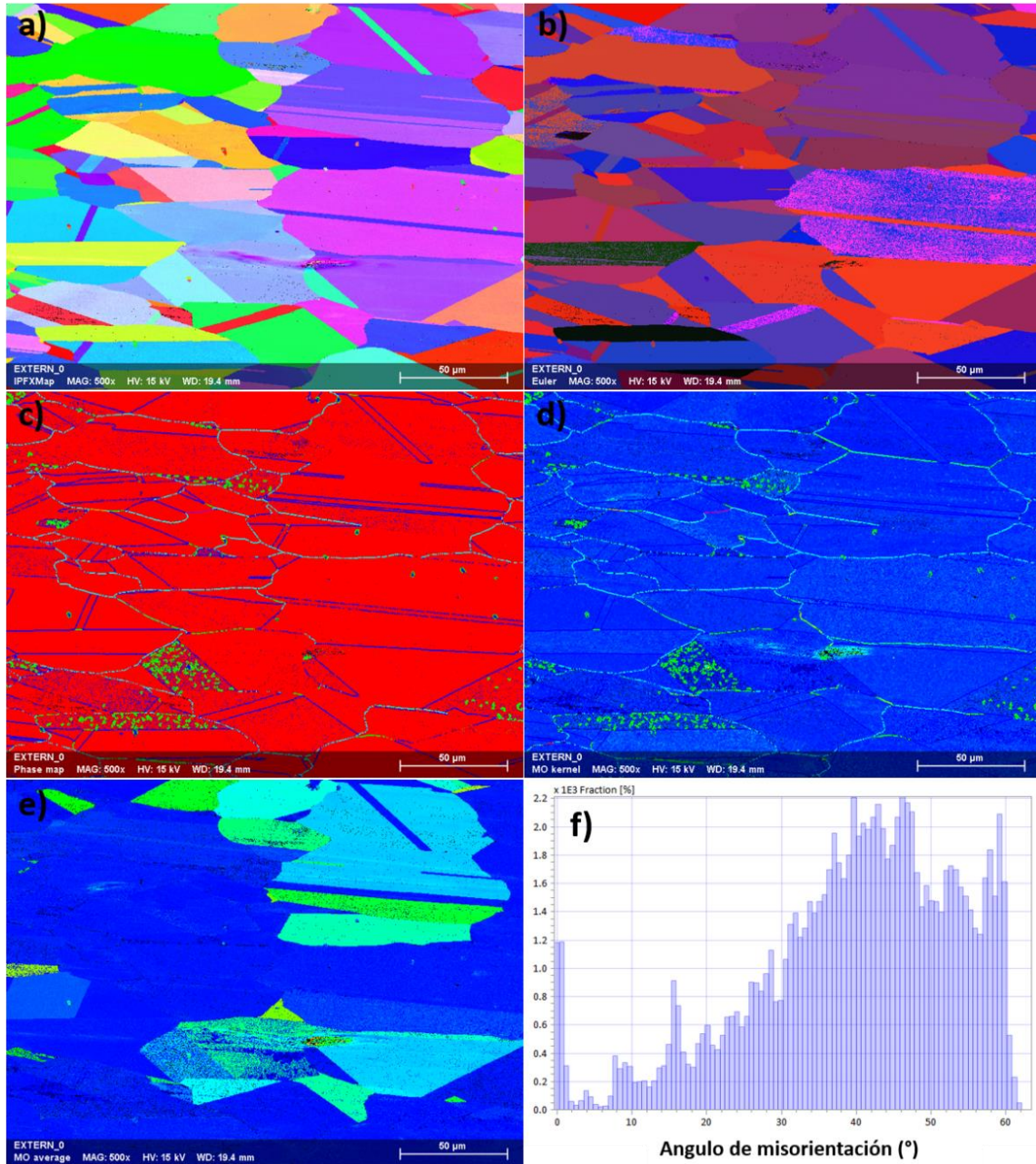


Figura 4.74 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita:

- a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.

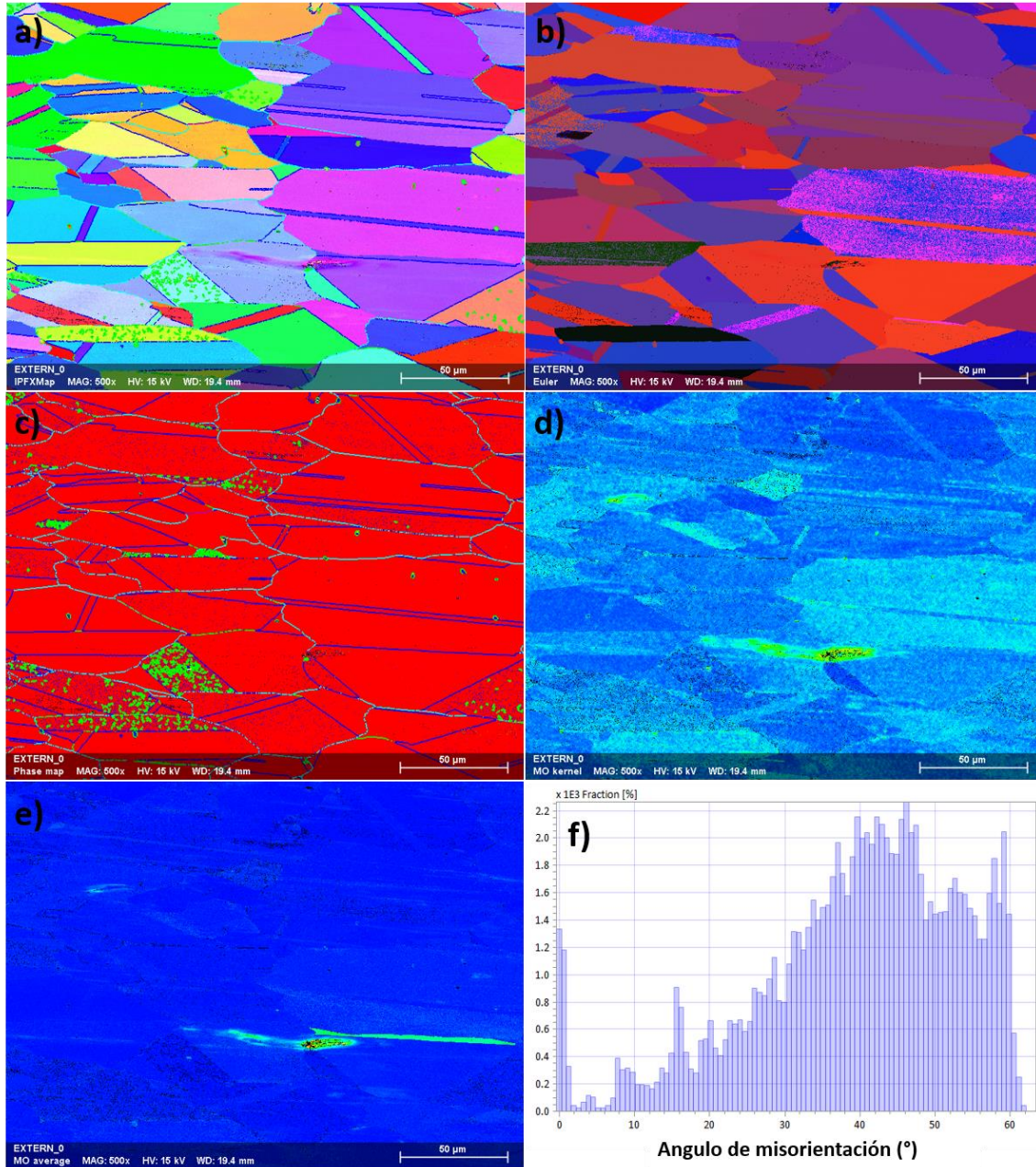


Figura 4.75 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita:
a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.

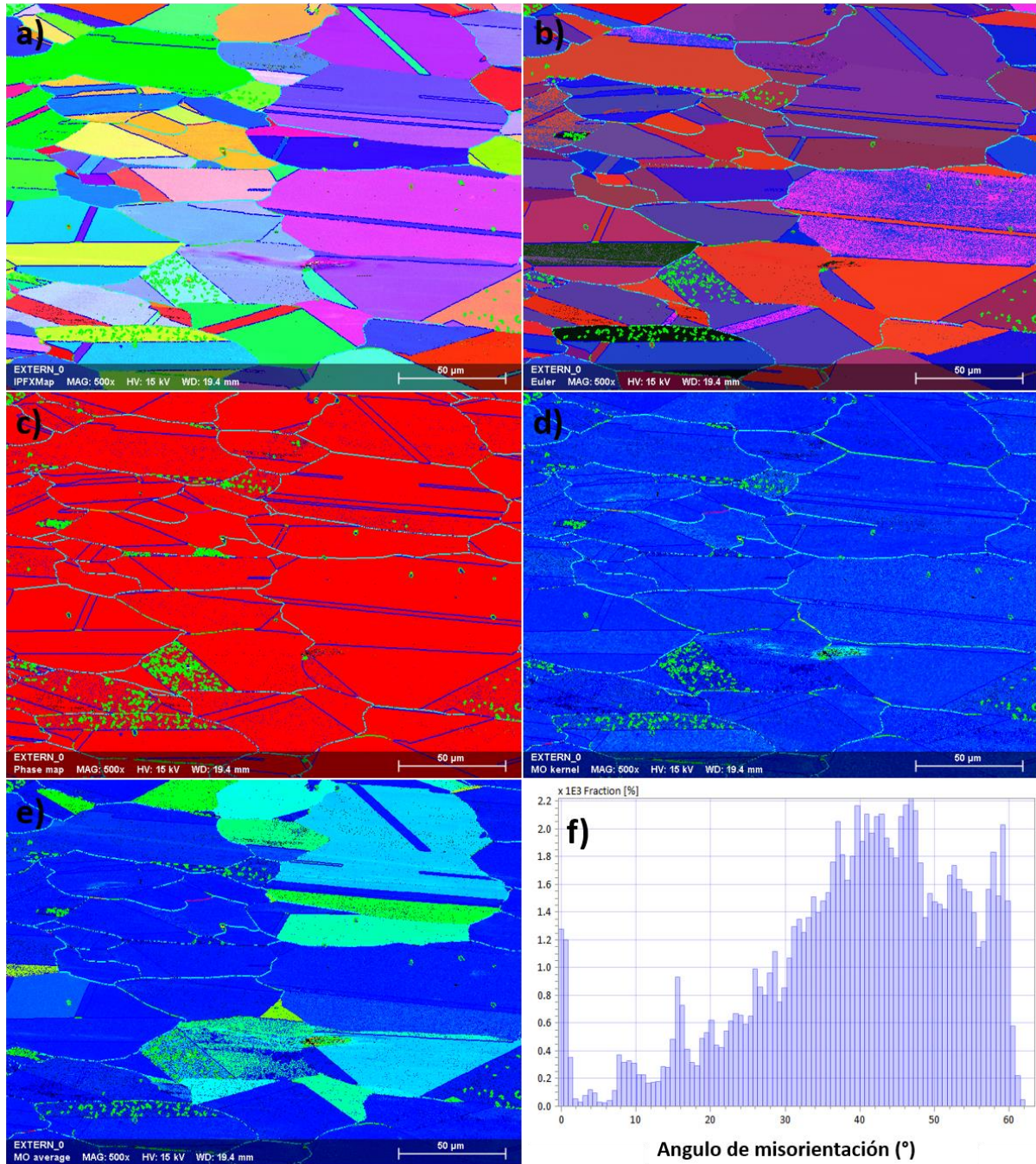


Figura 4.76 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa: **a)** Mapa de fase IPF, **b)** Mapa de Euler, **c)** Mapa de fase con maclas, **d)** Mapa de Kernel, **e)** Mapa de desorientación y **f)** Grafica desorientación.

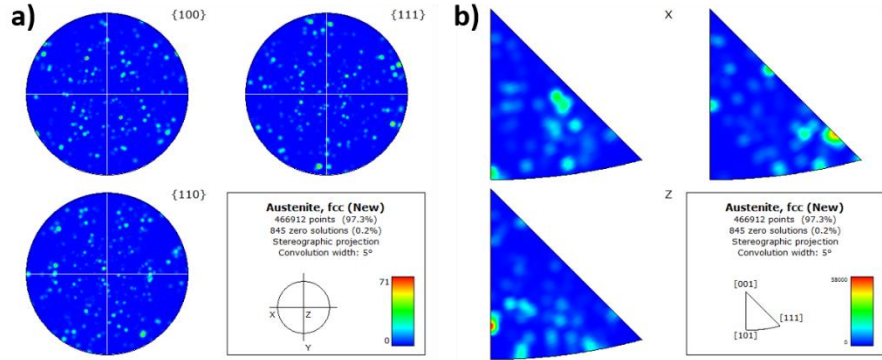


Figura 4.77 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita:

a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.

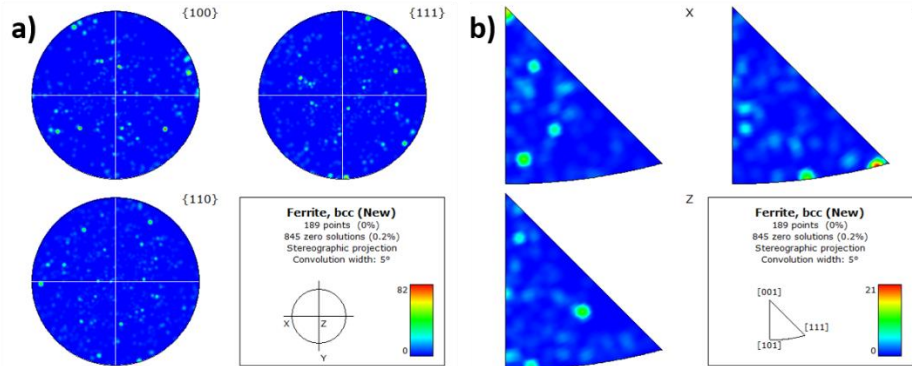


Figura 4.78 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita:

a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.

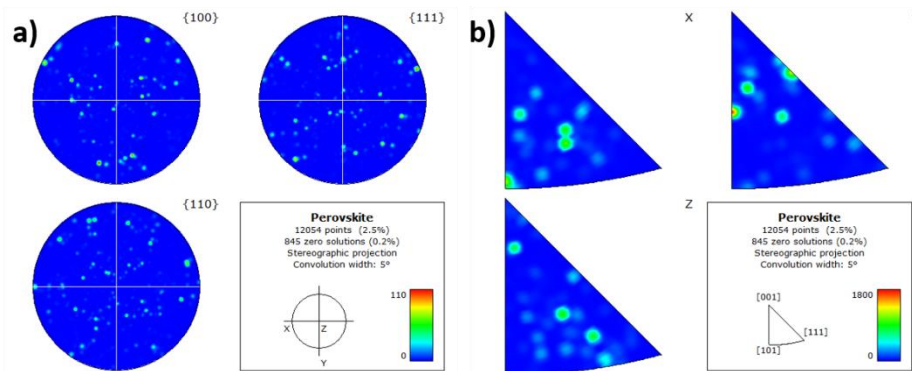


Figura 4.79 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa:

a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.

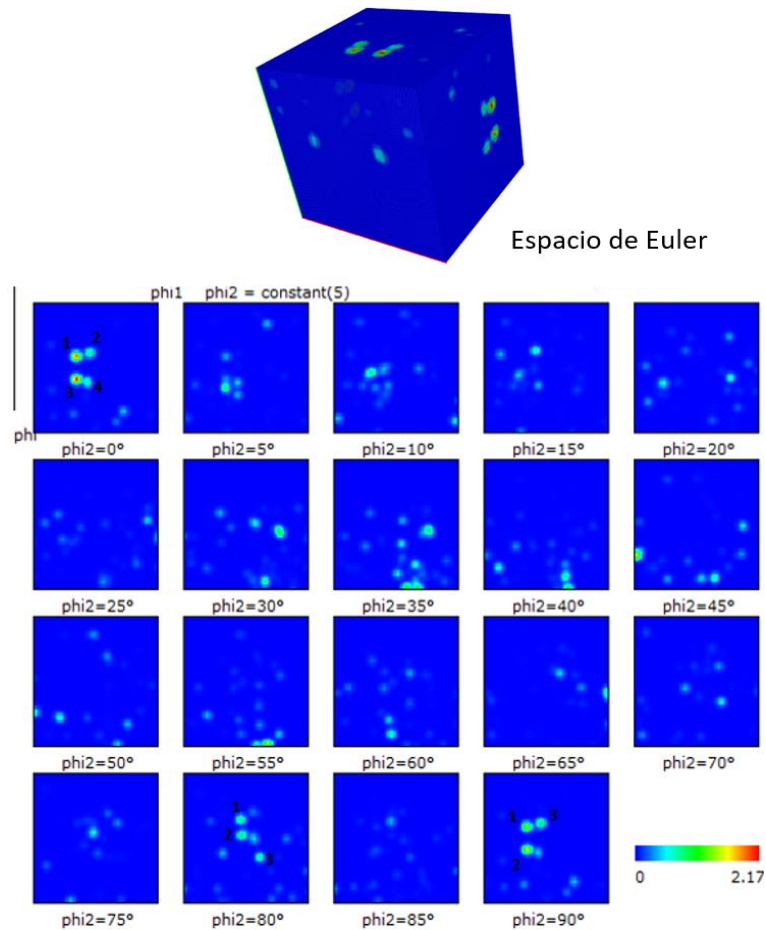


Figura 4.80 ODFs para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita.

Tabla 4.18 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase austenita.

