



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS**



**ESTUDIO DE LA DUCTILIDAD EN CALIENTE DE ACEROS
Fe-Mn-C-Si-Al DE PLASTICIDAD INDUCIDA POR MACLAJE (TWIP)**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

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

PRESENTA:

M.C. ANTONIO ENRIQUE SALAS REYES

ASESOR:

DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS

ASESOR EXTERNO:

DR. JOSÉ MARÍA CABRERA MARRERO

Morelia, Michoacán, México; Octubre de 2014.



Índice general.

RESUMEN	I
ABSTRACT	III
Introducción.....	v
Hipótesis.....	vii
Objetivos.....	viii
Justificación.....	ix
CAPÍTULO I Revisión bibliográfica	
1.1 Aceros avanzados de alta resistencia de nueva generación.....	1
1.1.1 Clasificación.....	1
1.1.2 Características generales de los aceros TWIP.....	2
1.1.3 Aplicación de los aceros TWIP.....	3
1.2 Metalurgia de los aceros TWIP.....	4
1.2.1 Elementos de aleación.....	4
1.2.1.1 Efecto de los elementos de aleación en los aceros TWIP.....	4
1.2.2 Elementos de microaleación en los aceros TWIP.....	5
1.2.2.1 Efecto de los elementos de microaleación (Ti, B, V, Nb y Mo).....	5
1.2.3 Sistema ternario Fe-Mn-C.....	7
1.2.4 Estudio estructural de aceros TWIP mediante difracción de rayos-X.....	9
1.3 Fabricación y procesamiento de aceros TWIP.....	10
1.3.1 Fusión.....	10
1.3.2 Solidificación.....	12
1.3.2.1 Efecto de la velocidad de enfriamiento.....	12
1.3.2.2 Crecimiento y tipos de austenita dendrítica.....	13
1.3.2.3 Segregación.....	15
1.4 Mecanismos de deformación plástica en aceros TWIP.....	16
1.4.1 Energía de falla de apilamiento (EFA).....	16
1.4.2 Deformación por maclado.....	17
1.5 Tratamiento termo-mecánico de aceros TWIP.....	19



1.5.1 Deformación en caliente.....	19
1.5.1.1 Endurecimiento por movimiento de dislocaciones.	20
1.5.1.2 Endurecimiento por solución sólida.....	21
1.5.2 Mecanismos de ablandamiento.	23
1.5.2.1 Recuperación dinámica (DRV).....	23
1.5.2.2 Recristalización dinámica (DRX).	25
1.5.2.3 Aproximación microestructural de la DRX [84].	27
1.5.3 Solubilidad de los productos de precipitación en la austenita.	31
1.5.4. Retraso de la recristalización.	32
1.5.4.1 Efecto de los elementos soluto.	32
1.5.4.2 Efecto de la precipitación.....	33
1.6 Ductilidad en caliente.....	35
1.6.1 Colada continua y agrietamiento transversal.....	36
1.6.2 Evaluación de la ductilidad en caliente.....	38
1.6.3 Ensayo de tracción en caliente convencional.....	38
1.6.4 Factores que afectan la ductilidad en caliente.	39
1.6.5 Mecanismo de fragilización a altas temperaturas.....	41
1.6.5.1 Cavitación.....	41
1.6.5.2 Nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades [145].	42
1.6.6 Fractura dúctil.....	44
1.6.7 Fractura frágil.....	46
1.7 Estado del arte de la ductilidad en caliente de aceros TWIP.	47
1.8 Análisis de la textura.	56
1.8.1 Medición de la textura.....	57

CAPÍTULO II Desarrollo experimental

2.1 Diseño de aceros TWIP.....	65
2.1.1 Predicción de fases presentes en los aceros TWIP.	65
2.1.2 Selección de la condición de solidificación.	66
2.1.3 Predicción de la velocidad de solidificación.	66
2.2 Fabricación de los aceros TWIP.....	69
2.2.1 Cálculo de carga.....	69



2.2.2 Proceso de fabricación.....	71
2.2.2.1 Acondicionamiento del horno y de la olla de vaciado.	71
2.2.2.2 Construcción de moldes.	72
2.2.2.3 Construcción de la mazarota.....	74
2.2.3 Desarrollo de la colada.	75
2.2.4 Análisis químico.	78
2.2.5 CaracterizaCión estructural y metalográfica en la condición De solidificación.	78
2.3 Maquinado de probetas según norma ASTM E 21-92 para ensayos de tracción Caliente.	79
2.4 Ensayos de tracción en caliente.	81
2.5 Fractografía.	84
2.6 Caracterización microestructural en la condición de deformación.	84
2.6.1 Microscopía óptica (LOM) y electrónica de barrido (MEB).	84
2.7 Estudio de cavitación.	85
2.8 Caracterización microestructural por difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).....	88
2.9 Caracterización de precipitados mediante microscopia electrónica de transmisión (MET).....	93
 CAPÍTULO III Resultados y discusión	
3.1. Análisis químico de los aceros TWIP.	97
3.2. Predicción de fases presentes en los aceros TWIP.	97
3.3. Curvas de solidificación simuladas numéricamente.	100
3.4 Estudio estructural de los aceros TWIP.....	101
3.5 Caracterización metalográfica de aceros TWIP en condición de colada.....	102
3.6 Efecto del grado de segregación en los aceros TWIP.....	109
3.7 Ensayos de tracción en caliente en los aceros TWIP.....	119
3.7.1 Curvas de fluencia en caliente ($\sigma - \varepsilon$).....	119
3.7.2 Curvas de ductilidad en caliente (% de RA vs temperatura).....	124
3.8 Resultados de microscopia óptica en la condición de deformación.....	132
3.9 Resultados de microscopia electrónica de barrido (MEB) en la condición de deformación.	139
3.9.1 Análisis fractográfico.....	139
3.9.1.1. Análisis fractográfico a baja temperatura (700 °C).	140
3.9.1.2. Análisis fractográfico a temperaturas intermedias (800-900 °C).	142
3.9.1.3. Análisis fractográfico a alta temperatura (1100 °C).	146