PHI2=0° (Austenita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	0	30	37.2	(034)	$[04\bar{2}]$
2	0	39.6	34.8	(046)	$[3\bar{2}1]$
3	0	32.4	54	(034)	$[5\bar{2}3]$
4	0	39.6	56.4	(053)	$[3\bar{1}2]$
PHI2=80° (Austenita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	80	42	22.5	(317)	$[\bar{1}21]$
2	80	43.2	38.4	(314)	$[\bar{2}42]$
3	80	56.4	60	(613)	$[\bar{1}22]$
PHI2=90° (Austenita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	90	32.4	38.4	(034)	$[\bar{2}42]$
2	90	32.4	54	(043)	$[\bar{1}31]$
3	90	43.2	34.8	(046)	$[\bar{4}53]$

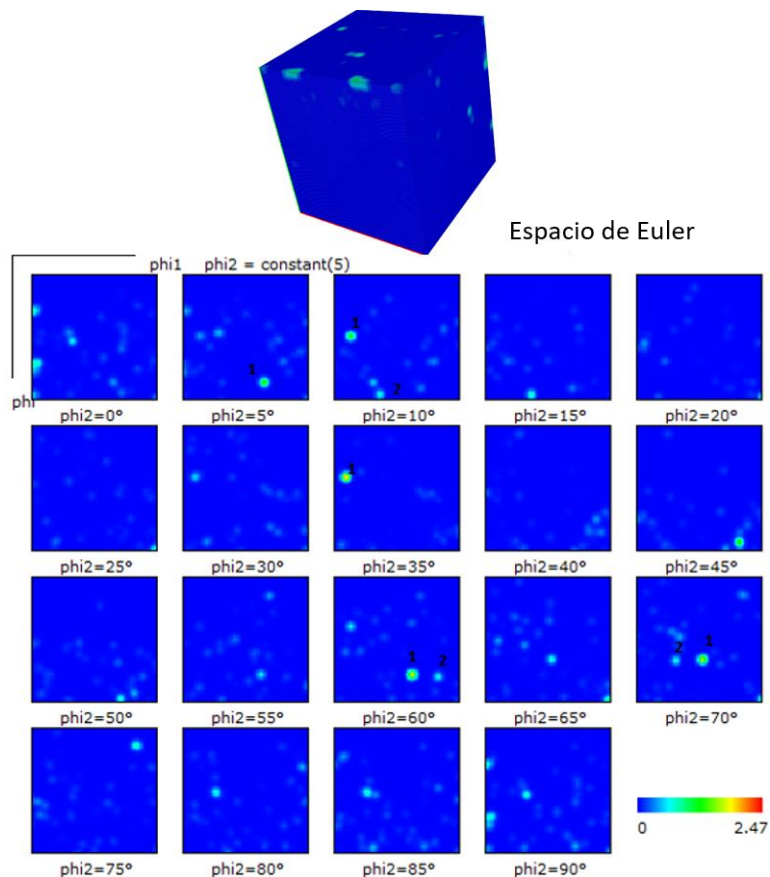


Figura 4.81 ODFs para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita.

Tabla 4.19 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase ferrita.

PHI2= 5° (Ferrita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	5	60	78	(151)	$[\bar{1}12]$
PHI2= 10° (Ferrita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	10	13.2	45.6	(155)	$[4\bar{2}1]$
2	10	34.8	88.8	(161)	$[5\bar{1}4]$
PHI2= 35° (Ferrita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	35	9.6	37.2	(112)	$[3\bar{3}1]$
PHI2= 60° (Ferrita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	60	57.6	72	(211)	$[1\bar{3}4]$
2	60	76.8	73.2	(211)	$[\bar{1}13]$
PHI2= 70° (Ferrita) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	70	49.2	60	(211)	$[\bar{1}33]$
2	70	30	60	(211)	$[1\bar{2}1]$

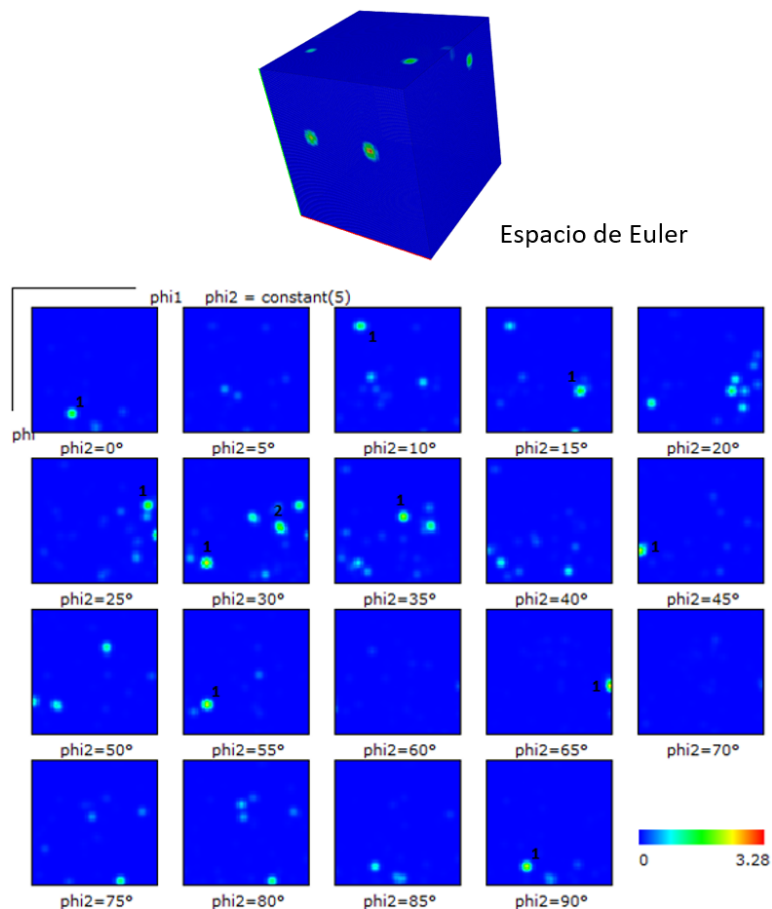


Figura 4.82 ODFs para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa.

Tabla 4.20 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 450 °C y 48 h de la fase kappa.

PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	0	31.2	85.2	(011)	$[2\bar{1}0]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	10	20.4	14.4	(111)	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	15	72	62.4	(132)	$[\bar{1}\bar{2}4]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	25	87.6	34.8	(123)	$[\bar{1}\bar{2}\bar{2}]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	30	18	76.8	(231)	$[\bar{2}\bar{2}\bar{1}]$
2	30	73.2	51.6	(233)	$[\bar{1}\bar{3}\bar{3}]$

PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	35	51.6	44.4	(234)	$[\bar{1}\bar{4}3]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	45	1.2	68.4	(221)	$[\bar{2}\bar{2}1]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	55	19.2	70.8	(321)	$[\bar{1}\bar{2}1]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	65	88.8	56.4	(312)	$[\bar{2}\bar{1}3]$
PHI2= 5° (Kappa) 450-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	90	32.4	79.2	(101)	$[\bar{1}\bar{2}1]$

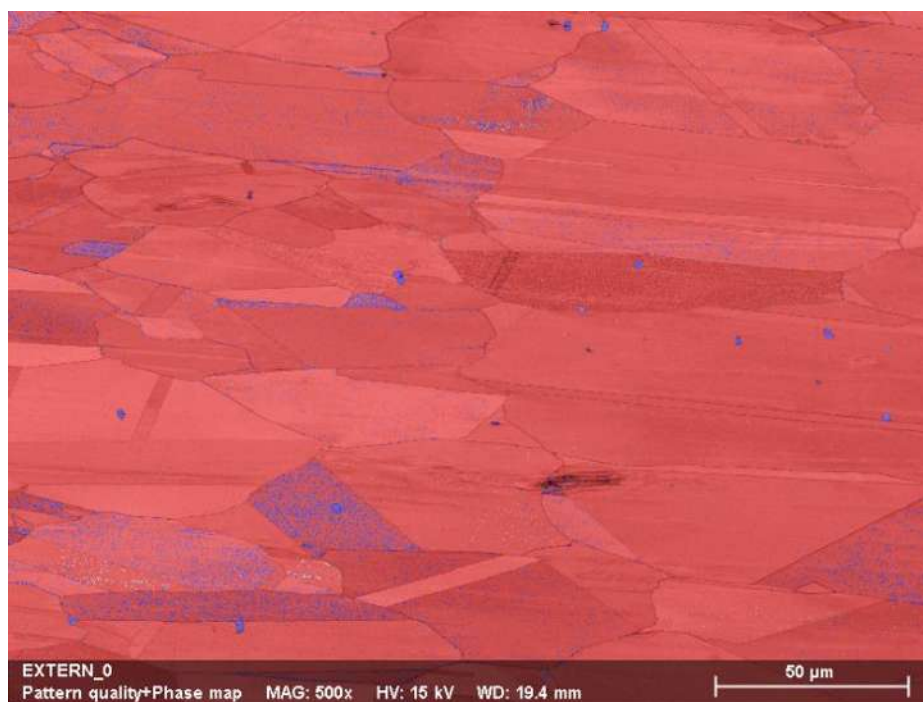


Figura 4.83 Localización de la fase kappa (perovskita) en grano austenítico contrastada en zonas azules en condición de envejecimiento a 450 °C y 48h.



4.9.2.5.2. EBSD de envejecimiento a 550 °C y 36 h.

Las **Figuras 4.84-4.89** muestran los resultados de EBSD de la fase austenita y ferrita. En la **Figuras 4.84-4.85a** y **4.86-4.87b**, se aprecia cómo los granos van tomando una coloración diferente en función de la preferencia de las direcciones normales a los planos atómicos de los granos, es decir, si la dirección de la normal a un plano atómico se ajusta a la dirección cristalográfica [100], su color será rojo en el mapa, si por el contrario esa dirección se ajusta a [101], se tornará verde y si la dirección es [111], su coloración será azul (ver **Figura 4.72**).

A la vista del mapa IPF, destacamos que no hay preferencia de orientación de los granos, las distintas coloraciones mostradas dan cuenta de la aleatoriedad de las orientaciones cristalográficas de los granos del material. En las **Figuras 4.84-4.85b**, podemos apreciar los granos mediante coloración rojo, verde y azul (RVA) ver **Figura 4.73**, para describir las diferentes rotaciones se utilizan los denominados ángulos de Euler.

En las **Figuras 4.84-4.85c**, fue posible observar la distribución de fases, donde la fase austenita- γ predomina con un 99.9% y ferrita- α con 0.134 % (en volumen) respectivamente. Sin embargo, la fase kappa no se ingresó por problemas técnicos en el equipo. En las **Figuras 4.84-4.85d-e**, se aprecian los mapas de Kernel y misorientación promedio donde, podemos observar que no hay cambios bruscos en la desorientación). Por otro lado, en las **Figuras 4.84-4.85f**, se observa un aumento en la fracción de desorientación en ángulos entre 40° y 60° para la fase austenita. Las cuales están asociadas con límites de maclas ya que se caracterizan por desorientaciones extremadamente altas, las maclas son un límite de ángulo especial de alto ángulo, los límites en estos casos tienden a variar según el procesamiento ya sea por deformación plástica, debido a los cambios en las desorientaciones.

En los aceros de baja densidad no existen maclas mecánicas debido a que la energía de falla de apilamiento (EFA) es muy alta y no da condición para generar maclas de deformación. Se determinó que el tamaño de grano promedio es de 29 μm con respecto a la zona de análisis.



Analizando la figura de polos como se aprecian en las **Figuras 4.86-4.87a**, se observó que los granos no tienen un carácter preferencial de orientación. Concluyéndose que la aleación no tiene una textura cristalográfica fuerte, todo lo contrario, existe ausencia de ésta, ya que los polos están uniformemente distribuidos en la proyección estereográfica. Sin embargo, si se realiza un análisis frecuencial de todos los polos presentes para las diferentes fases, vemos que existe mayor densidad de éstos en la familia de planos atómicos (110) en la fase austenita.

Por último, se aprecian en las **Figuras 4.88-4.89**, las funciones de distribución de orientación que son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de φ_2 constantes. Generalmente el índice de difracción es superior a 6 para muestras deformadas. El índice de difracción obtenido para las muestras bajo estudio fue de 2, por lo que no se desarrolló una textura. Por lo que respecta, dentro de las imágenes ODF fue posible transformar los ángulos de Euler a índices de Miller mediante las ecuaciones 1-6 de este apartado, esto con la finalidad de obtener las componentes de textura (hkl) [uvw] con la finalidad de conocer las zonas donde hay indicios de formar una textura.

Una vez obtenido las componentes de textura para cada fase (ver **Tablas 4.21-4.22**) de las muestras envejecidas se hizo un análisis, el cual resultó que hay zonas con indicios de formar una textura. Otra de las cuestiones observadas en las ODF es que hay mayores puntos de formar componentes de textura en la fase kappa, lo cual puede estar atribuido a los mismos precipitados, donde estos generaron mayores puntos de nucleación dando lugar a orientaciones cristalográficas preferenciales muy probablemente sobre la estructura modulada que mantiene direcciones ortogonales [100]. Las componentes de textura de la fase austenita mostraron indicios desde ángulos para φ_2 constante desde 15° hasta 50° y para la fase ferrita en ángulos únicamente 5° , 10° y 25° .

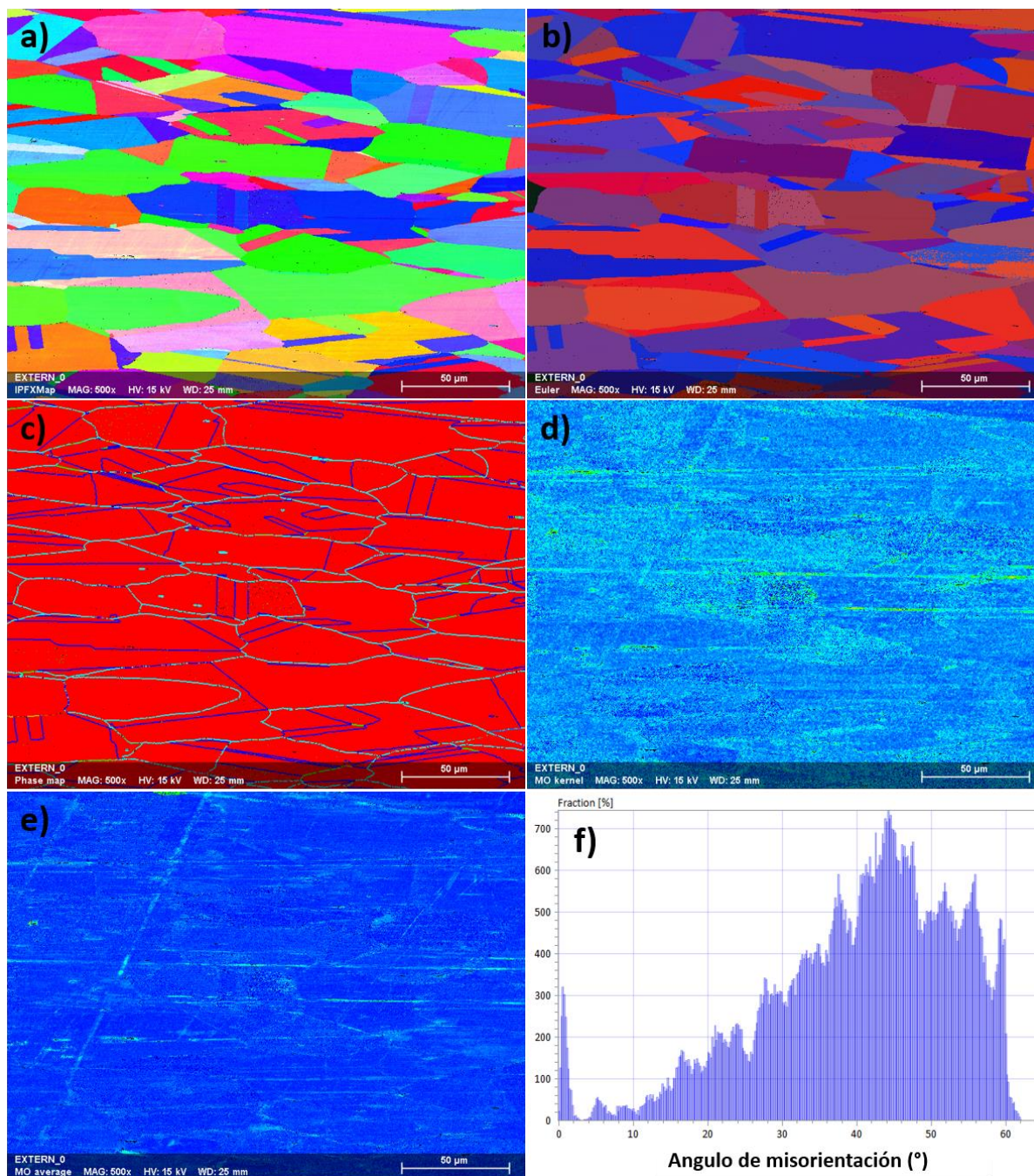


Figura 4.84 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita:

- a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.

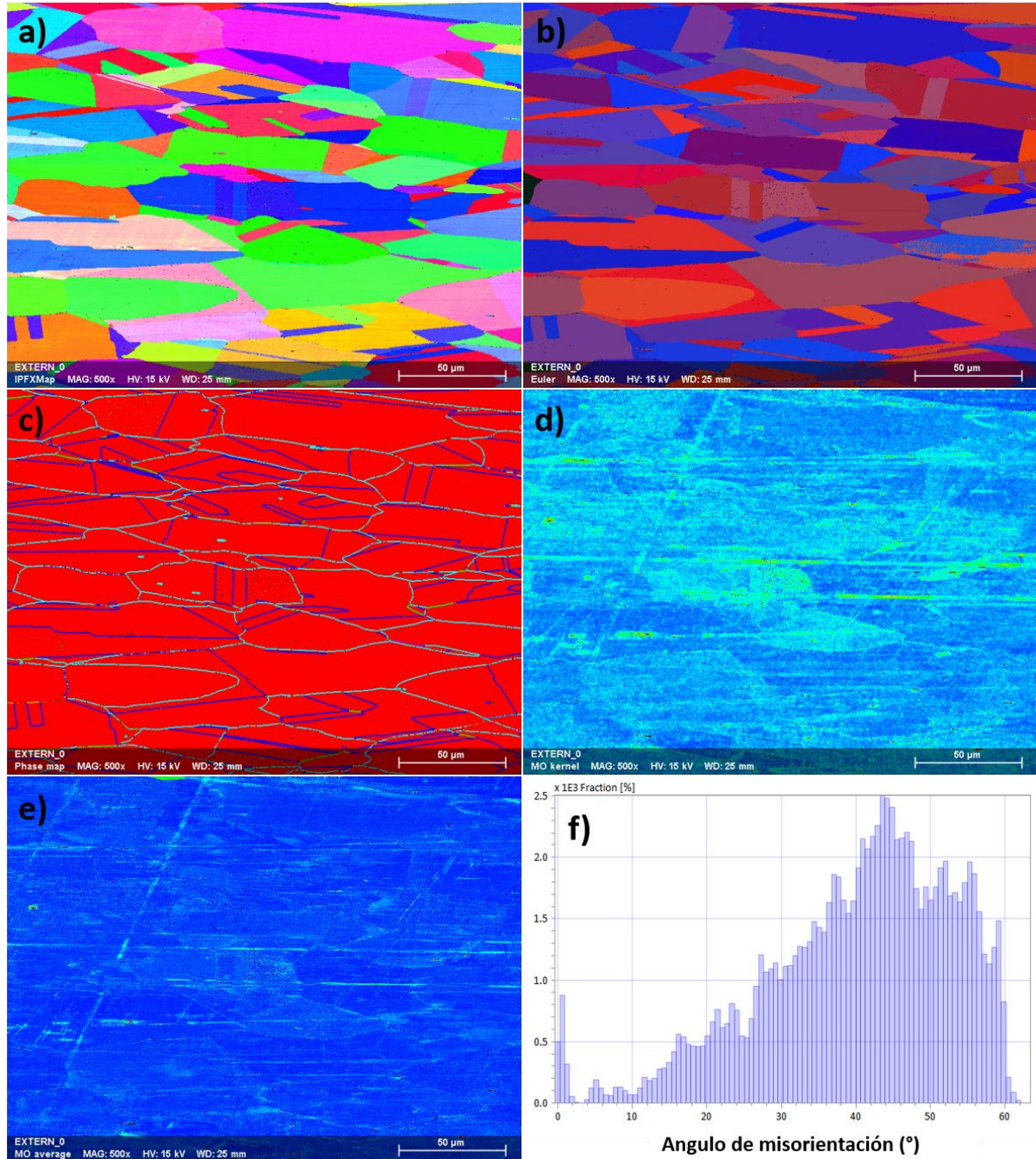


Figura 4.85 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita:

- a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.

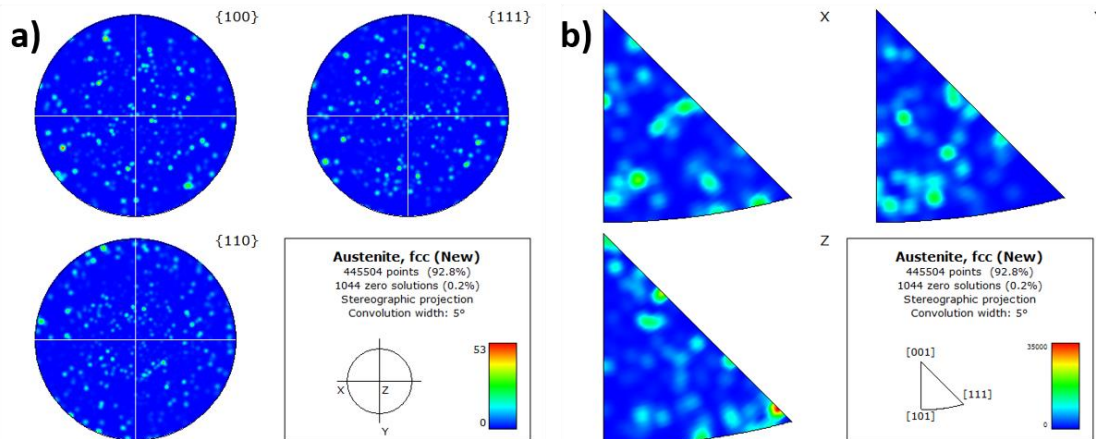


Figura 4.86 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita:

a) Figuras de polo y **b)** Figuras de polo inverso.

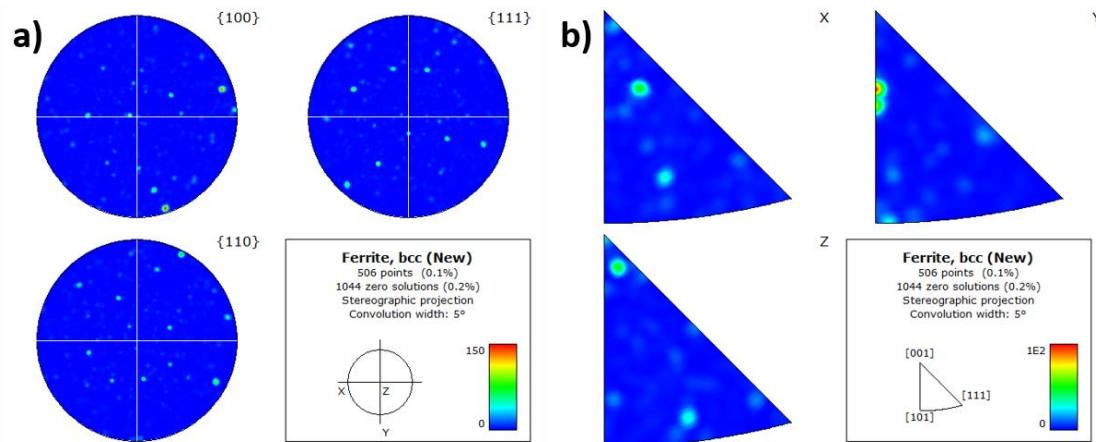


Figura 4.87 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita:

a) Figuras de polo y **b)** Figuras de polo inverso.

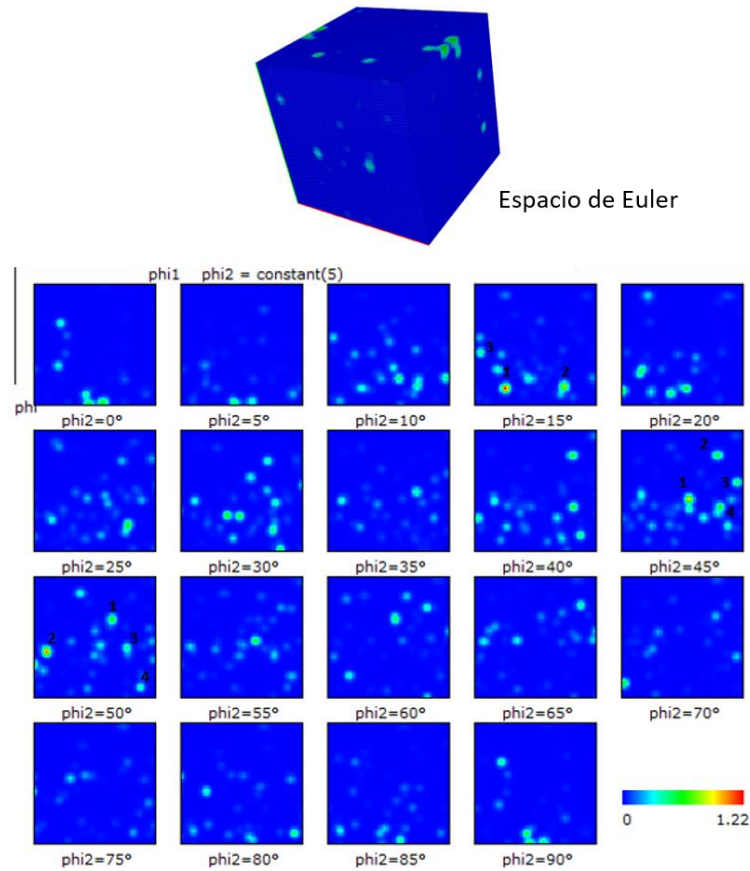
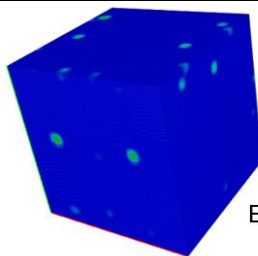


Figura 4.88 ODFs para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita.

Tabla 4.21 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita.

PHI2= 15° (Austenita) 550-36H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	15	24	80.4	(141)	$[6\bar{2}3]$
2	15	68.4	78	(282)	$[1\bar{1}3]$
3	15	6	3.6	(002)	$[2\bar{1}1]$
PHI2= 45° (Austenita) 550-36H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	45	51.6	54	(333)	$[1\bar{6}5]$
2	45	75.6	19.2	(114)	$[\bar{1}21]$
3	45	88.8	38.4	(335)	$[\bar{1}\bar{1}1]$
4	45	75.6	66	(221)	$[\bar{1}\bar{1}2]$

PHI2= 50° (Austenita) 550-36H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	50	60	32.4	(224)	$[\bar{1}\bar{3}2]$
2	50	9.6	56.4	(222)	$[3\bar{4}1]$
3	50	70.8	52.8	(333)	$[\bar{1}\bar{2}3]$
4	50	80.4	82.8	(331)	$[1\bar{1}2]$



Espacio de Euler

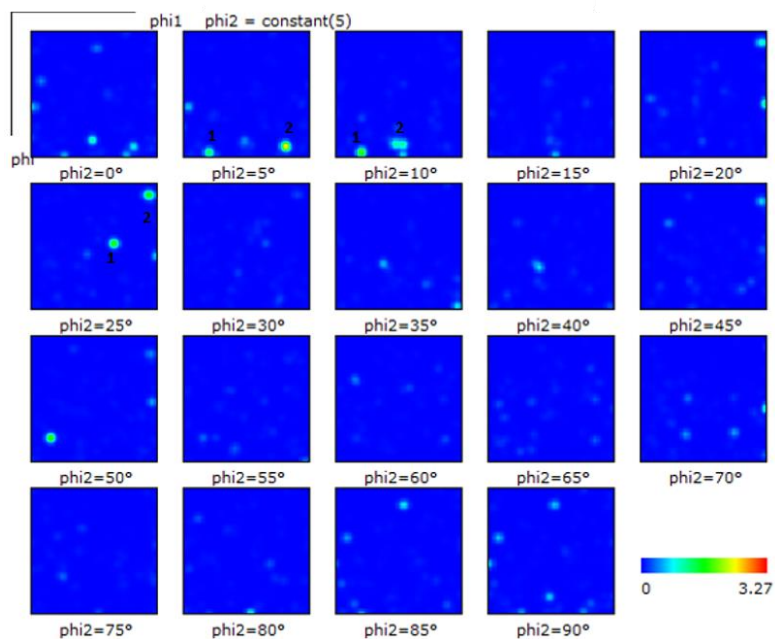


Figura 4.89 ODFs para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita.

Tabla 4.22 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita

PHI2= 5° (Ferrita) 550-36H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	5	18	87.6	(121)	$[2\bar{1}1]$
2	5	75.6	85.2	(131)	$[1\bar{1}4]$



PHI2= 10° (Ferrita) 550-36H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	10	19.2	87.6	(121)	[3 $\bar{1}$ 1]
2	10	48	82.8	(131)	[3 $\bar{1}$ 3]
PHI2= 25° (Ferrita) 550-36H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	25	61.2	44.4	(245)	[1 $\bar{4}$ 3]
2	25	87.6	8.4	(112)	[3 $\bar{6}$ 1]

4.9.2.5.3. EBSD de envejecimiento a 650 °C y 48 h.

Las **Figuras 4.90-4.98** muestran los resultados de EBSD de la fase austenita, ferrita y Mn- β . En la **Figuras 4.90-4.92a** y **4.93-4.95b**, se puede apreciar cómo los granos van tomando una coloración diferente en función de la preferencia de las direcciones normales a los planos atómicos de los granos, es decir, si la dirección de la normal a un plano atómico se ajusta a la dirección cristalográfica [100], su color será rojo en el mapa, si por el contrario esa dirección se ajusta a [101], se tornará verde y si la dirección es [111], su coloración será azul (ver **Figura 4.72**). A la vista del mapa IPF, se destaca que no hay preferencia de orientación de los granos, las distintas coloraciones mostradas dan cuenta de la aleatoriedad de las orientaciones cristalográficas de los granos del material. En las **Figuras 4.90-4.92b**, podemos apreciar los granos mediante coloración rojo, verde y azul (RVA) ver **Figura 4.73**, para describir las diferentes rotaciones se utilizan los denominados ángulos de Euler.

En las **Figuras 4.90-4.92c**, fue posible observar la distribución de fases, donde la fase austenita-y predomina con un 99.9%, seguido de ferrita- α con 0.06 % y 0.021 para Mn- β (en volumen) respectivamente. En las **Figuras 4.90-4.92d-e**, se aprecian los mapas de Kernel y mapa de misorientación para la fase austenita sin presentar algún cambio significativo. Sin embargo, para la fase ferrita y Mn- β se observaron cambios en límites de grano. Por otro lado, en las **Figuras 4.90-4.92f**, se observa una disminución en la fracción de desorientación en ángulos entre 44° y 48° para la fase Mn- β con respecto a la fase austenita. Analizando la figura de polos como se aprecian en las **Figuras 4.93-4.95a**, se observó que los granos no tienen un carácter preferencial de orientación.



Concluyéndose que la aleación no tiene una textura cristalográfica fuerte, todo lo contrario, existe ausencia de ésta, ya que los polos están uniformemente distribuidos en la proyección estereográfica. Sin embargo, si se realiza un análisis frecuencial de todos los polos presentes para las diferentes fases, se observa que existe mayor densidad de éstos en la familia de planos atómicos (110) en la fase austenita, (111) para ferrita y Mn- β .

Por último, se aprecian en las **Figuras 4.96-4.98**, las funciones de distribución de orientación que son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de ϕ^2 constantes. Generalmente el índice de difracción es superior a 6 para muestras deformadas. El índice de difracción obtenido para las muestras bajo estudio fue de 2, por lo que no se desarrolló una textura. Por lo que respecta, dentro de las imágenes ODF fue posible transformar los ángulos de Euler a índices de Miller mediante las ecuaciones 1-6 de este apartado, esto con la finalidad de obtener las componentes de textura (hkl) [uvw] con la finalidad de conocer las zonas donde hay indicios de formar una textura. Una vez obtenido las componentes de textura para cada fase (ver **Tablas 4.24-4.26**) de las muestras envejecidas se hizo un análisis, el cual resultó que hay zonas con indicios de formar una textura. Otra de las cuestiones observadas en las ODF es que hay mayores puntos de formar componentes de textura en la fase kappa, lo cual puede estar atribuido a los mismos precipitados, donde estos generaron mayores puntos de nucleación dando lugar a orientaciones cristalográficas preferenciales muy probablemente sobre la estructura modulada que mantiene direcciones ortogonales [100]. Las componentes de textura de la fase austenita mostraron indicios desde ángulos para ϕ^2 constante desde 20° hasta 65°, seguida de la fase ferrita en ángulos de 5° hasta 85° y por último la fase Mn- β de 35° hasta 80°. En general, existen pocos estudios de EBSD en aceros de baja densidad austeníticos envejecidos, y en particular de la fase kappa. Chen y col. [21] realizaron únicamente el estudio sobre el efecto de la fase Mn- β durante el envejecimiento donde realizan la identificación de fases y determinan que esta fase fragiliza el material a una temperatura de 600 °C y 20 h de envejecimiento, otros investigadores como Moon y col. [24] realizaron estudio más a fondo acerca de esta fase, al usar un line-scan por MEB-EBSD para determinar la variación de elementos químicos en las islas de Mn- β .

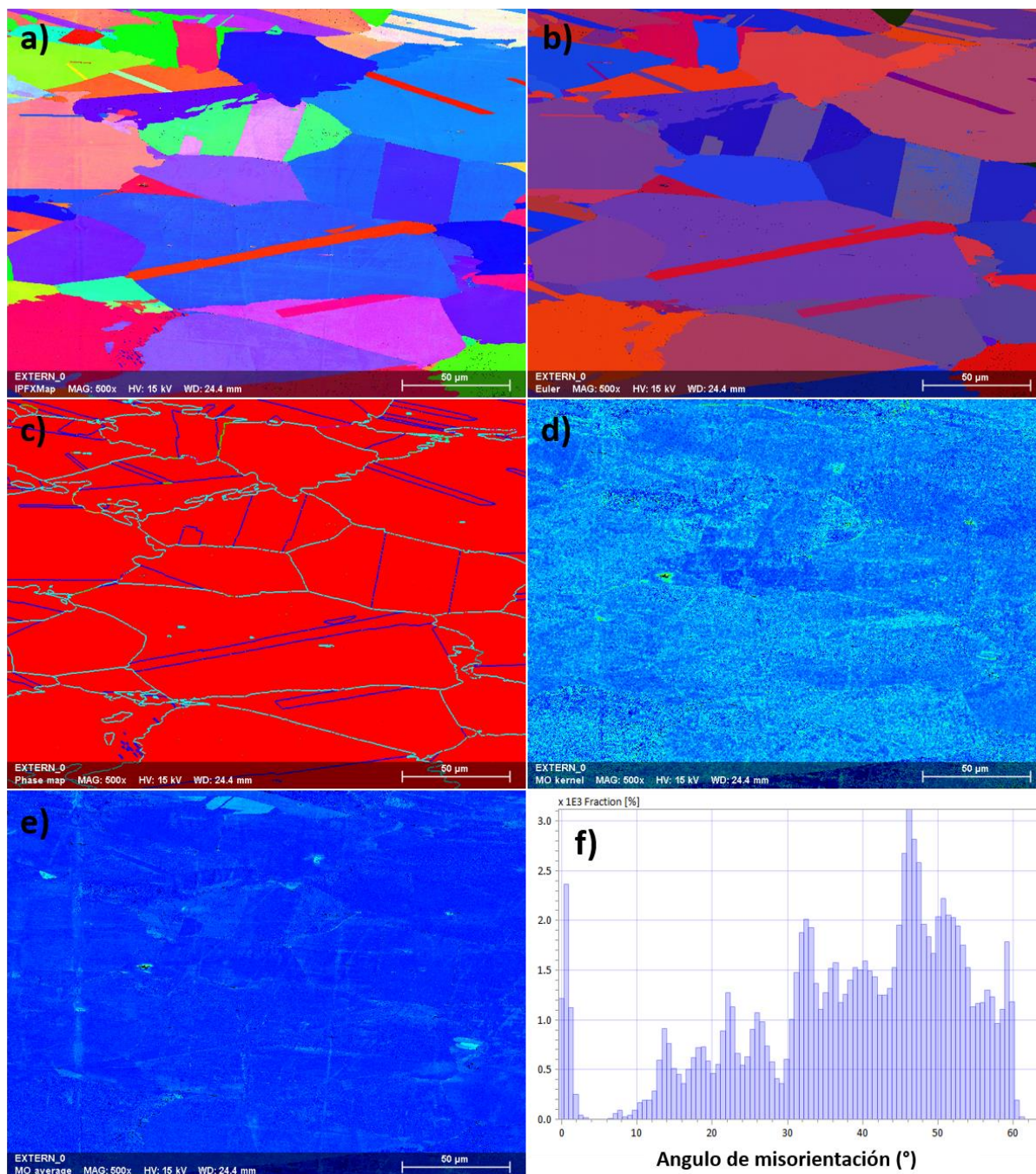


Figura 4.90 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase austenita:

- a)** Mapa de fase IPF, **b)** Mapa de Euler, **c)** Mapa de fase con maclas, **d)** Mapa de Kernel, **e)** Mapa de desorientación y **f)** Grafica de desorientación.