3.9.2. Resultados del estudio de cavitación y caracterización de microgrietas.	148
3.10. Caracterización por difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).	156
3.10.1. Mapas de imagen de calidad.....	156
3.10.2 Fracción de granos recristalizados dinámicamente (χ).....	161
3.10.3 Formación de texturas en aceros TWIP durante la deformación en caliente.....	176
3.11 Resultados de microscopia electrónica de transmisión (MET).	181
CAPÍTULO IV Conclusiones	
4.2 Ensayos de tracción uniaxial en caliente.....	199
4.3 Estudio de cavitación.	200
4.4 Estudio de difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).	201
4.5 Análisis de precipitados mediante microscopia electrónica de transmisión (MET).	202
Recomendaciones y sugerencias para trabajo futuro.	204
Referencias bibliográficas.	205
Anexos A.	217



Índice de figuras.

CAPÍTULO I Revisión bibliográfica

Figura 1.1. Clasificación y resistencia vs alargamiento para aceros convencionales y AHSS [19].	2
Figura 1.2. Variación de la EFA como una función del contenido de Mn en el sistema Fe-Mn [32-34].	4
Figura 1.3. Diagrama de fases metaestable del sistema Fe-Mn [49].	8
Figura 1.4. Microestructuras formadas en el sistema binario Fe-Mn [49].	8
Figura 1.5. a) Campo rico en Fe del diagrama de fases en equilibrio del sistema Fe-Mn-C a 700 °C mostrando la estabilidad de la fase austenítica en color gris [49] y b) Nuevo diagrama de fases mostrando los campos de la austenita metaestable [50].	9
Figura 1.6. a) Metalografía obtenida por la técnica de coloración usando una solución 5% CuCl ₂ , 47.5% HCl y 47.5% de etanol y, b) Patrones de difracción para un acero TWIP sin deformar y deformado [49].	10
Figura 1.7. Planta piloto de producción de acero TWIP [52].	11
Figura 1.8. Representación esquemática de la solidificación y distribución de temperatura de una aleación binaria [57].	14
Figura 1.9. Desarrollo de un cristal octaédrico en una dendrita [58].	15
Figura 1.10. a) Ilustración esquemática de la topología superficial desarrollada cuando existe segregación dendrítica y, b) Apariencia en el corte de un plano de un brazo dendrítico [60].	16
Figura 1.11. Representación esquemática que muestra la relación entre la EFA y el mecanismo de deformación activado en metales y aleaciones FCC [49].	17
Figura 1.12. Representación de la influencia de la EFA sobre las características de deformación de la austenita [35].	17
Figura 1.13. Movimientos atómicos en la deformación por maclado en estructuras FCC por efecto de una carga a tracción: a) Vista desde el plano (111) y b) Vista desde el plano (011) [65].	18
Figura 1.14. 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 [81].	23
Figura 1.15. 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 [84-88].	24



Figura 1.16. Curva esfuerzo-deformación verdadera mostrando la recuperación dinámica y recristalización dinámica [82].	25
Figura 1.17. Esquema de la recristalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recristalización, b) El crecimiento de un grano estáticamente recristalizado, c) El crecimiento de un grano dinámicamente recristalizado y e) Cinéticas de la recristalización [81].	26
Figura 1.18. a-i) Mecanismo SIBM entre dos zonas de diferente energía; E1, baja energía almacenada, a-ii) Arrastre de la estructura de dislocaciones detrás del límite que migra, a-iii) El límite que migra es libre de la estructura de dislocaciones, a-iv) Formación del sub-grano por medio de SIBM y, b) Modelo de nucleación de la DRX [84].	28
Figura 1.19. Evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente en una curva típica de fluencia en caliente [94].	30
Figura 1.20. Representación esquemática del progreso de la DRX cuando el tamaño de grano es más pequeño que el original, de acuerdo a Sellars [93].	30
Figura 1.21. Diagrama Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura mostrando la interacción entre precipitados inducidos por precipitación y el progreso de la recristalización en aceros 0.002% C, 0.019% C-0.095% Nb y 0.002% C-0.097% Nb [108].	35
Figura 1.22. Ilustración de la operación de colada continua [131].	37
FIGURA 1.23 XXXX Evaluación de la ductilidad en caliente.	38
Figura 1.24. Nucleación de cavidades en límites de grano para: a-b) Retallos por concentración de bandas de deslizamiento, c-d) Uniones triples y e-f) Presencia de partículas precipitadas [adaptado de 146-149].	43
Figura 1.25. a-b) Nucleación de microvacíos por descohesión o por rotura de una partícula [152], c) Mecanismo de interconexión para la coalescencia de cavidades [151] y d) Nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades a partir de inclusiones de MnS [153].	45
Figura 1.26. Forma típica macroscópica de rotura de muestras a tracción de materiales dúctiles [154].	46
Figura 1.27. Resistencia de materiales por cohesión/descohesión atómica [155].	47
Figura 1.28. a y c) Curvas de ductilidad para aceros TWIP 5 y 6, y b y d) Micrografía a la temperatura de ensayo de 800 °C para el acero 5 y 6, respectivamente [7].	49
Figura 1.29. Acero TWIP 6C18MnNb: a) Curva de ductilidad en caliente y b) Mapa de orientación cristalográfica de la microestructura a 1000 °C [8].	50