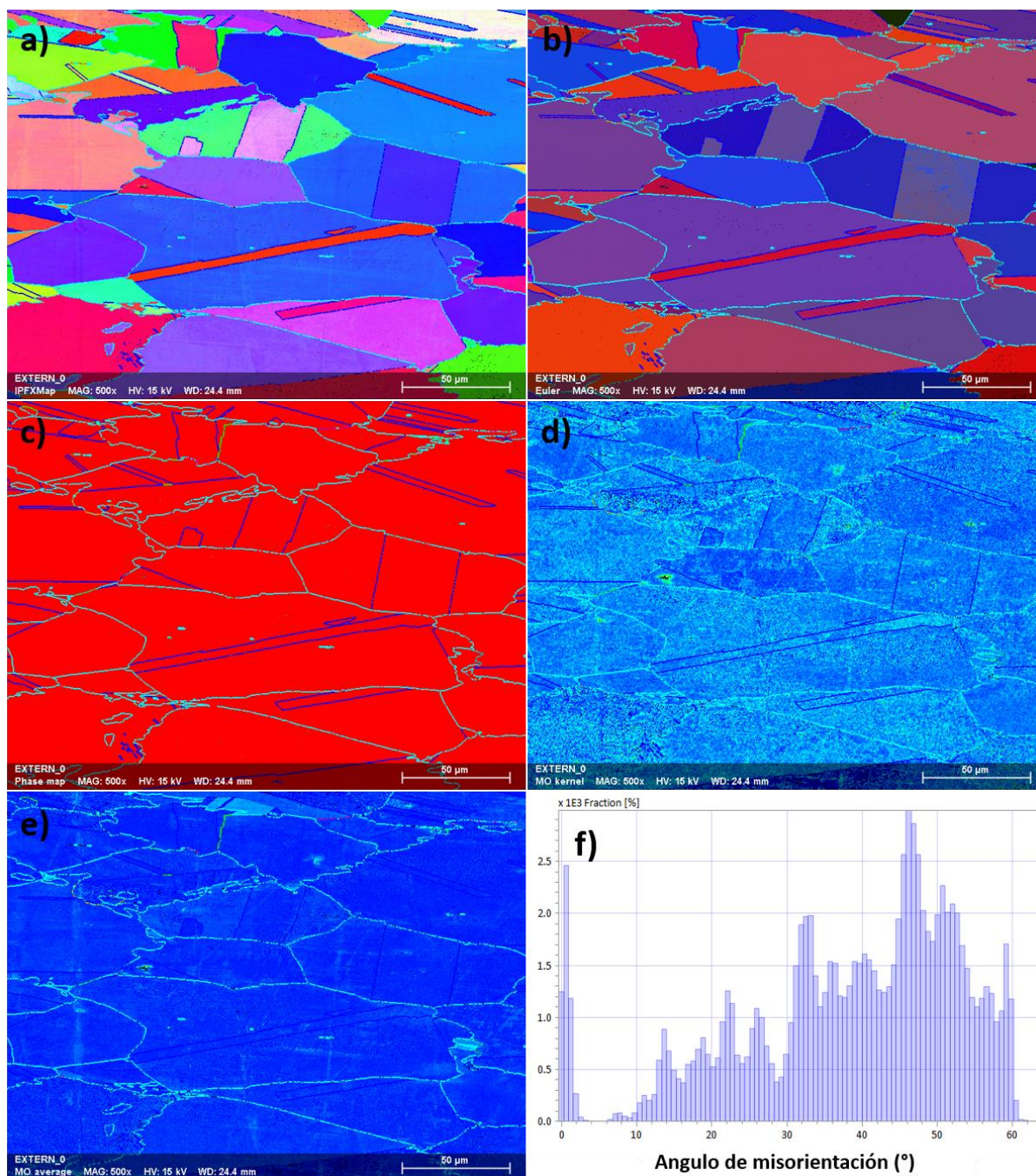


Figura 4.91 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase ferrita:

- a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.

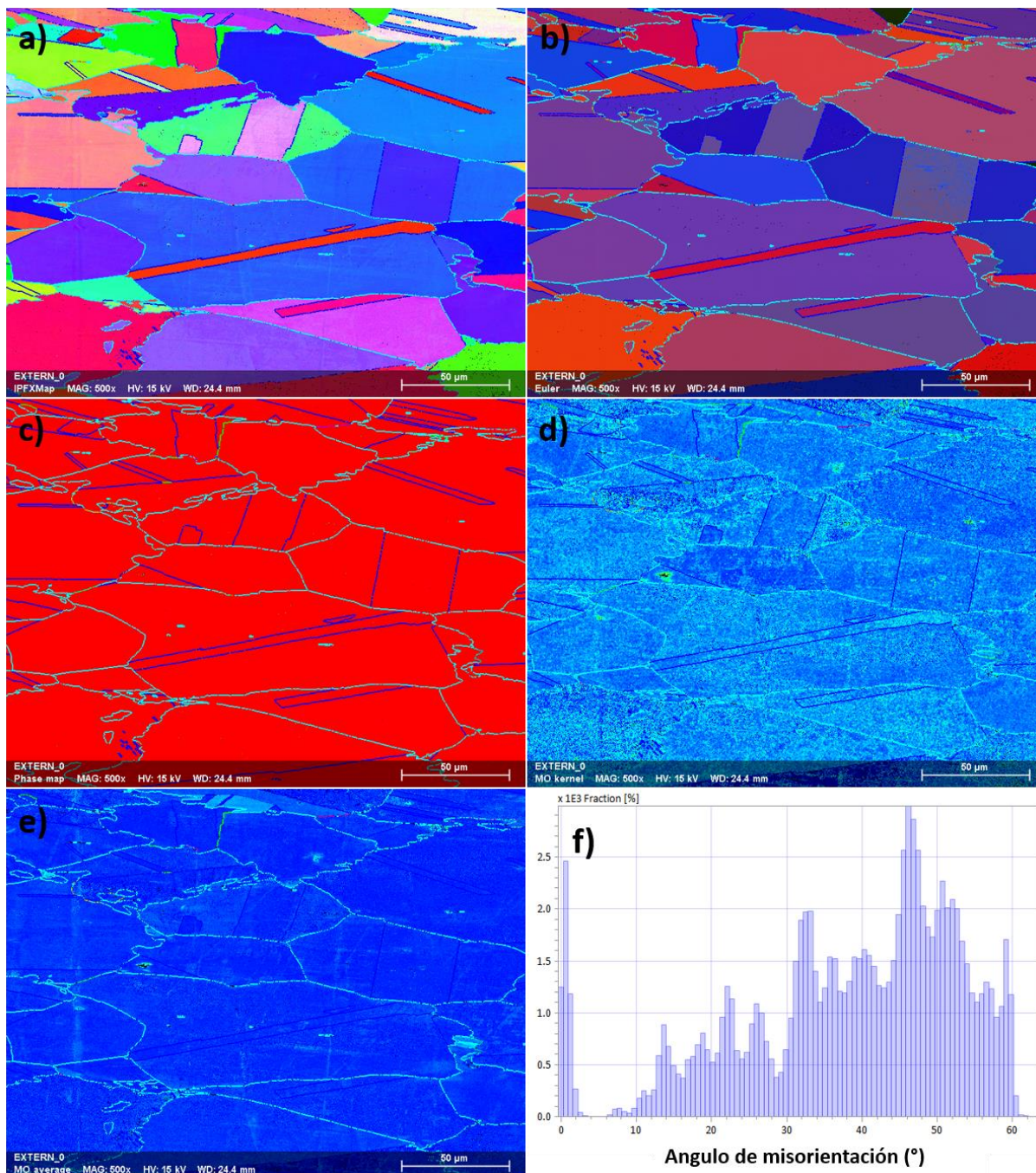


Figura 4.92 Imágenes de EBSD para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase Mn-β
a) Mapa de fase IPF, b) Mapa de Euler, c) Mapa de fase con maclas, d) Mapa de Kernel, e) Mapa de desorientación y f) Grafica de desorientación.

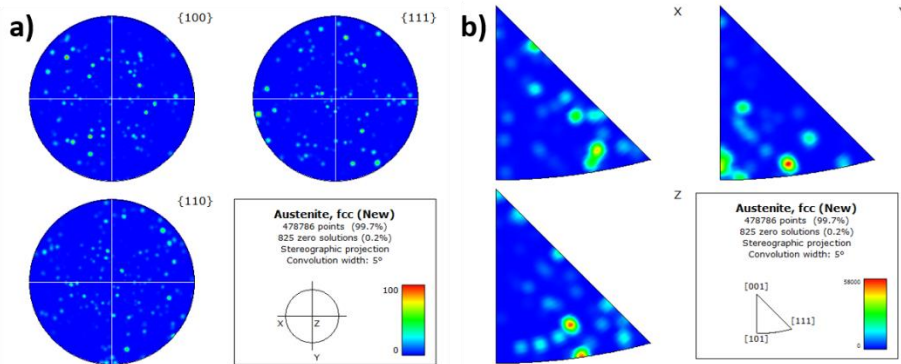


Figura 4.93 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase austenita:

. a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.

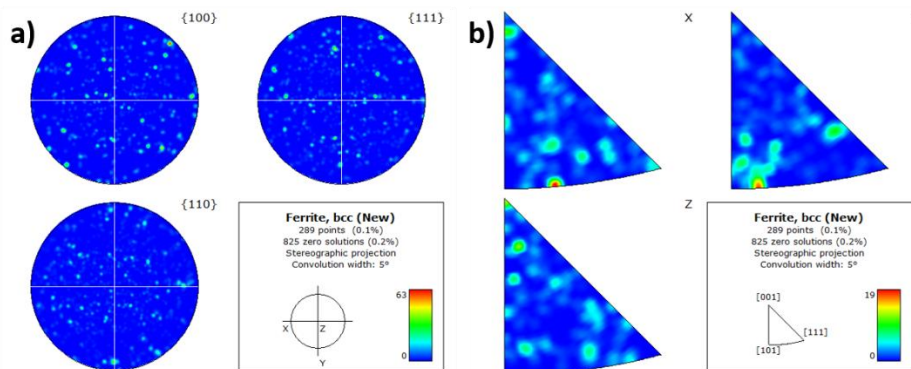


Figura 4.94 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase ferrita:

a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.

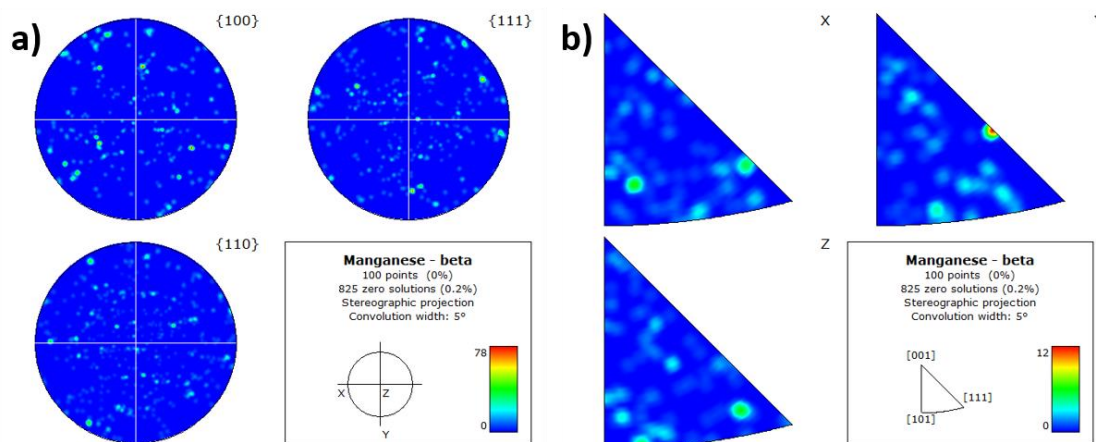


Figura 4.95 Figuras de polo para la condición de envejecimiento a 550 °C y 36 h de la fase Mn-β:

a) Figuras de polo y b) Figuras de polo inverso.

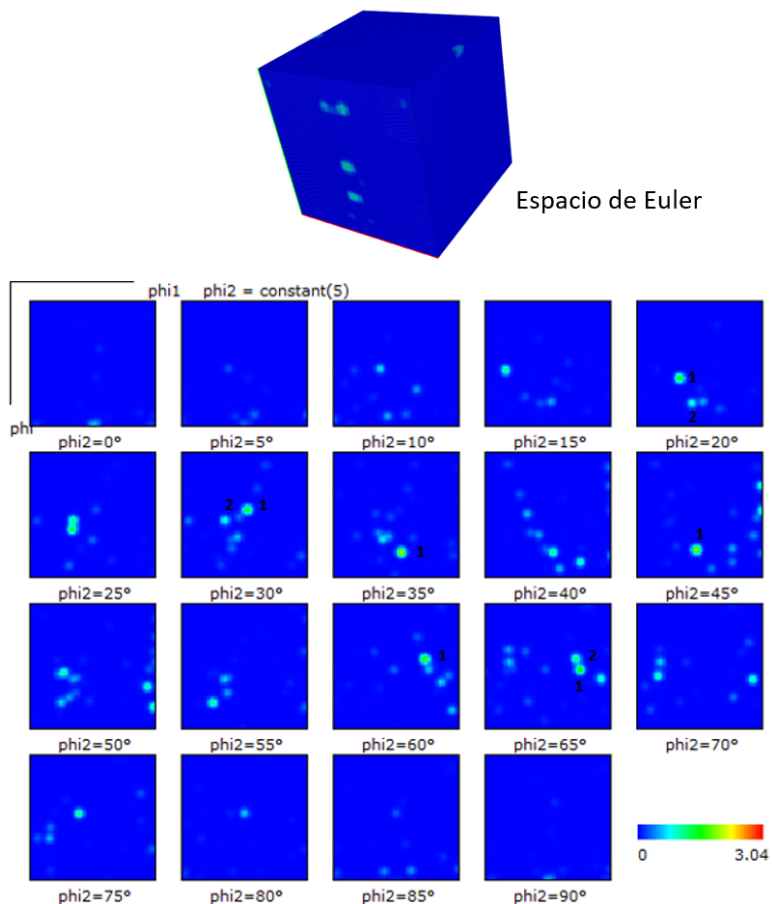
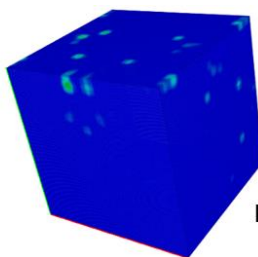


Figura 4.96 ODFs para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase austenita.

Tabla 4.23 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase austenita.

PHI2= 20° (Austenita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	20	32.4	56.4	(121)	$[2\bar{2}1]$
2	20	39.6	74.4	(141)	$[2\bar{1}2]$
PHI2= 30° (Austenita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	30	49.2	40.8	(123)	$[1\bar{2}1]$
2	30	31.2	48	(122)	$[3\bar{4}2]$
PHI2= 35° (Austenita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	35	50.4	72	(342)	$[2\bar{3}4]$

PHI2= 45° (Austenita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	45	44.4	72	(221)	$[\bar{1}\bar{2}2]$
PHI2= 60° (Austenita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	60	68.4	44.4	(212)	$[\bar{1}\bar{2}2]$
PHI2= 65° (Austenita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	65	70.8	48	(212)	$[\bar{3}\bar{4}5]$
2	65	67.2	39.6	(213)	$[\bar{2}\bar{3}3]$



Espacio de Euler

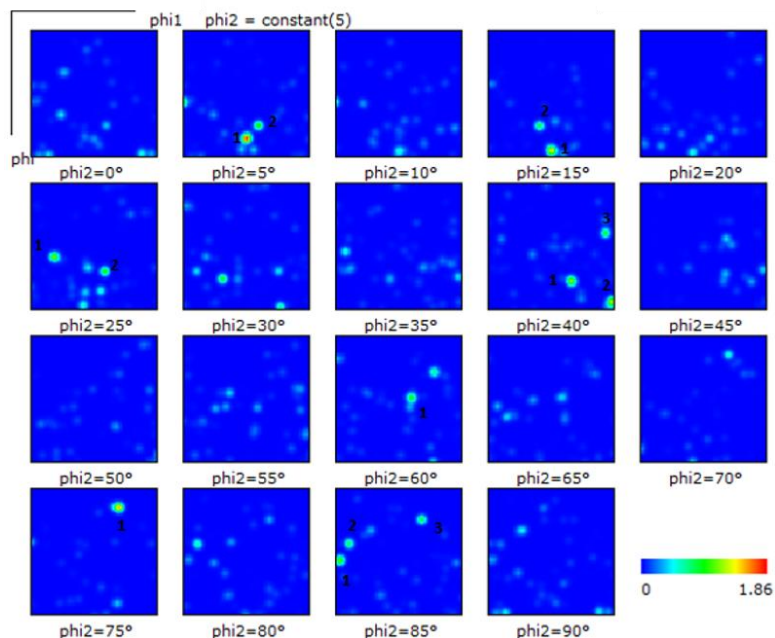


Figura 4.97 ODFs para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase ferrita.



Tabla 4.24 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase ferrita.

PHI2= 5°(Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	5	48	78	(151)	$[2\bar{1}2]$
2	5	55.2	68.4	(131)	$[1\bar{1}1]$
PHI2= 15° (Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	15	46.8	88.8	(141)	$[2\bar{1}2]$
2	15	39.6	68.4	(142)	$[2\bar{1}2]$
PHI2= 25° (Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	25	15.6	51.6	(122)	$[4\bar{3}1]$
2	25	54	63.6	(242)	$[2\bar{3}4]$
PHI2= 40° (Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	40	61.2	68.4	(342)	$[1\bar{3}5]$
2	40	90	85.2	(221)	$[\bar{1}\bar{1}2]$
3	40	85.2	34.8	(112)	$[\bar{1}\bar{1}1]$
PHI2= 60° (Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	60	55.2	42	(212)	$[\bar{1}\bar{3}2]$
PHI2= 75° (Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	75	87.6	13.2	(115)	$[\bar{4}\bar{1}1]$
PHI2= 85° (Ferrita) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	85	3.6	52.8	(413)	$[1\bar{2}1]$
2	85	9.6	39.6	(212)	$[\bar{1}\bar{3}1]$
3	85	68.4	21.6	(113)	$[\bar{2}\bar{1}1]$

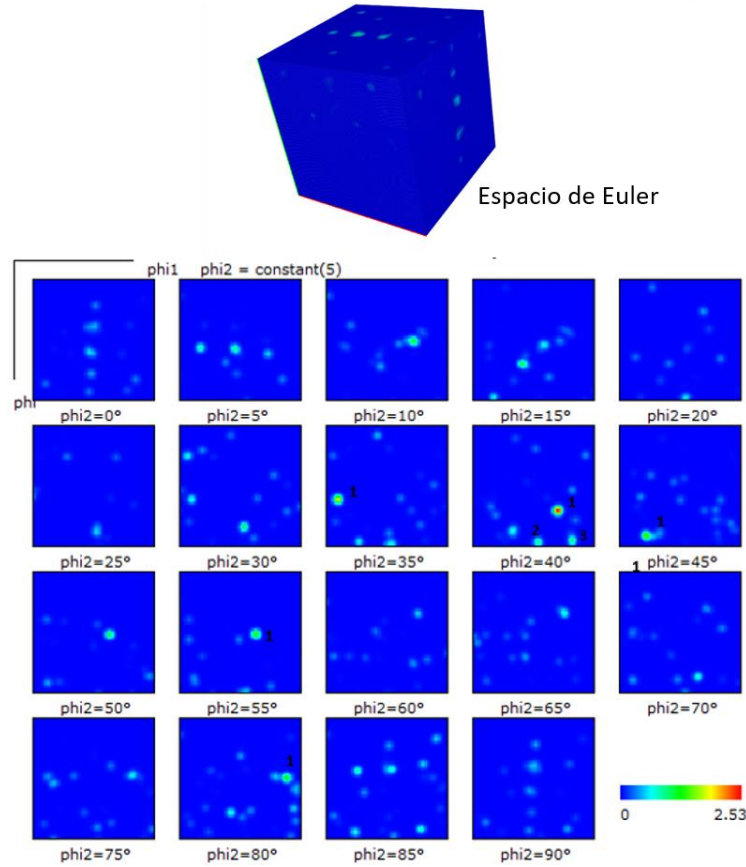


Figura 4.98 ODFs para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase Mn-β.