Figura 1.30. Curvas de ductilidad en caliente de aceros TWIP microaleados con Nb/V en la condición de: a) Fusión in situ, b) Laminado en caliente y condición de colada, c) Condición de colada y fusión in situ y d) Influencia de la velocidad de enfriamiento [10].....	52
Figura 1.31. Curvas de ductilidad en caliente para aceros TWIP: a) Libre de Ti y B (acero 1) y microaleado con Ti y B (acero 2) y b) Microaleado con Ti y B en la condición de colada (acero 3) incluyendo el comportamiento del acero 3 conteniendo Nb y libre de Ti y B [12].	54
Figura 1.32. Granos contiguos [160].	58
Figura 1.33. a) Sistema de referencia de una muestra para análisis EBSD y b) sistema de referencia del cristal [159].....	59
Figura 1.34. Ángulos de Euler [160].	60
Figura 1.35. a) Espacio tridimensional definido por los ángulos de Euler y b) Fibras en el espacio reducido de Euler [160].....	60
Figura 1.36. Proyecciones estereográficas patrón: a) Plano {100}, b) Plano {110} y c) Plano {111} [164].	62

CAPÍTULO II Desarrollo experimental

Figura 2.1. Diagrama de flujo del desarrollo experimental.....	64
Figura 2.2. Dimensiones de los moldes para controlar la estructura de solidificación de los aceros TWIP: a) Molde de arena (MA) y b) Molde metálico (MM).	67
Figura 2.3. Discretización de los sistemas: a) Molde de arena sílica y b) Molde metálico. El color púrpura representa la fase líquida (acero TWIP) y el azul la fase sólida (molde).....	69
Figura 2.4. Ruta de fabricación de los aceros TWIP.	71
Figura 2.5. Horno de inducción: a) y b) Presentación del daño, c) Reparación correcta. Olla de vaciado: d) Moldes para revestir con refractario, e) y f) Acondicionamiento final.....	72
Figura 2.6. Molde metálico: a) Vista frontal y b) Vista superior.	73
Figura 2.7. Secuencia de elaboración del molde de arena (MA).	74
Figura 2.8. Construcción de la mazarota: a) Camisa exotérmica, b) Mezcla de arena sílica + aglutinante, c) Apisonado, d) Perforación para endurecer con gas CO ₂ , e) y f) Configuración final en molde metálico y molde de arena.	75
Figura 2.9. Secuencia de fabricación de aceros TWIP: a) Acomodo y fusión de chatarra, b) Adición de Sorel, Al y Si, c) Registro de temperatura, d) Calentamiento de la olla, e) Sangrado del horno, f) Adición de microaleantes y disolución en la olla, g) Vaciado y, h) e i) Solidificación.	77



Figura 2.10. Aspecto final de los lingotes de acero TWIP solidificados en: a) Molde metálico (MM) y b) Molde de arena (MA).....	77
Figura 2.11. Seguimiento del seccionamiento de un lingote de acero TWIP para la obtención de probetas.....	79
Figura 2.12. Preparación de probetas para ensayos de tracción en caliente: a) Corte y maquinado burdo y b) Probeta requerida.....	80
Figura 2.13. Operación de maquinado de probetas de acero TWIP para ensayos de tracción en caliente.....	80
Figura 2.14 Ciclo térmico para los ensayos de tracción en caliente.....	812
Figura 2.15. a) Máquina universal de ensayos INSTRON modelo 4507, b) Consola de operación, c) Consola de control, d) Mordaza inferior, e) Mordaza superior, f) Suministro de gas Ar, g) Probeta de tracción, h) Vista superior del diseño del horno de radiación de cámaras elípticas y i) Horno en funcionamiento.....	83
Figura 2.16. Captura del editor de procedimientos de la máquina INSTRON modelo 4507.....	83
Figura 2.17. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6400.....	84
Figura 2.18. a) Cortadora para disco de diamante marca Struers modelo Secotom-10, b) Ampliación del ajuste de los parámetros de operación de la cortadora, c) Vista frontal de la mitad de una probeta ensayada a tracción en caliente y d) Acondicionamiento en baquelita de un espécimen para su análisis microscópico.....	85
Figura 2.19. a) Área de interés, b) Arreglo para el conteo de cavidades y c) Visualización de huecos en la superficie de estudio.....	86
Figura 2.20. Análisis de imágenes: a) Micrografía de un campo de estudio con cota, b) Micrografía del mismo campo de estudio sin cota, c) Preparación de la micrografía para el análisis de imagen y d) Captura de imagen del editor SigmaScan Pro 5.....	88
Figura 2.21. a) Microscopio electrónico de barrido acoplado con detector EBSD marca HKL, b) Detección de las bandas más intensas e indexado de los patrones de difracción de Kikuchi en un acero TWIP [175].....	91
Figura 2.22. a) Montaje de las diferentes probetas de acero TWIP para pulido fino y b) Representación esquemática del montaje de la muestra en MEB para análisis EBSD [164].....	91
Figura 2.23. Representación esquemática de: a) Microestructura de un material policristalino mostrando las diferentes orientaciones de cada cristal y b) Marco de referencia de la muestra [176].	92



Figura 2.24. Extracción de especímenes por réplica de carbono para MET: a) Preparación a espejo de la superficie, b) Efecto del ataque y exposición de partículas, c) y d) Equipo de recubrimiento de carbono, e) Superficie recubierta con carbono, f) y g) Remoción de película de carbono en agua destilada y h) Recuperación de las películas en rejillas de Cu. 95

CAPÍTULO III Resultados y discusión

Figura 3.1. Diagramas de fase en equilibrio predictivos de transformaciones calculados mediante FactSage®: a) TW-REF, b) TW-Ti, c) TW-Ti/B, d) TW-V, e) TW-Nb y f) TW-Mo. 99

Figura 3.2. Curvas de enfriamiento simuladas en ANSYS® representando la velocidad de enfriamiento del acero TWIP en: a) Molde en arena (MA) y b) Molde metálico (MM). 100

Figura 3.3. Patrones de difracción en aceros TWIP: a) Solidificados en MM y b) Solidificados en MA. 102

Figura 3.4. Estructura de solidificación en el acero TWIP de referencia: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA. 104

Figura 3.5. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Ti: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.1064

Figura 3.6. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Ti/B: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA. 106

Figura 3.7. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con V: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.107

Figura 3.8. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Nb: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA. 107

Figura 3.9. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Mo: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.107

Figura 3.10. a), b) y c) Morfología del crecimiento dendrítico en un rechupe del acero TWIP de referencia y d) Patrón de microanálisis químico cualitativo de una partícula de segunda fase..... 108

Figura 3.11. Barridos en línea y análisis puntuales en un acero TWIP de referencia en la condición MM. Ataque con Nital al 10%. 110

Figura 3.12. Microanálisis en un acero TW-REF en la condición MM: a) Estructura de colada, b) Posiciones de microanálisis, c) a f) Patrones de microanálisis..... 111

Figura 3.13. Mapeos de concentración química de los elementos de la aleación base de aceros TWIP en la condición MM..... 113



Figura 3.14. Mapeos de concentración química de los elementos de la aleación base de aceros TWIP en la condición MA.....	114
Figura 3.15. Zona de análisis puntual en aceros TWIP solidificados en MM y MA.....	115
Figura 3.16. Perfil de segregación de los elementos Mn y Si en comparación con el Fe para aceros TWIP en la condición MM.	115
Figura 3.17. Perfil de segregación de los elementos Mn y Si en comparación con el Fe para aceros TWIP en la condición MA.	116
Figura 3.18. Colonia de partículas de AlN alojadas en el espaciado interdendrítico en el acero TWIP de referencia solidificado en MM.	117
Figura 3.19. Partículas complejas del tipo CN(Ti,Al) alojadas en el espaciado interdendrítico en el acero TWIP microaleado con Ti solidificado en MM.....	117
Figura 3.20. Colonia de partículas precipitadas en el acero TWIP microaleado con V solidificado en MA.	118
Figura 3.21. Partículas precipitadas de NbC en el acero TWIP microaleado con Nb solidificado en MA.	118
Figura 3.22. Partículas precipitadas de MoC en el acero TWIP microaleado con Mo solidificado en MM.....	119
Figura 3.23. Curvas experimentales esfuerzo-deformación verdadera obtenidas en los aceros TWIP en la condición MM.....	119
Figura 3.24. Curvas experimentales esfuerzo-deformación verdadera obtenidas en los aceros TWIP en la condición MA.....	121
Figura 3.25. Comportamiento del esfuerzo pico alcanzado en los aceros TWIP en las dos condiciones de solidificación: a) Solidificados en MM y b) Solidificados en MA.	123
Figura 3.26. Comportamiento de la ductilidad en caliente para los diferentes aceros TWIP en las dos condiciones de solidificación.....	126
Figura 3.27. Equilibrio termodinámico, en términos de la fracción volumétrica, de los compuestos formados en los diferentes aceros TWIP predichos mediante FactSage [®] : a) TW-REF, b) TW-Ti, c) TW-Ti/B, d) TW-V, e) TW-Nb y f) TW-Mo.....	129
Figura 3.28. Microestructura del acero TW-REF en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.	134
Figura 3.29. Microestructura del acero TW-Ti en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.	135



Figura 3.30. Microestructura del acero TW-Ti/B en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.....	136
Figura 3.31. Microestructura del acero TW-V en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.	137
Figura 3.32. Microestructura del acero TW-Nb en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.	138
Figura 3.33. Microestructura del acero TW-Mo en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.	139
Figura 3.34. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) y ensayados a 700 °C.....	139
Figura 3.35. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) y ensayados a 700 °C.....	142
Figura 3.36. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MM) y ensayados a 800-900 °C.	144
Figura 3.37. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) y ensayados a 800-900 °C.	146
Figura 3.38. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MM) y ensayados a 1100 °C.	148
Figura 3.39. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) y ensayados a 1100 °C.....	148
Figura 3.40. Micrografías por MEB representativas del total de los aceros TWIP-MM ensayados a temperaturas intermedias (800-900 °C).	150
Figura 3.41. Micrografías por MEB representativas del total de los aceros TWIP-MA ensayados a temperaturas intermedias (800-900 °C).	151
Figura 3.42. Visualización por MEB de cavidades tipo “r” en los límites de grano en: a) TWIP-Ref/MM, b) TWIP-Ti/MA, c) TWIP-V/MM y d) TWIP-Mo/MA.	152
Figura 3.43. a) Longitud promedio de cavidades presentes en aceros TWIP y b) Área promedio determinada en cavidades con longitud mayor a 10 µm en aceros TWIP.	152
Figura 3.44. Número de cavidades por mm ² contabilizadas en aceros TWIP con longitud mayor a 10 µm.	154
Figura 3.45. Acero TW-Ti/B-MM: a) Grandes cavidades asociadas a colonias de partículas en el frente de fractura, b) Microanálisis en partícula “2” y c) Microanálisis en partícula “3”.....	156