Tabla 4.25 Componentes de textura para la condición de envejecimiento a 650 °C y 48 h de la fase Mn-β

PHI2= 35° (Mn-β) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	35	8.4	56.4	(111)	[6 $\bar{5}$ 1]
PHI2= 40° (Mn-β) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	40	66	62.4	(221)	[1 $\bar{3}$ 4]
2	40	49.2	86.4	(221)	[112]
3	40	76.8	86.4	(221)	[1 $\bar{1}$ 7]
PHI2=45° (Mn-β) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	45	21.6	81.6	(551)	[2 $\bar{2}$ 1]



PHI2= 55° (Mn-β) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	55	64.8	44.4	(435)	$[\bar{2}\bar{5}4]$
PHI2= 80° (Mn-β) 650-48H					
Numero	PHI2 (°)	PHI1 (°)	PHI (°)	Plano	Dirección
1	80	80.4	44.4	(516)	$[\bar{4}\bar{2}5]$

4.9.3 Análisis de patrones mediante difracción de rayos-X.

En las **Figuras 4.99-4.104**, se muestran los ángulos de difracción cuya relación de ángulos 2θ de los picos presentes se desglosa en las **Tablas 3.9-3.14**, observándose la presencia de los picos característicos de la fase austenita, ferrita, kappa y Mn-β, donde la fase kappa presenta la menor intensidad de pico, encontrándose muy cercanos a los picos de austenita y anclados, debido a que la fase kappa es básicamente una estructura cubica centrada en la caras, además de que las dimensiones de las celdas unitarias son muy similares; para el caso de la austenita a un ángulo de 72° el parámetro de red es 1.306 y 1.317 Å para la fase kappa.

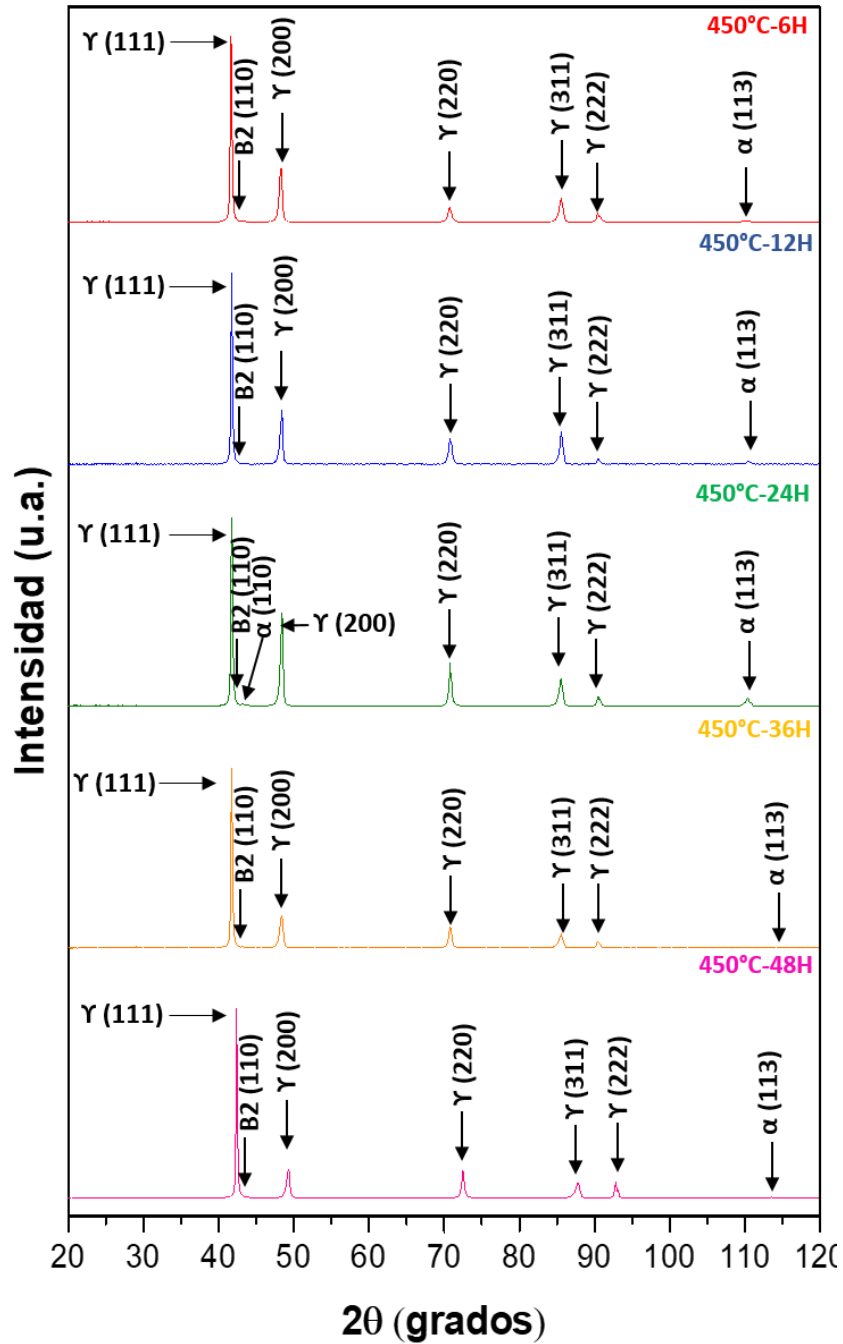


Figura 4.99 Patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 450°C.

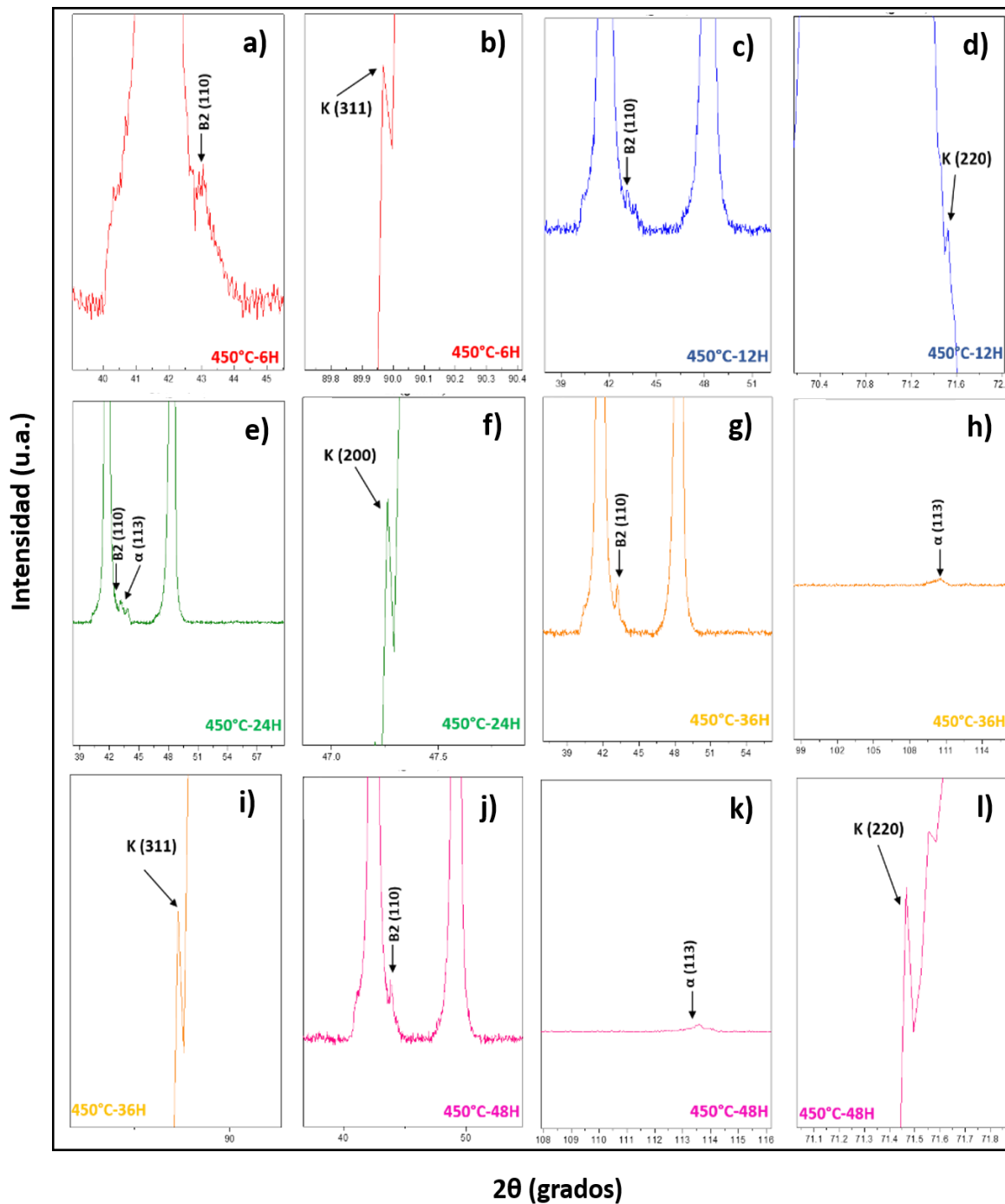


Figura 4.100 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 450°C.

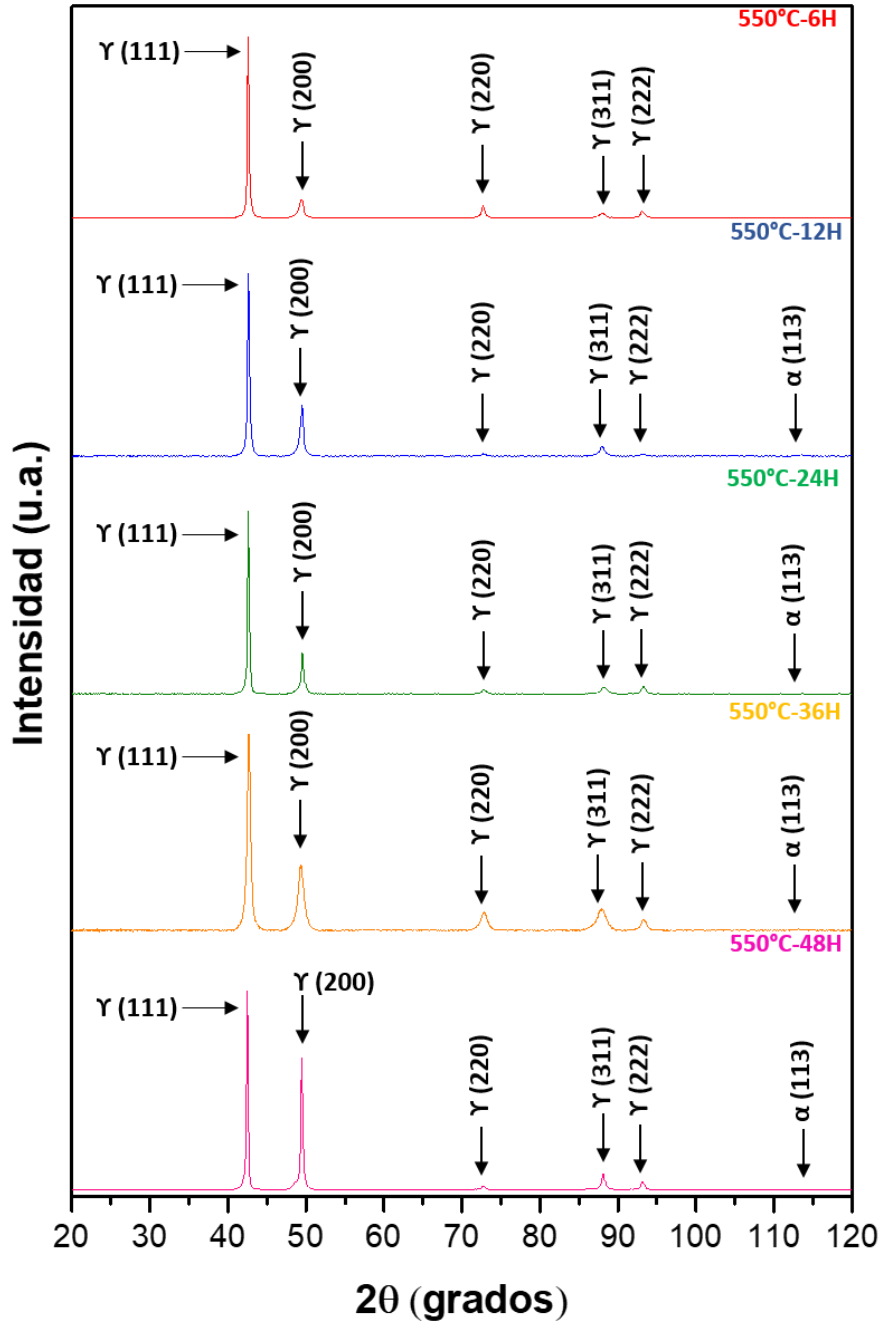


Figura 4.101 Patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 550°C.

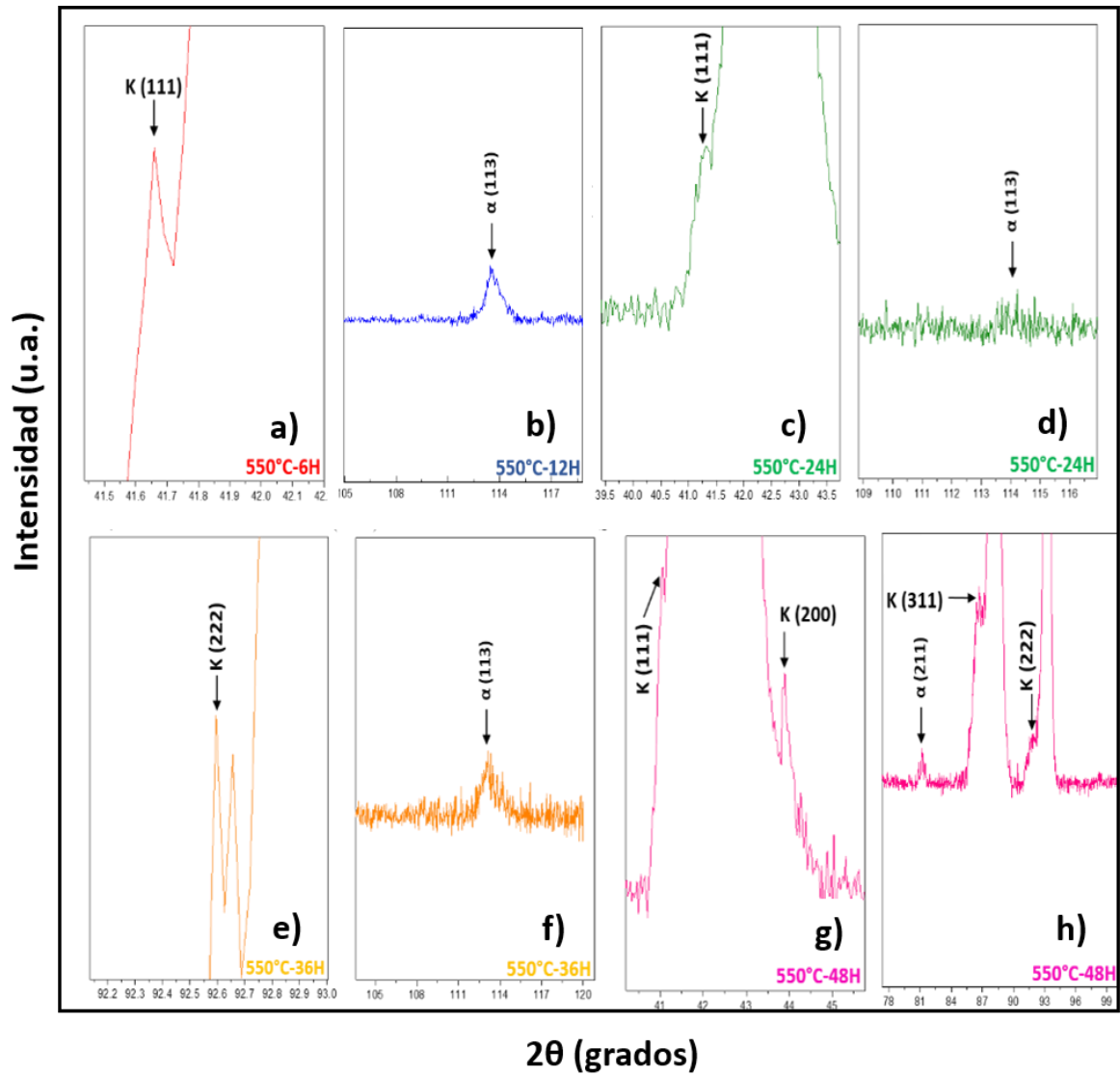


Figura 4.102 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 550°C.