Figura 3.46. Mapas de imagen de calidad para el total de los aceros TWIP ensayados a tracción en caliente a temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MM.	158
Figura 3.47. Mapas de imagen de calidad para el total de los aceros TWIP ensayados a tracción en caliente a temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MA.....	160
Figura 3.48. Mapas de deformación mostrando ángulos de desorientación mayor a 15° y estructuras de granos recristalizados y deformados en el total de los aceros TWIP ensayados en temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MM. Los granos DRX se identifican con el color naranja.	164
Figura 3.49. Mapas de deformación mostrando ángulos de desorientación mayor a 15° y estructuras de granos recristalizados y deformados en el total de los aceros TWIP ensayados en temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MA. Los granos DRX se identifican con el color naranja.	165
Figura 3.50. Fracción recristalizada (X) en aceros TWIP cerca de la superficie de fractura medida mediante EBSD después del ensayo de tracción en caliente.....	167
Figura 3.51. Triangulo fundamental IPF: a) Ubicación de las principales direcciones de deformación y b) Cambio de orientación de los granos respecto de la deformación [164].....	167
Figura 3.52. Triangulo IPF fundamental de la figura inversa de polo para los aceros TWIP.....	168
Figura 3.53. Mapas de imagen de calidad (límites de grano líneas negras >15°) en el total de los aceros TWIP solidificados en MM en el sentido de la deformación.....	169
Figura 3.54. Mapas de imagen de calidad (límites de grano líneas negras >15°) en el total de los aceros TWIP solidificados en MA en el sentido de la deformación.....	169
Figura 3.55. Mapas de Kernel para los aceros TWIP solidificados en MM, en el que se ha pintado cada punto del barrido EBSD dependiendo de su valor de Kernel para 3ros vecinos según la barra de colores. Las líneas negras representan los límites de alto ángulo (>15°).	169
Figura 3.56. Mapas de Kernel para los aceros TWIP solidificados en MA, en el que se ha pintado cada punto del barrido EBSD dependiendo de su valor de Kernel para 3ros vecinos según la barra de colores. Las líneas negras representan los límites de alto ángulo (>15°).	169
Figura 3.57. Microestructura en el acero TW-Ti/B solidificado en molde de arena (MA) mostrando el fenómeno de la DRX.....	176
Figura 3.58. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP de referencia en ambas condiciones de solidificación.	178
Figura 3.59. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Ti en ambas condiciones de solidificación.	178



Figura 3.60. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Ti/B en ambas condiciones de solidificación.	179
Figura 3.61. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP de microaleado con V en ambas condiciones de solidificación.	178
Figura 3.62. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Nb en ambas condiciones de solidificación.	180
Figura 3.63. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Mo en ambas condiciones de solidificación.	181
Figura 3.64. Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP de referencia ensayado a 800 °C y solidificado en MM y análisis químico por EDX.	182
Figura 3.65. Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con Ti solidificado en MM: (a,c,e) Ensayado a 800 °C y (b,d,f) Análisis químico por EDX.	182
Figura 3.66. (a,c) Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con Ti/B solidificado en MM a 900 °C y (b,d) Análisis químico por EDX.	186
Figura 3.69. (a,c) Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con V solidificado en MM a 900 °C y (b,d) Análisis químico por EDX.	191
Figura 3.71. a) Imagen de alta resolución (HRTEM) mostrando el V_4C_3 en matriz austenítica Fe-21.6Mn-0.63C-0.87V y b) Difractograma de electrones [281].	194
Figura 3.72. a) Imagen de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con Nb solidificado en MM a 800 °C y b) Análisis químico por EDX.	195



Índice de tablas.

CAPÍTULO I Revisión bibliográfica

Tabla 1.1. Índices de Miller y ángulos de Euler de las orientaciones con texturas para materiales FCC [81,163].	61
---	----

CAPÍTULO II Desarrollo experimental

Tabla 2.1. Composición química esperada en los aceros TWIP.	65
Tabla 2.2. Propiedades termofísicas de la arena sílica [166,167].	67
Tabla 2.3. Propiedades termofísicas de la chapa de acero comercial [166,167].	68
Tabla 2.4. Condiciones frontera para la simulación [166,167].	68
Tabla 2.5. Composición química de chatarra y metal Sorel (proporcionados por el proveedor).	70
Tabla 2.6. Composición química, eficiencia y presentación de los elementos de aleación y microaleación (proporcionados por el proveedor).	70
Tabla 2.7. Resumen del balance de materia para la fabricación de cada uno de los aceros TWIP.	71
Tabla 2.8. Composición química y propiedades físicas de la camisa exotérmica (Hamex S.A. de C.V.).	75
Tabla 2.9. Desarrollo general para la fabricación y colada de aceros TWIP.	76
Tabla 2.10. Matriz de experimentos para evaluar la ductilidad en caliente de los aceros TWIP.	82
Tabla 2.11. Condiciones experimentales para el estudio de cavitación en los aceros diferentes aceros TWIP.	87
Tabla 2.12. Parámetros utilizados en el estudio de EBSD.	92
Tabla 2.13. Condiciones de ensayo para el estudio de EBSD en los aceros diferentes aceros TWIP.	93

CAPÍTULO III Resultados y discusión

Tabla 3.1. Análisis de composición química en aceros TWIP por espectrometría de chispa (% en peso).	97
Tabla 3.2. Variación de la composición química en las zonas de microanálisis (% en peso).	112



Resumen.

En el presente estudio de investigación se estudia el efecto de la adición por separado de los elementos microaleantes tales como el Ti, Ti/B, V, Nb y Mo sobre el comportamiento de ductilidad en caliente de un acero TWIP experimental de composición química base Fe-20Mn-0.45C-1.5Si-1.5Al, solidificados bajo dos condiciones, una rápida utilizando un molde metálico y otra lenta usando un molde de arena sílica.

Para ello, se maquinaron probetas de tracción de acero TWIP en la condición de solidificación y se ensayaron uniaxialmente a cinco temperaturas (700, 800, 900, 1000 y 1100 °C) empleando una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} . Así, el porcentaje de reducción de área transversal (%RA) de los especímenes llevados hasta la fractura, se tomó como medida de la ductilidad en caliente. Con la finalidad de identificar los fenómenos y mecanismos involucrados en el comportamiento de la ductilidad en caliente de los diferentes aceros TWIP estudiados, se llevó a cabo la caracterización metalográfica por microscopía óptica, electrónica de barrido y de transmisión, además de emplear la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

Los resultados obtenidos muestran el efecto benéfico de microalea el acero TWIP en términos del esfuerzo pico (σ_p) ya que en general, se manifiesta un incremento de la resistencia debido a un efecto endurecedor por solución sólida y de endurecimiento por precipitación, donde el estudio termodinámico realizado en FactSage® predijo satisfactoriamente la formación de partículas de segundas fases precipitadas en un amplio rango de temperaturas (600-1600 °C). Los resultados muestran una notable mejora de la ductilidad en caliente a temperaturas intermedias de ensayo (800-900 °C), moderada ductilidad a bajas temperaturas (700 °C) y baja ductilidad a temperaturas elevadas (1100 °C). El hecho de solidificar el acero TWIP en molde metálico genera refinamiento del tamaño de grano, presentando menor segregación interdendrítica y, por lo tanto, mejor ductilidad en caliente, en comparación con el acero TWIP solidificado en molde de arena sílica. A partir de los resultados obtenidos se comprobó que la ductilidad en caliente está íntimamente relacionada con los fenómenos de recristalización, de difusión y de precipitación. Así, el acero TWIP microaleado con V y solidificado en molde metálico presentó la mejor ductilidad con un valor del 86% de RA, comportamiento atribuido a la recristalización dinámica a través del desarrollo de estructuras de collar, donde mayor esfuerzo debe de ser aplicado para que las grietas se interconecten y crezcan. Por su parte, el acero TWIP microaleado con Ti/B y solidificado en molde de arena presentó la mejor ductilidad con un valor de 82% de RA, debido a un fenómeno de arrastre de soluto, donde los átomos de boro aumentan la cohesión entre granos. Así mismo, las superficies de fractura a bajas temperaturas muestran un carácter mixto del tipo dúctil-frágil, a temperaturas intermedias carácter dúctil y, a altas temperaturas componentes de fragilidad asociada con la estructura dendrítica. El estudio de cavitación mostró el tipo de cavidades que se formaron después de la deformación, predominando las cavidades tipo “r”, “l” y “w”. Así se comprobó que dichas cavidades nuclean principalmente alrededor de los precipitados alojados en los límites de grano y crecen por un mecanismo de interconexión o de enpuentamiento.

Por otro lado, la caracterización realizada mediante MEB-EBSD para la condición de deformación a tracción en caliente permitió observar la evolución de la microestructura, ya que mediciones de desorientación permitieron identificar los granos recristalizados dinámicamente (granos con baja densidad de dislocaciones y desorientación menor a 1.5°), así como obtener la fracción de dichos granos recristalizados (X), donde el acero TWIP microaleado con V y solidificado en molde metálico



presentó la mayor fracción recristalizada (X) con valor del 21% conteniendo granos recristalizados orientados en la dirección preferencial [012]. Además, en su mayoría los aceros TWIP solidificados en molde de arena mostraron grandes granos austeníticos orientados en las direcciones [001]/[101] para una condición de mayor deformación. Consecuentemente, fue posible identificar la orientación cristalográfica que adoptaron los granos después de la deformación, mediante el empleo de las figuras inversas de polos (IPF) y de las funciones de densidad de orientación (ODF). En general, se forman débiles texturas, tanto de carácter de deformación (fibra- γ , desde la componente $E\{111\}\langle 110 \rangle$ hasta la $Y\{111\}\langle 112 \rangle$) como de recristalización (texturas tipo Cubo $\{001\}\langle 100 \rangle$).