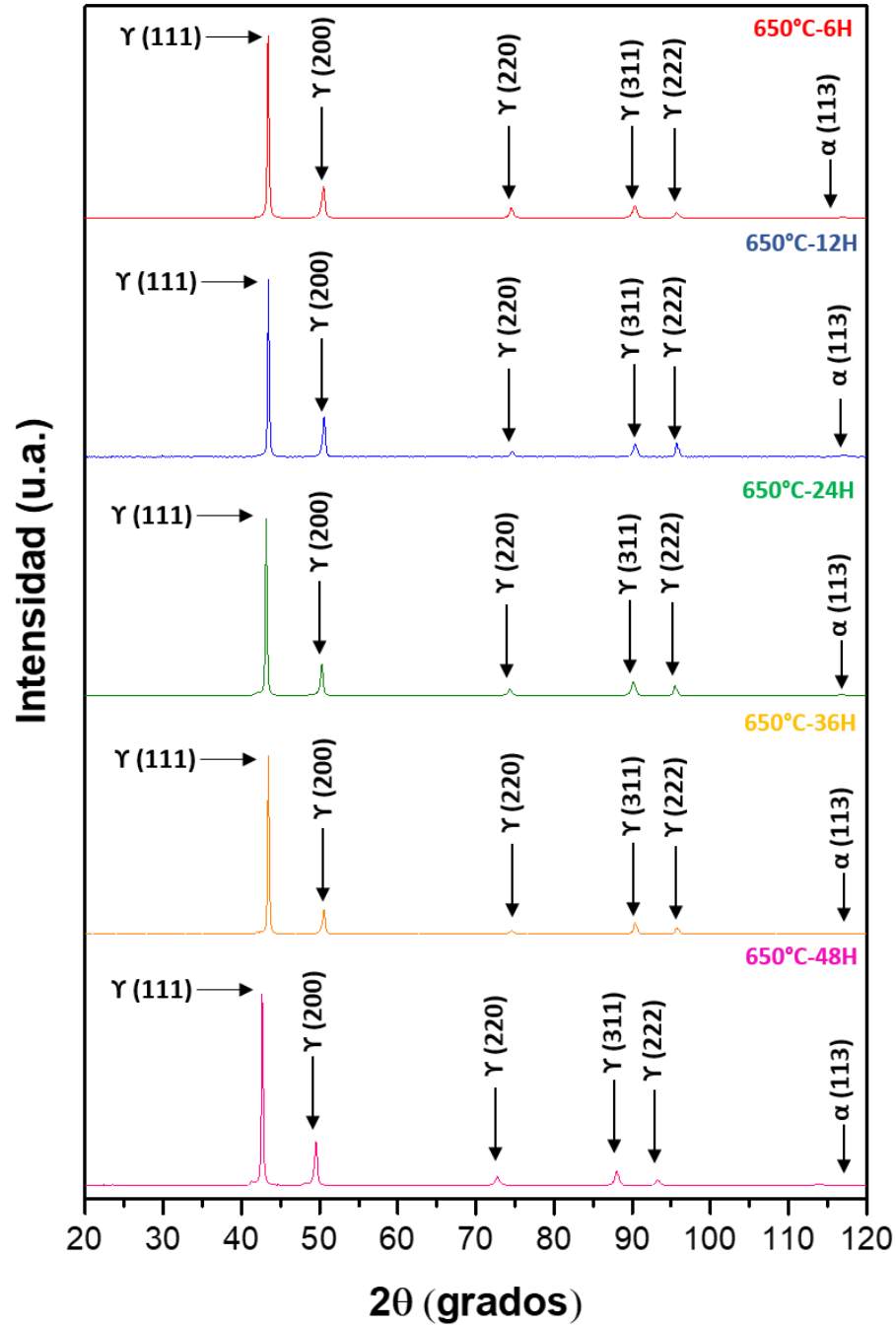


Figura 4.103 Patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 650°C.

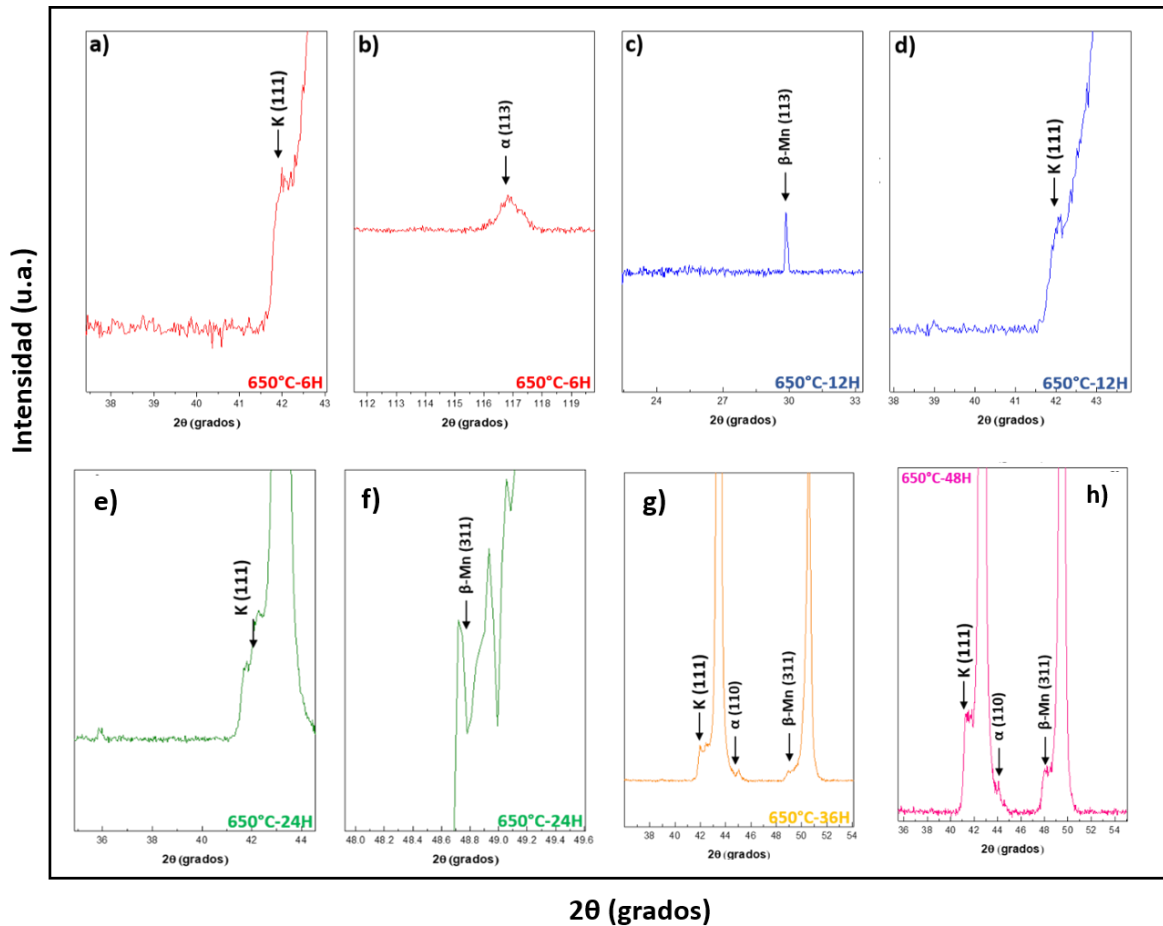


Figura 4.104 Acercamiento en zonas específicas del patrón de difracción de rayos-X para el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al1.2C en condición de envejecimiento a 650°C.

Es importante mencionar la presencia de una fase ordenada B2, la cual es una transformación de la ferrita que puede transformarse en estructuras B2/DO3 a temperaturas más bajas debido a los altos contenidos de Al. Chen y col. [21] reportaron la presencia de fases B2/DO3 a una temperatura de 450 °C por 9 h de envejecimiento debido a la descomposición de la austenita en ferrita y estas transformaron en estructuras intermetálicas a bajas temperaturas. Por otro lado, la presencia de Mn-β, a temperaturas de envejecimiento de 650°C se hizo notar entre la austenita y ferrita. Fue necesario realizar acercamientos de los diferentes difractogramas para cada condición ya que a simple vista no se aprecian los picos característicos. La fase kappa aparece con una difracción menos intensa debido al contenido de elementos de aleación para este sistema.

Los difractogramas obtenidos a 450 °C detectaron fases de austenita- γ con altas intensidades de difracción, a su vez, se detectó la fase B2/DO3 a expensas de la austenita durante todos los tiempos de envejecimiento. A su vez, la fase kappa se detectó a altos ángulos de la fase austenita. Por último, la fase ferrita difractó en varias ocasiones, en ángulos de la fase B2 y ángulos de 113°. Por lo anterior, la fase ferrita prevaleció con descomposiciones en productos intermetálicos corroborando las predicciones de fase a distintas temperaturas mediante JMatPro.

4.9.4 Resultados mediante microscopía electrónica de transmisión (MET).

Con la intención de tener una mayor certeza de las fases identificadas, así como de la misma estructura modulada, se llevó a cabo un estudio de microscopía electrónica de transmisión en zonas de interés donde se realizó MO y MEB.

En la **Figura 4.105a** se presenta la imagen de una parte de la muestra, del acero de baja densidad, sometida a un envejecido por 36 h a 550 °C, observada directamente en la pantalla del microscopio en su modalidad de STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy, por sus siglas en inglés).

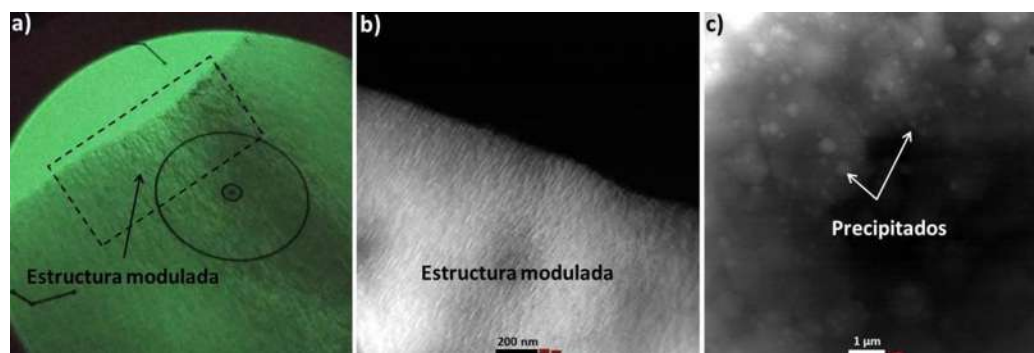


Figura 4.105 Imágenes de MET del acero de baja densidad envejecido por 36 h a 550 °C:

a-b) Estructura modulada y c) Partículas precipitadas.

Es evidente la existencia de una estructura modulada contenida en la playa de transmisión, producto de la descomposición espinodal. Dicha estructura se observa más claramente en la **Figura 4.105b**, obtenida en campo claro. Conjuntamente, a mayores aumentos se detectaron partículas precipitadas de diferentes tamaños, menores a 500 nm, a lo largo de la matriz austenítica, tal y como se puede observar en la **Figura 4.105c**.

Las partículas más burdas se asocian a los compuestos TiC, AlN y MnS y, las más finas a compuestos del tipo $M_{23}(B,C)_6$, Fe_2B , $M_3(B,C)$. Posiblemente la formación de estos últimos comprende compuestos asociados al boro segregado durante la solidificación del acero. Por otro lado, tras la obtención de imágenes de alta resolución (HRTEM) fue posible realizar mediciones estructurales, al emplear la Transformada Rápida de Fourier (FFT). En la **Figura 4.106** se presenta el resultado del post-procesamiento que se realizó a partir de la imagen de alta resolución (HRTEM) obtenida en otra zona de la muestra. En los incisos **a** y **c** se puede comparar la calidad de la imagen tras el filtrado de dicha imagen y, en los incisos **b** y **d** se aprecia el mejoramiento de la apreciación de los puntos de difracción, uno respecto del otro, con lo cual el grado de error durante las mediciones disminuye y éstas son más exactas, tal y como lo indican las líneas de Moiré. Cabe hacer mención que la fase no pudo ser detectada, se recomienda hacer microanálisis en estas zonas.

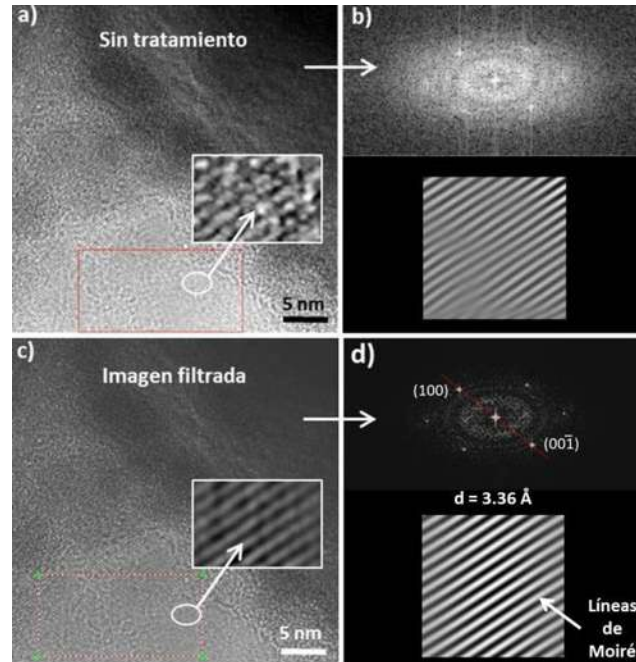


Figura 4.106 Post-procesamiento de imágenes de alta resolución (HRTEM) en el software Gatan: a-b) Sin tratamiento y c-d) Con tratamiento mediante el uso de filtros.

Es importante resaltar que la identificación de las fases presentes en el acero envejecido a través de este análisis por MET, respecto de la medida de las distancias interplanares, fue posible consultando y comparando los valores de la **Tabla 4.26** y todos aquellos datos más significativos reportados en la literatura, sobre todo para la austenita y la fase kappa.

Adicionalmente, se incluyeron valores de los resultados experimentales generados en la presente investigación, de acuerdo a los patrones de difracción de rayos-X en 2θ (ver sección 3.5.3), tal y como se resume en la **Tabla 4.26**. Cabe resaltar la relación cubo-cubo que existe entre la austenita y la fase kappa, ya que la fase kappa tiene un tamaño de celda unitaria muy similar al de la austenita, por lo que es común encontrar picos de la fase kappa en los difractogramas de rayos-X situados en ángulos pertenecientes a la austenita. De tal manera que la **Figura 4.107** muestra el patrón de alta resolución para la fase austenítica conteniendo una distancia interplanar de 2.149 Å en el plano (111). Resultados similares fueron determinados por Moon y col. [24].

Tabla 4.26. Parámetros estructurales más significativos para las fases de austenita y kappa.

Fase	Angulo de difracción, 2θ	Distancia interplanar, d (Å)	Plano de incidencia, (h, k, l)	Referencia
Austenita- γ	42.37	2.133	111	[24]
	49.33	1.847	200	
	72.33	1.306	220	
	43.27	2.088	111	Tarjeta PDF 00-052-0512
	50.40	1.809	200	
	74.05	1.279	220	
	42.93	2.106	111	Sistema propio Fe-27Mn-7Al-1.2C
	49.37	1.841	200	
	72.98	1.295	220	
Kappa- κ	23.89	3.725	100	[24]
	34.04	2.634	110	
	55.13	1.666	210	
	22.74	3.905	100	Tarjeta PDF 04-001-7125
	32.39	2.761	110	
	52.33	1.746	210	
	23.31	3.811	100	Sistema propio Fe-27Mn-7Al-1.2C
	38.54	2.333	110	
	51.30	1.774	210	

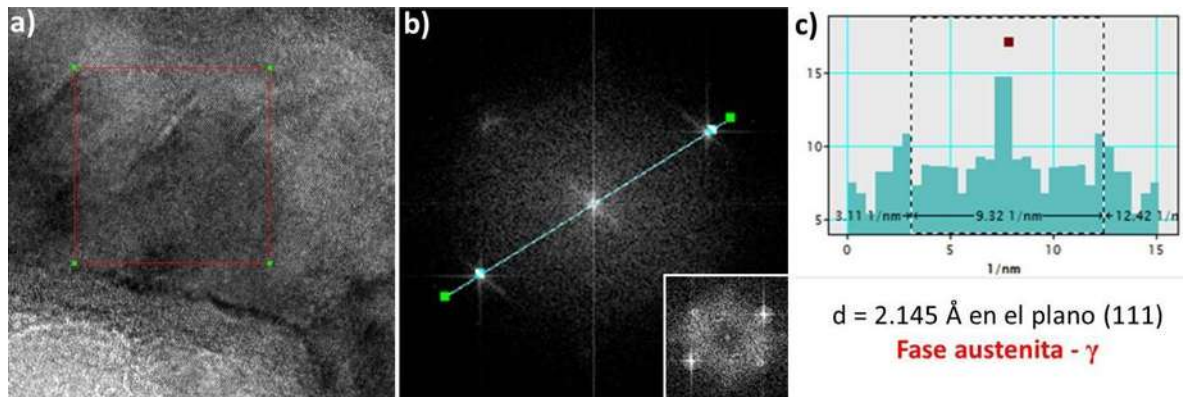


Figura 4.107 Acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C envejecido por 36 h a 550 °C: a) Imagen de alta resolución (HRTEM), b) Patrón de difracción en imagen FFT y c) Medición de la distancia interplanar para la fase austenita.

Así mismo, en la **Figura 4.108a-c** se muestra la imagen de alta resolución (HRTEM), sin tratamiento y filtrada, con detalles de la estructura modulada y en la **Figura 4.108d-f** se observan las imágenes que se generaron durante el post-procesamiento, citado anteriormente, que permiten visualizar las capas de átomos y su orientación. Los resultados de las mediciones realizadas en el difractograma de la **Figura 4.108g**, obtenido a través de la FFT inversa, indican una medición de 1.174 Å en el plano (210) contenido en el eje de zona [011] que se asocia a la fase precipitada kappa (ver **Figura 4.108h-i**).

Autores como Moon [24] y Lee [59] han reportado mediciones muy cercanas con las mismas características respecto al eje de zona y a las estructuras moduladas conteniendo precipitación de carburos kappa con una morfología cuboidal dentro de la matriz austenítica [119-120] (ver **Figura 4.109**). Y aunque la morfología cuboidal no fue posible determinarla en este trabajo de investigación, si se pueden apreciar ciertas estructuras cuboidales orientadas con direcciones ortogonales. De esta manera es que se corrobora la existencia de la fase kappa en el acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C en la condición de envejecido a 550 °C por 36 horas.