Finalmente, el estudio de precipitados usando MET, mediante el empleo de las técnicas de análisis puntual (EDX), alta resolución (HRTEM) y análisis en campo claro (STEM), permitió conocer la naturaleza química y morfología de las partículas precipitadas, así como su distribución (tanto dentro del grano como en los límites de grano). Se logró establecer que en el acero TWIP microaleado con V se forma el compuesto fino V_4C_3 con morfología esférica, mostrando un distancia interplanar de 2.034 Å en la dirección [200], conteniendo la familia de planos {111}. Por su parte, en el acero TWIP microaleado con Ti/B se identificaron compuestos muy finos del tipo $Fe_{23}(C,B)_6$ y B_4C con distancias interplanares de 1.6144 y 2.40 Å en las direcciones [533] y [021], respectivamente.



Abstract.

The present work mainly studies the single Ti, Ti/B, V, Nb and Mo microalloyed elements over the hot ductility in experimental high-Mn TWIP steel having the basic chemical composition Fe-20Mn-0.45C-1.5Si-1.5Al which were solidified under two different conditions, the first one using a metallic ingot mold material and the second one using sand ingot mold material.

For this purpose, cylindrical specimens were machined and subject to uniaxial hot tensile tests at five temperatures (700, 800, 900, 1000, 1100 °C) under a constant true strain rate of 10^{-1} s^{-1} . In this sense, hot ductility was quantified as the percentage of reduction of transversal area (%RA) of samples strained to fracture. In a temp to identify the phenomena and those mechanisms related with the hot ductility behavior of studied TWIP steels, carrying out metallographic characterization through light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM) and electro backscatter diffraction (EBSD).

The obtained results show the benefits of using microalloying elements in TWIP steel. As the testing temperature diminishes the peak stress (σ_p), since an increase in the resistance is manifested due to a solid solution and precipitation straightening effects. So, in conjunction it was corroborated the formation of second-phase particles by the thermodynamic analysis using FactSage® in a wide range of temperature (600-1600 °C). Results show an improvement at intermediate temperature range (800-900 °C), moderate hot ductility at the lowest testing temperature (700 °C), and a decrease in hot ductility at the higher testing temperature (1100 °C). Additionally, it was seen that because of the solidification route, the use of metallic ingot mold significantly refines the austenitic grain size, which in turn helps to reduce the interdendritic segregation improving the hot ductility, as compared with TWIP steels solidified into sand ingot mold. Furthermore, hot ductility behavior could be explained through atomistic phenomena of recrystallization, diffusion and precipitation. In the case of those TWIP steels solidified into metallic ingot mold, TWIP steel microalloyed with V showed the best RA value with 86%, due to the onset of dynamic recrystallization (DRX), which was observed through the formation of typical necklace structures around austenitic grains. As the specific grain boundary surface increases as the major stress required for cracking growth. On the other hand, TWIP steel microalloyed with Ti/B and solidified into sand ingot mold showed the best hot ductility value having 82% of RA, behavior attributed to a solute drag effect, where boron atoms enhance the cohesion between grains. Besides, fracture surface analysis at the lower testing temperature displayed a mixed ductile-brittle failure type, a ductile type at the intermediate temperature range and a brittle type at the higher temperature, which is directly related to a dendritic structure component.

Cavity study has allowed classifying those cavities type which were formed after hot working. In general, there were observed cavities “r”, “l” and “w” type. In addition, it was possible to determine that cavities mainly nucleate around second-phase particles precipitated at austenitic grain boundaries, where they growth due to an interconnection or bridging mechanism.

According to SEM-EBSD results, this characterization technique allowed to track the microstructure evolution, after hot tensile testing, through local misorientation measurements, in which those grains having a value less than 1.5° were assumed to be dynamically recrystallized because a low dislocation density. At this stage it was possible to obtain the recrystallization fraction (X) near to the fracture surface. TWIP steel microalloyed with V showed the best (X) value as major as 21%, having grains oriented in the preferential [012] direction. Instead, TWIP steels solidified into sand ingot mold



showed coarse austenitic grains oriented into [001]/[101] directions, feature which represents a major deformation condition. Consequently, it was possible identifying the crystallographic orientation of grains after hot deformation by using the inverse pole figures (IPF) and the orientation distribution function (ODF). In general, weak deformation (namely γ -fiber, spread from E{111}<110> to Y{111}<112>) and recrystallization (namely Cube {001}<100>) textures were detected.

Finally, second-phase particles were characterized by TEM. The employment of punctual EDX analysis, high resolution (HRTEM) and bright field STEM techniques allowed knowing in detail the nature and morphology of precipitates, as well as their distribution as into the matrix as at the grain boundaries. Accordingly to this methodology, the fine V_4C_3 sphere compound was characterized in TWIP steel microalloyed with V, where the interplanar distance is 2.034 Å in the direction [200] for the family planes {111}. On the other hand, in TWIP steel microalloyed with Ti/B were identified fine compounds such as $Fe_{23}(C,B)_6$ and B_4C , having 1.6144 and 2.40 Å of interplanar distance, in the directions [533] and [021], respectively.



Introducción.