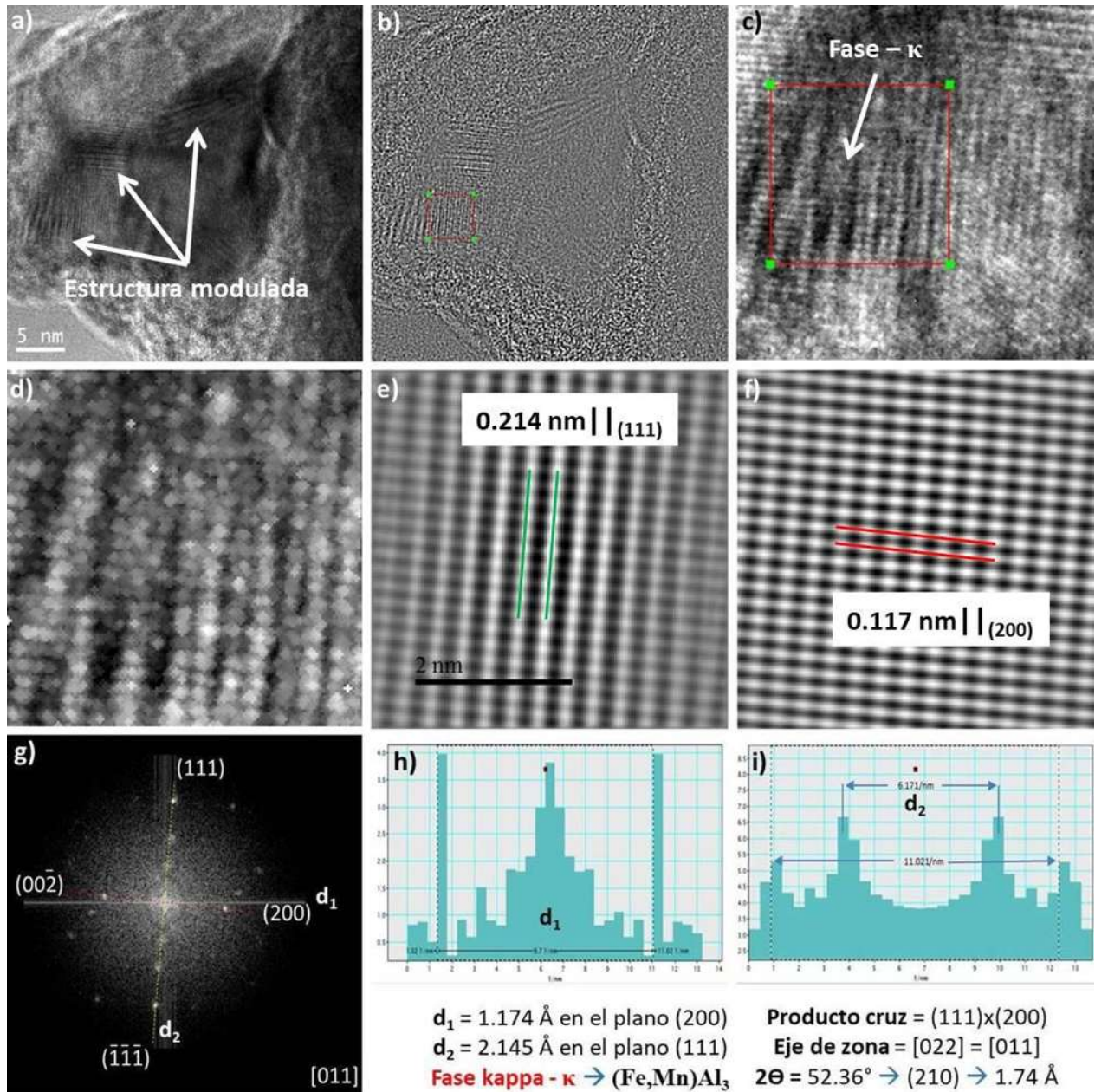


Figura 4.108 Acero de baja densidad Fe-27Mn-7Al-1.2C envejecido a 550 °C por 36 horas: **a-c)** Tratamiento de imagen de alta resolución (HRTEM) conteniendo una estructura modulada, **d-f)** Acercamiento a una región de la estructura modulada y resolución las capas atómicas y **g-i)** Patrón de difracción y mediciones interplanares.

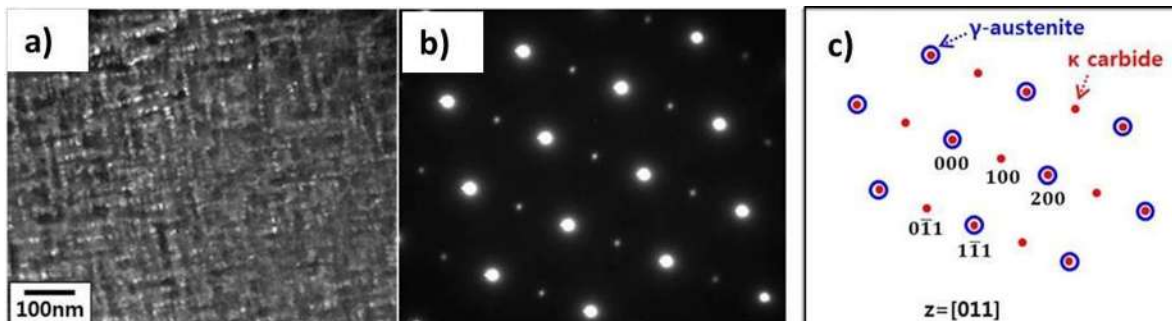


Figura 4.109 a) Estructura modulada en un acero Fe-31Mn-8Al-0.8C y b-c) Patrón de difracción de área selecta (SAD) con $z = [011]$ en la fase austenítica [24].

4.9.5 Microdureza Vickers.

En la **Figura 4.110** se muestra la curva de microdureza en condición de envejecimiento para las tres temperaturas partiendo de la condición de solubilizado.

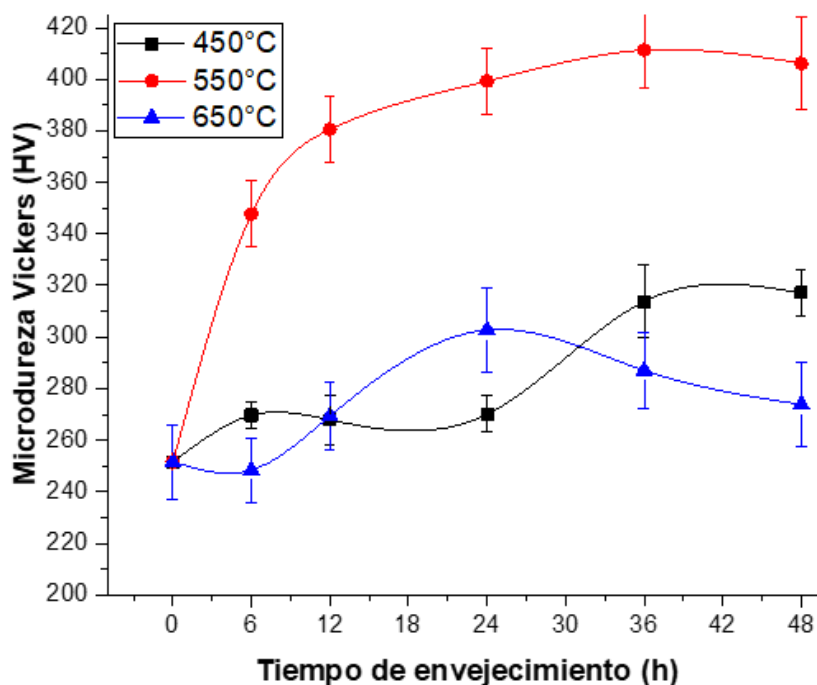


Figura 4.110 Curvas de microdureza en función del tiempo de envejecimiento a 450, 550 y 650°C para el acero Fe-27Mn-7Al-1.2C.

El comportamiento de la dureza a temperatura de 450°C tiene variaciones con respecto a la temperatura de 650°C. Sin embargo, a 550 °C la curva tiene un comportamiento semi-parabólico.

Se observó que a 450 °C durante las primeras 6 h previo al solubilizado la dureza aumento por la precipitación de carburos complejos seguido de una disminución en un rango de 12-24 h debido a que no hubo tiempo suficiente para la formación de fase kappa, ya que el diagrama de precipitación indica que a bajas temperaturas se retrasa el inicio. De modo que, a tiempos de 36 y 48 h la dureza incremento ligeramente, debido a una saturación de carburos kappa en el grano austenítico, alcanzando valores máximos de 305 HV para un tiempo de 48 horas de envejecimiento. Finalmente, la **Figura 4.111** presenta curvas de microdureza en el contexto del tratamiento de acondicionamiento microestructural previo al endurecimiento por precipitación.

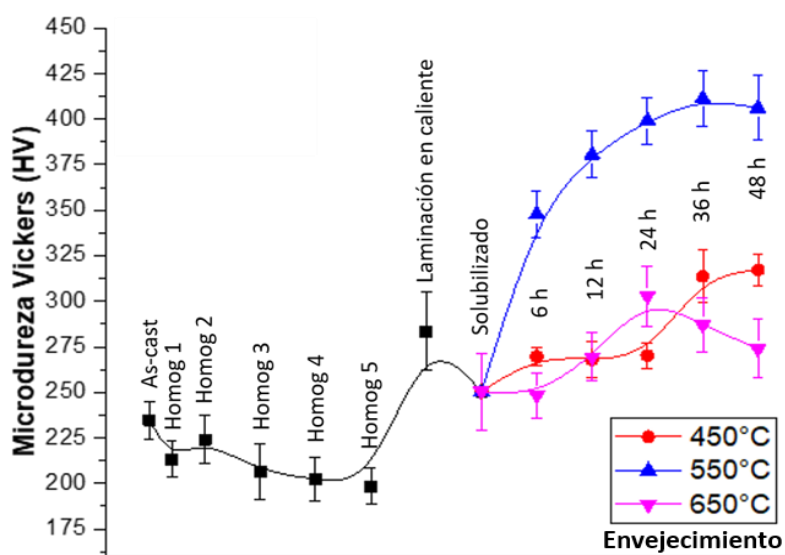


Figura 4.111 Comportamiento de la microdureza Vickers durante el tratamiento de acondicionamiento microestructural y envejecimiento.

Se observó que, la máxima dureza alcanzada durante el tratamiento de acondicionamiento fue en la condición de laminación en caliente, alcanzando valores de hasta 283.36 HV±21.39, lo cual se debe al refinamiento de grano por la adición de microaleantes Ti/B y la recristalización dinámica discontinua. Posteriormente la dureza disminuyo en condición de solubilizado debido a que durante el recocido de solubilizacion los granos deformados y recristalizados crecieron por efecto de la temperatura y tiempo obteniendo una microestructura equiaxial con maclas de recocido. Finalmente, después de obtener una solución solida sobresaturada, la dureza incrementa considerablemente, particularmente durante el envejecido a 550 °C, debido al endurecimiento por precipitación de carburos complejos y carburos kappa.



Capítulo V: Conclusiones.

1. Los diagramas de fases en equilibrio y metaestabilidad calculados para el acero LD-Ti/B indican la presencia de austenita, ferrita y fase kappa, así como precipitados de segundas fases. En particular Ti y B tienden a formar: TiC, M(C,N), MB₂C₃₂.
2. Las predicciones de solidificación del sistema permitieron determinar las distribuciones de temperatura, fracción sólido y velocidades de enfriamiento.
3. En la condición de solidificación, el acero LD-Ti/B presenta una microestructura dendrítica de granos de austenita mayoritariamente con ferrita globular y fase kappa en límites de grano. La adición de Ti/B disminuye el grado de segregación y favorece el refinamiento de grano.
4. En la condición de homogenización, el acero LD-Ti/B presenta una microestructura equiaxial de granos de austenita y ferrita el tamaño de grano crece excesivamente con el tiempo de permanencia a la vez que disminuye el grado de segregación. El tiempo óptimo de homogenización considerando baja segregación y mínimo tamaño de grano austenítico fue de 2 hr/pulg.
5. En condición de laminación en caliente el acero presentó una microestructura de grano austenítico bimodal y además ferrita- δ . La adición de elementos microaleantes generó endurecimiento por solución sólida, refinamiento de grano y aceleración de la recristalización dinámica. El modo de recristalización dinámica presente fue el discontinuo. Durante la deformación en caliente se presentó un retardo en la recristalización obteniendo granos refinados y aumentando su dureza.
6. En condición de solubilizado el acero presentó una microestructura de granos equiaxiales de austenita- γ con maclas de recocido además de estructura modulada. En esta condición la presencia de ferrita- α y fase kappa tiende a disminuir.
7. En la condición de envejecimiento a 450 °C, el acero LD-Ti/B presenta microestructura equiaxial y estructura modulada intensa. Predominando la fase austenita- γ , seguida de ferrita- α , carburo kappa y fase B₂/DO₃. Los valores máximos alcanzados de dureza se presentaron a 36 y 48 h.



8. En la condición de envejecimiento a 550 °C, el acero LD Ti/B presenta microestructura equiaxial y estructura modulada fina. Predominando la fase austenita- γ , seguida de ferrita- α , carburo kappa- κ y fase Mn- β . Los valores máximos alcanzados de dureza se presentaron en 36 h, siendo a esta temperatura en que el acero alcanzó la dureza más alta.
9. En la condición de envejecimiento a 650 °C, el acero LD Ti/B presenta microestructura equiaxial, estructura modulada débil e islas de Mn- β en límites de grano. Predominando la fase austenita- γ , seguida de ferrita- α , carburo kappa- κ y fase Mn- β . Los valores máximos alcanzados de dureza se presentaron en 24 h seguida de una caída, producto de un sobre-envejecimiento con respecto a la fase Mn- β .
10. El análisis de EBSD permitió identificar fases presentes en condición de envejecimiento del acero LD-Ti/B, confirmándose las fases austenita, ferrita, kappa. Asimismo, las figuras de polo y ODFs indican una escasa orientación cristalográfica preferencial (textura).
11. El análisis de MET de alta resolución en condición de envejecimiento a 550 °C del acero LD-Ti/B permitió constatar la presencia de carburos kappa dentro de la matriz austenítica.



RECOMENDACIONES.

1. El acero Fe-27Mn-7Al-1.2C microaleado con Ti/B, debe tener un material de referencia sin microaleantes para poder comparar las condiciones microestructurales y mecánicas.
2. Para poder detectar partículas de B, deben realizarse análisis puntuales en partículas que estén segregadas en límite de grano.
3. Para obtener mejores resultados de la precipitación de carburos kappa, se deben realizar tiempos de envejecimiento extras, en 450 °C a 60 y 72 h.
4. Los análisis de difracción de electrones retrodispersados (EBSD), deben realizarse en muestras con deformación.
5. Realizar técnica de capa fina por microscopia electrónica de transmisión en muestras envejecidas preferencialmente en temperaturas de 450 °C.



TRABAJO FUTURO.

1. Predecir la evolución de la microestructura del acero de baja densidad durante la solidificación y tratamientos térmicos mediante el programa ProCast, para determinar el grado refinamiento de grano.
2. Realizar ensayos de dilatometría en la condición de envejecimiento para determinar curvas de inicio y fin de precipitación a diferentes temperaturas.
3. Realizar pruebas de potencio-dinámicas y de susceptibilidad de corrosión para evaluar la sensibilización en el grano austenítico y límite de grano.
4. Fabricar aceros de baja densidad microaleados con V, Nb y Mo para estudiar el efecto de la variación de la adición de cada elemento microaleante durante la deformación en caliente y el endurecimiento por precipitación del acero de baja densidad.



REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] MATLOCK D K, SPEER J G, E. MOOR D E. Third generation of AHSS: Microstructure design concepts in microstructure and texture in steels. First ed. USA. Springer London. 2009.
- [2] RANA R, LAHAYE C, KUMAR R. Overview of lightweight ferrous materials: strategies and promises. The Minerals, Metals & Materials Society. 66(9), 1734-1746, 2014.
- [3] RANA R. Low density steels. The Minerals, Metals & Materials Society. 66(9), 1730-1733, 2004.
- [4] ZUAZO I., HALLSTEDT B, LINDAHLB, Low-Density Steels: Complex Metallurgy for Automotive Applications. 66(9), 1747-1760, 2014.
- [5] HAM J L, CARIN R E. Overview of lightweight ferrous materials: Strategies and Promises, The Minerals, Metals & Materials Society. 55(9), 1734-1736, 1958.
- [6] HERMANN J, INDEN G, SAUTHOFF G. Microstructure and deformation behaviour of iron-rich iron-aluminium alloys with ternary carbon and silicon additions. Materials Technology, 75(5), 343-352, 2004.
- [7] BAKER I, MUNROE R. Mechanical properties of FeAl. International Materials Reviews. 42(5), 181-205, 1997.
- [8] KOIZUMI Y, T. TANAKA K, MINAMINO Y. Densification and structural evolution in spark plasma sintering process of mechanically alloyed nanocrystalline Fe-23Al-6C. Materials Transactions. 44(8), 1604-1612, 2003.
- [9] GLENN M L, BULLARD S J, LARSON D E. Rhoads partial replacement of chromium in stainless steel. Journal of Materials for Energy Systems. 7(1), 75–81, 1985.
- [10] BOTT A H, PICKERING F B, BUTTERWORTH G J. Effects of titanium addition on the microstructure and mechanical behavior of iron aluminide Fe₃Al. Materials Transactions. 10(86), 141–143, 1986.
- [11] KIM S H, KIM H, KIM N J. Brittle intermetallic compound makes ultrastrong low-density steel with large ductility. Macmillan Publishers Limited. 518(1), 77-79, 2013.
- [12] D. WOO SUH, N. J. KIM. Fe–Al–Mn–C lightweight structural alloys: a review on the microstructures and mechanical properties. Science and Technology of Advanced materials. 14(1), 1-11, 2013.
- [13] O. KUBASCHEWSKI. Iron binary phase diagrams. First Ed. USA. Springer.(1982).



- [14] MARCINKOWSKI M J, TAYLOR M E, Relationship between atomic ordering and fracture in Fe-Al alloys. *Journal Materials Science*. 10(3), 406-14, 1975.
- [15] MORRIS E, MUÑOZ D G. Evaluation of elastic modulus and hardness of Fe-Al base intermetallics by nano-indentation techniques. *Intermetallics*, 38, 1-160, 2013.
- [16] CHEN S, RANA R, HALDAR A, RAY R, Current state of Fe-Mn-Al-C low density Steels. *Progress in Materials Science*. 89, 345–391, 2017.
- [17] YOU R K, KAO P W, GAN D. Mechanical properties of Fe-30Mn-10Al-1C-1Si alloy. *Materials Science Engineering*. 17, 141–148, 1989.
- [18] LUO K T, KAO P W, GAN D. Low temperature mechanical properties of Fe-28Mn-5Al-1C alloy. *Materials Science Engineer*. 151, 167-168, 1992.
- [19] ACSELRAD O, DILLE J, PEREIRA L C. Room temperature cleavage fracture of Fe-Mn-Al-C Steels. *Metall Transactions*, 35A, 3863–3866, 2004.
- [20] W.K. CHOO, J.H. KIM, J.C. YOON, Microstructural change in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical Properties, *Acta metall* 47(12) (1997) 329-1493.
- [21] CHEN X, XUA Y, RENA P. Aging hardening response and β -Mn transformation behavior of high carbón high manganese austenitic low-density Fe-30Mn-10Al-2C Steel. *Materials Science & Engineering*. A703, 167-172, 2017.
- [22] WU Z Q, DING H, HAN D, Influence of Al content on the strain-hardening behavior of aged low density Fe-Mn-Al-C steels with high Al content. *Materials. Science and Engineering*. 639, 187-191, 2015.
- [23] WU Z Q, DING H, HAN D, CAO F R. Microstructural evolution and strain hardening behavior during plastic deformation of Fe-12Mn-8Al-0.8C Steel. *Material Science and Engineering*. 584, 150-155, 2013.
- [24] MOON J, PARK S J, LEE C, LEE C H. Microstructure evolution and age-hardening behavior of microalloyed austenitic Fe-30Mn-9Al-0.9C light-weight Steel. *The Minerals, Metals and Materials Society*. 48a, 4500-4510, 2017.
- [25] STOLOFF N S. Iron aluminides: present status and future prospects”, (1998), *Mater Science Engineering*. A258, 1-14, 1998.
- [26] KOSTER W, TONN W. The iron corner of the iron-manganese-aluminum system, *Arch Eisenhüttenwes*. 17, 365-366, 1933.



- [27] SCHNEIDER L A, FALAT G. Sauthoff, microstructures and mechanical properties of Fe₃Al-based Fe–Al–C alloys. *Intermetallics*. 13, 22-31, 2005.
- [28] PALM M, INDEN M, Experimental determination of phase equilibria in the Fe-Al-C system, *Intermetallics*. A3, 443-454, 1993.
- [29] KIMURA Y HANDA K, HAYASHI K, MISHIMA Y. Microstructure control and ductility improvement of the two-phase γ -Fe/ κ -(Fe, Mn)₃AlC alloys in the Fe–Mn–Al–C quaternary system. *Intermetallics*. 12, 607-617, 2004.
- [30] BUCKHOLZ S A, VAN AKEN D C, BARTLETT L N. On the influence of aluminum and carbon on abrasion resistance of high manganese Steels. *AFS Transitions*, 121, 495-510, 2013.
- [31] CHAO C Y, LIU C H. Effects of Mn contents on the microstructure and mechanical properties of the Fe–10Al–xMn–1.0C alloy. *Materials Transactions*. 43(10), 2635-2642, 2002.
- [32] RANA R, LIU C, RAY R K. Low-density low-carbon Fe–Al ferritic Steels. *Scripta Materials*. 68(6), 354-359, 2013.
- [33] ZARGARAN A, KIM H, KWAK J H, KIM N J. Effects of Nb and C additions on the microstructure and tensile properties of lightweight ferritic Fe–8Al–5Mn alloy. *Scripta Materials*. 89, 37-40, 2014.
- [34] SEOL J B, RAABE D, PARK C G. Direct evidence for the formation of ordered carbides in a ferrite-based low-density Fe–Mn–Al–C alloy studied by transmission electron microscopy and atom probe tomography. *Scripta Materials*. 68(6), 348-53, 2013.
- [35] JAMES P J. Precipitation of the carbide (Fe,Mn)₃AlC in an Fe-Al Alloy. *Journal of Iron and Steel Institute*, 50, 54-57, 1969.
- [36] KAYAK G L. Fe-Mn-Al precipitation-hardening austenitic alloys. *Metal Science and Heat Treatment*. 11, 95-97, 1969.
- [37] ALEKSEENKO M F, KRIVONOGOV G S, KOZYREVA L G. Phase composition, structure, and properties of low-density steel. *Metal Science and Heat Treatment*. 14, 187-189, 1972.
- [38] INOUE A, KOJIMA Y, MINEMURA T, MASUMOTO T. Microstructure and mechanical properties of ductile Ni₃Al-type compound in Fe(Ni, Mn)-Al-C systems. *Metallurgical Transactions*. 12, 1245-1253, 1981.
- [39] HAN K H, CHOO W K. X-ray diffraction study on the structure of rapidly solidified Fe-Al-C and Fe (Mn, Ni)-Al-C alloys. *Metallurgical Transactions*. 14, 973-975, 1983.



- [40] YANG K H, CHOO W K. Evidence of carbon ordering and morphology change in a cubic carbide phase. *Philosophical Magazine Letters*. 62, 221-226, 1990.
- [41] WOO S. First Principles Calculations on Thermodynamic Properties and Magnetism of κ -carbide and Monte-Carlo Cell Gas Model. Thesis of master, Institute of Ferrous Technology, Pohang Korea. 2010.
- [42] HOWELL R A, VAN AKEN D C. A literature review of age hardening Fe-Mn-Al-C alloys. *Iron Steel Technology*. 6, 193-212, 2009.
- [43] KALASHNIKOV I S, ACSELRAD O, PEREIRA L C. Chemical composition optimization for austenitic steels of the Fe-Mn-Al-C system. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 9(6), 597-602, 2000.
- [44] CHENG W C. Phase transformations of an Fe-17.9Mn-7.1Al-0.85C austenitic steel after quenching and annealing. *The Minerals, Metals and Materials Society*. 66(9),1809-1820, 2014.
- [45] CHENG W C, CHENG C Y. Phase transformation of the L12 phase to kappa-carbide after spinodal decomposition and ordering in a Fe-C-Mn-Al austenitic Steel. *Materials Science Engineer*. 64, 128-135, 2015.
- [46] SATO K, TAGAWA K. Modulated properties structure and magnetic of age-hardenable fe-mn-ai-c alloys. *Metallurgical Transactions*. 21(1), 321-334, 1990.
- [47] KIM S H, KIM H, KIM N J. Brittle intermetallic compound makes ultrastrong low-density steel with large ductility. *Nature*. 518, 77-80, 2015.
- [48] MORTENSEN A, LLORCA J. Metal matrix composites. *Annual Review of Materials Research*. 40, 243-270, 2010.
- [49] CAHN J W. On spinodal decomposition in cubic crystals La decomposition spinodale dans les cristaux cubiques Uber die umsetzung an der spinodalen in kubischen kristallen. *Acta Metallurgica*. 10(3), 179-183, 1962.
- [50] MASSALSKY T B. Massive transformations revisited. *Metallurgical and Materials Transactions*. 33(8), 2277-2283, 2003.
- [51] CHUN C, FENG C. Effects of Aging treatments on the Nano-Scale (Fe,Mn)₃AlC_x carbides and ordering transition behaviors in an Fe-15Mn-8Al-0.7C alloy. *International Symposium on Nano Science and Technology*, Toyio Japan.2009.
- [52] BAUSCH M, FROMMEYER G, HOFMANN H. Ultra high-strength and ductile FeMnAlC light-weight steels, Ph. D. thesis. Departament Engineer Chemical. University, Tokyo Japa. 2009.



- [53] LIU T F, CHOU J S, WU C C. Effect of Si addition on the microstructure of an Fe–8.0Al–29.0Mn–0.90C alloy. *Metal Materials Transactions*. 21(7), 1891-1899, 1990.
- [54] YOUNG N J, KIM H. Density Functional Theory Calculations on kappa;-carbides, (Fe,Mn)₃AlC. *Journal of the Korean Physical Society*. 58(2), 285-290, 2011.
- [55] SATO K, TAGAWA K, INOUE Y. Spinodal decomposition and mechanical properties of an austenitic Fe-30wt.%Mn-9wt.%Al-0.9wt.%C alloy. *Materials Science Engineer*, 111, 45-50, 1989.
- [56] KIM C W, KWON S I, LEE B E. Investigation of the aging behavior and orientation relationships in Fe–31.4 Mn–11.4 Al–0.89 C low-density Steel. *Materials Science Engineer*. 723, 146-156, 2017.
- [57] FROMMEYER G, BRÜX G. Microstructure and mechanical properties of high-strength Fe-Mn-Al-C TRIPLEX steels. *Steel Research International*. 77(9), 627-633, 2006.
- [58] HOWELL R A, VAN AKEN D C. A literature review of age hardening Fe-Mn-Al-C alloys. *Iron. Steel Technology*. 6(4), 93-212, 2009.
- [59] LEE K, PARK S J, MOON J. β -Mn formation and aging effect on the fracture behavior of high-Mn low-density Steels. *Scripta Materialia*. 124,193-197, 2016.
- [60] TAMIRISAKANDALA S. Titanium Alloyed with Boron. *Advanced Materials and Processes* 164(12), 41-43, 2006.
- [61] KAMIYA S Y, UMINO R, ISHIDA K. High-strength Fe–20Mn–Al–C-based Alloys with Low Density. *ISIJ International*. 50(6), 893-899, 2010.
- [62] VOGEL R, TAMMAN H. Effect of Boron and kind of Boron addition upon the Properties of Steels. *ISIJ International*. 42, 75-111, 1940.
- [63] ASM Handbook, Properties and selection: Irons steels and high performance alloys, ASM International Vol. 1, ISBN: 978-0-87170-377-4, 1-1063, 1990.
- [64] SCOTT C, REMY B, BAO C. Precipitation strengthening in high manganese austenitic TWIP Steels. *International Journal Matter*. 102, 538-549, 2011.
- [65] POLIAK E I, POTTORRE N S. Thermomechanical processing of advanced high strength steels in production hot strip rolling. *La metalurgia italiana, Memoria: Lazorazioni plastiche*. Chicago USA, ArcelorMittal Global Research 1-8, 2009.
- [66] E. LÓPEZ-CHIPRES: Estudio del comportamiento de la fluencia en caliente de aceros microaleados al boro”, Tesis Doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. 2008.



- [67] M. DJAHAZI: Influence of boron distribution on precipitation and recrystallization in hot worked austenite; Ph.D. Dissertation Thesis, McGill University. Montreal, Canada. 1989.
- [68] MAITREPIERRE P H, ROFES J, THIVELLIER D. Structure-properties relationships in boron steels, Boron in Steel. The Metallurgical Society of AIME. 1, 1-18, 1979.
- [69] G. ALTAMIRANO-GUERRERO: “Estudio de la deformación plástica en caliente de aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) microaleados con boro”, Tesis Doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. 2014.
- [70] GHALI S N, FARAMAWY H S, EISSA M. Influence of boron additions on mechanical properties of carbon Steel. Journal Minerals Materials. 11, 995-999, 2012.
- [71] WESTBROOK J H, AUST K T. Solute hardening at interfaces in high-purity lead-I grain and twin boundaries. Acta metall. 11, 1151-1163, 1963.
- [72] HE X, YOUYI H, KE J. The hardenability of boron Steel and the segregation of boron. Acta Metall. 50(2), 123-126, 2011.
- [73] A.E. SALAS-REYES: “Estudio De La Ductilidad En Caliente De Aceros Fe-Mn-C-Si-Al De Plasticidad Inducida Por Maclaje (TWIP)”, Tesis Doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, México, 2014.
- [74] BAKER E, MULSON M. The Effect of boron on the chemistry of grain boundaries in stoichiometric Ni₃Al. Journal Minerals Materials. 57(3), 379-385, 1988.
- [75] SCHULSON E M, WEIHS T P, BAKER I, FROST H J, HORTON J A. Grain boundary accommodation of slip in Ni₃Al containing boron. Acta Metall. 34(7),1395-1399, 1986.
- [76] SCHULSON E M, WEIHS T P, VIENS D V. Discussion of the role of boron in ductilizing Ni₃Al. Acta Metall. 33,1587-1598, 1985.
- [77] LEE C Y, LEE Y K. The Solidification Mode of Fe-Mn-Al-C Lightweight Steel. The Minerals Metals and Materials Society. 66(9), 1794-1799, 2014.
- [78] PARK K T, HWANG S W. Effects of Heat Treatment on Microstructure and Tensile Properties of a Fe-27Mn-12Al-0.8C low-density Steel. The Minerals, Metals and Materials Society. 66(9), 1828-1836, 2014.
- [79] CHANG H, HYUK K, CHOI K. Deformation behavior of ferrite–austenite duplex lightweight Fe–Mn–Al–C Steel. Scripta Materialia. 66(8), 519-522, 2012.
- [80] REN S R, MA S Y, CHEN L. Effect of welding parameters on tensile properties and fracture behavior of friction stir welded Al–Mg–Si alloy. Scripta Materialia. 56, 69-72, 2007.



- [81] SONG W, ZHANG W, BLECK R. κ -Phase formation in Fe–Mn–Al–C austenitic Steels. *Steel Research International*. 86(10),1-9, 2015.
- [82] COURTNEY T H. *Mechanical Behavior of Materials*. 2nd ed., McGraw-Hill Boston, USA. 733, 2000.
- [83] HONEYCOMBE R W. *The plastic deformation of metals*. 1st ed., Edward Arnold Ltd. London, Great Britain, 20(5), 483-634, 1968.
- [84] JONAS J J, MCQUEEN H J. Recovery and recrystallization during high temperature deformation. *Mise en forme de métaux et alliages*, Chapter VII, Ed. CNRS Paris, 99-143, 1976.
- [85] HUMPHREYS F J, HATHERLY M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Ed. Elsevier, 605, 2004.
- [86] ZAPATA O J. Simulación de la evolución microestructural de aceros al silicio durante su deformación en caliente, Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Nuevo León. México. 2012.
- [87] GOTTSTEIN G. *Physical Foundations of Materials Science*. 1st Ed., Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 241-288, 2004.
- [88] VARELA G. Efecto de los contenidos de C, Si y Mn en el comportamiento a fluencia en caliente de aceros de construcción al carbono: Aplicación a la obtención de productos largos laminados, Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Catalunya. España. 2013.
- [89] American Society for Metals, *ASM Handbook, Fundamentals of Modeling for Metals Processing*, ASM International, 22A, 2010.
- [90] JONAS J J Dynamic recrystallization: scientific curiosity or industrial tool, *Materials Science and Engineering* 184(2) (1994) 155-165.
- [91] ABEDI H R, ZAREI A, LIUB Z, XINB R. Continuous dynamic recrystallization in low density Steel. *Materials and Design*. 114, 55-64, 2017.
- [92] CASTAN C, MONTHEILLET F, PERLADE E. Dynamic recrystallization mechanisms of an Fe–8% Al low density steel under hot rolling conditions. *Scripta Materials*. 68, 360-364, 2013.
- [93] QIANG F, SONG Y. Hot deformation behavior of Fe-Mn-Al light-weight Steel, *Procedia Engineering*, 81, 456-461, 2014.
- [94] ZAMBRANO O, VALDÉS J, AGUILAR Y. Hot deformation of a Fe-Mn-Al-C steel susceptible of κ -carbide precipitation, *Materials Science and Engineering*, A689, 269-285, 2017.
- [95] SELLARS M. Microstructure modeling in hot deformation, *Thermo-Mechanical Processing in Theory, Modelling and Practice*, 2, 35-51, 1997.



[96] P. WILSON. Recent developments in the study of recrystallization. Published by InTech, Rijeka, Croatia, 12(2), 64-81, 2013.

[97] SUBRAMANIA S V. Recrystallization control to obtain uniform fine grain size in hot rolling of HTP Steel [en línea].

Disponible en:

<http://www.metal.citic.com/iwcm/UserFiles/img/cd/HTP0612/HTP0612-%2314.pdf>

[98] HONEYCOMBE R W, PETHEN K. Dynamic recrystallization. Journal of Less Common Metals. 28, 201-212, 1972.

[99] CUDDY L D. The effect of microalloy concentration on the recrystallization of austenite during hot deformation, Thermomechanical processing of microalloyed austenite. Eds. A.J. DeArdo, G.A. Ratz and P.J Wray, Metallurgical Society of AIME, Pittsburgh, 129-139, 1981.

[100] WEISS J J, JONAS J J. Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA Steels. Metall. Transactions. 10, 831-840, 1979.

[101] YAMAMOTO S, OUCHI C, OSUKA T. Proceedings of Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite. Metallurgical Society of AIME, 23, 613-682, 1982.

[102] LEBON A, ROFES J, ROSSARD C. Recrystallization and Precipitation during Hot-Working of a Nb-Bearing HSLA steel. Metal Science. 9, 36-39, 1975.

[103] JONAS J J, WEISS I. Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed Steels. Materials Science Engineer. 13, 238-245, 1979.

[104] MICHEL J P, JONAS J J. Precipitation kinetics and solute strengthening in high temperature austenite containing Al and N. Acta Metallurgica. 28, 513-526, 1981.

[105] ASTM D 5550-06: Standard test method for specific gravity of soil solids by gas pycnometer. 2006.

[106] SIPI R. Principios de la tecnología de fundición. AFS International Casting Metall. 7(1), 44-5, 1982.

[107] ASTM E3 – 11, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, 2011.

[108] ASTM E384, Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, Book of Standards. 2011.

[109] FROMMEYER G, BRUX U. Microstructures and mechanical properties of high-strength Fe-Mn-Al-C light-weight triplex Steels. Steel Research International. 77(9), 627-633, 2006.



- [110] BHATTACHAYRA B. Study of microstructural changes in an Fe-Mn-Al-Si-C alloy. Metallurgical and Materials Transactions. 43(6), 1747-1759, 2012.
- [111] ASCELRAD O, KALASHNIKOV I.S. diagram of phase transformations in the austenite of hardened alloy Fe-28mn-8.5al-1c-1.25si as result of aging due to isothermal heating. Metal Science and Heat Treatment. 48(11), 543-553, 2006.
- [112] LEE K, PARK S.J, LEE J. Effect of aging treatment on microstructure and intrinsic mechanical behavior of Fe-31.4mn-11.4al-0.89c lightweight Steel. Journal of Alloys and Compounds. 656, 805-811, 2016.
- [113] SANTOS R.G., PERALTA J.L., ANDRADE P.R. Microstructure formation in thin slab casting”, International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies. Universidad Carlos III, Madrid, España. 1-7. 2001.
- [114] CHALMERS B. Principles of solidification. En; Solidification. JOHN WILEY & SONS, ed. USA. Ed. USA, 117-183, 1964.
- [115] NICHOLSON M E. Constitutions of Iron-Boron alloys in the low boron range. Journal of Metals and Minerals,6 (1) 185-190, 1954
- [116] GOLDHOFF R. M, SPRETNAK J W, Boron segregation and temperatura embitterment of ferrite Steels. Journal Metals and Minerals, 20(2), 745-751, 1955.
- [117] REYES F. Efecto de los elementos microaleantes (B, Nb, V y Ti) sobre la microestructura y fluencia en caliente de un acero TWIP (Fe-Mn-C-Al-Si). Tesis Doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. México 2013.
- [118] SATO K., TAGAWA K. Modulated Properties Structure and Magnetic of Age-Hardenable Fe-Mn-Al-C Alloys. Metallurgical Transactions. 21(1), 5–1, 1990.
- [119] UBHIA H.S, JIANG H. Study of micro-texture during recovery and recrystallisation in folded bcc and fcc sheet samples. Transactions Tech Publications Switzerland. 39(5) 1153-1168, 2010.
- [120] KIM C, KWON S, LEE B, MOON J, PARK S. Atomistic study of nano-sized k-carbide formation and its interaction with dislocations in a cast Si added Fe-Mn-Al-C lightweight Steel. Materials Science Engineer. 48(11), 108–113, 2017.
- [121] LIN C., CHAO C, BOR H. Relation ship between microstructures and tensile properties of an Fe-30Mn-8.5Al-2.0C alloy. Materials Transactions. 51(6), 1084-1088, 2010.