El desarrollo de nuevos grados de aceros se debe principalmente a las demandas realizadas por la industria y, es indudable que la industria automotriz es la que se encuentra a la vanguardia en el campo de la investigación, desarrollo y empleo de estos nuevos materiales. En años recientes, la popularidad de los aceros avanzados de alta resistencia, AHSS (Advanced High Strength Steels, por sus siglas en inglés) ha evidenciado un gran crecimiento, marcado principalmente por la considerable actividad de investigación que actualmente se ha observado, gracias a la ventaja que presentan en relación a sus propiedades mecánicas superiores comparadas con los grados de aceros convencionales y microaleados. Modernas técnicas de procesamiento se han comenzado a utilizar para fabricar estos nuevos grados de aceros AHSS, las cuales son el resultado de previas investigaciones que han tratado de dar respuesta a los fenómenos metalúrgicos que gobiernan su comportamiento, tales como la cinética de transformación de fase, el efecto de los elementos microaleantes y el efecto de no equilibrio durante el enfriamiento [1]. Una de las innovaciones automotrices más recientes, es el desarrollo de un tipo de aceros, de fase austenítica estable a temperatura ambiente, de plasticidad inducida por maclaje, conocidos como TWIP (TWinning Induced Plasticity steel, por sus siglas en inglés), que presentan un alto contenido de manganeso (17-30 % en peso). Este tipo de aceros AHSS revelan un gran potencial para su aplicación en componentes estructurales automotrices debido a su excelente combinación de resistencia y ductilidad; es decir, presentan la habilidad para resistir grades cargas y mantener severas deformaciones sin fallar. Sin embargo, la aplicación potencial de los aceros TWIP no sólo debe de limitarse a la industria automotriz; aplicaciones adicionales pueden existir en otras áreas del transporte, producción del petróleo y construcción [2].

En la mayoría de los casos, la deformación plástica de los metales es causada por el deslizamiento de dislocaciones; la interacción de dislocaciones causa un endurecimiento por deformación, incrementándose la resistencia durante la deformación. Sin embargo, en el caso de los aceros TWIP, el mecanismo de deformación dominante es por maclado del grano austenítico, donde la formación de finas maclas resulta en obstáculos extras para el movimiento libre de las dislocaciones. Este mecanismo de deformación está relacionado con la energía de falla de apilamiento, EFA, o SFE (Stacking Fault Energy, por sus siglas en inglés), la cual es principalmente función de la composición química y de la temperatura; valores del orden 20-50 mJ/m² favorecen dicho mecanismo. Así, los principales elementos de aleación son Mn, C, Al e incluso Si, los cuales ayudan a alcanzar la EFA dentro del rango y estabilizar la fase austenítica [2]. Su comportamiento durante la deformación en frío se caracteriza por un alto coeficiente de endurecimiento y que se traduce en una gran capacidad del material para ser deformado a temperatura ambiente sin sufrir agrietamiento [3,4].

Por otro lado, es importante resaltar que la mayor parte de los trabajos de investigación relacionados con el acero TWIP se han enfocado a estudiar el efecto de su composición química y su comportamiento durante el trabajado en frío, debido al alto exponente de endurecimiento por deformación que desarrolla este tipo de aceros sin sufrir fragilización. Debido a este comportamiento, los aceros TWIP describen resistencias máximas a la tracción de hasta 1200 MPa y alargamientos de hasta el 70% [5], comportamiento atribuido a un efecto dinámico de Hall-Petch [6], donde los granos continuamente están siendo divididos por maclas mecánicas durante la deformación, lo cual contribuye a la alta resistencia y ductilidad.



De lo anterior, es muy cierto que muy poco trabajo ha sido llevado a cabo para estudiar el comportamiento de la deformación plástica de los aceros TWIP a altas temperaturas, entendiéndose que durante años la deformación plástica en caliente ha sido empleada para conferir a los metales y aleaciones las formas geométricas deseadas. Aún más limitados están los temas relacionados con los procesos de solidificación y los efectos que la misma estructura de solidificación (morfología dendrítica y tamaño de grano) representa sobre la ocurrencia de otros fenómenos tales como la segregación y formación de partículas de segundas fases por el uso de elementos microaleantes (por ejemplo, Ti, Nb y V), inclusiones (del tipo AlN y MnS) y otras impurezas, que repercutan directamente sobre su susceptibilidad al agrietamiento durante el conformado en caliente, causando así el deterioro de las propiedades mecánicas por la multiplicación de diversos defectos. En específico, la propiedad de ductilidad en caliente solamente en los últimos años ha recibido atención [7-13]. Se considera que la falta de trabajabilidad en caliente es la principal causa del agrietamiento en los bordes de productos/piezas de acero TWIP durante la laminación en caliente. Frecuentemente, el procesamiento en caliente es acompañado por la formación de cavidades. Así, se ha demostrado que muchos materiales presentan cavitación durante la deformación en los ensayos de tracción en caliente [14]. Las cavidades nuclean en sitios tales como los límites de grano, partículas de segundas fases y puntos triples entre granos; subsecuentemente, crecen y se entrelazan entre sí hasta generar una falla permanente. En consecuencia, la pérdida de ductilidad puede tener más de un origen, por ejemplo, segregación, precipitación y/o ausencia de recristalización dinámica, (DRX, Dynamic recrystallization) [15]. Por consiguiente, la mejor manera de evaluar la propiedad de ductilidad en caliente es a través de ensayos de tracción en caliente isotérmicos a alta temperatura (aprox. 700-1100 °C) y velocidad de deformación lenta, como una medida del porcentaje de reducción de área transversal (%RA). Así, este ensayo ha probado ser una herramienta muy útil en el diseño de programas óptimos de trabajo en caliente para evitar el agrietamiento en caliente, particularmente durante la colada continua y procesos de deformación plástica en caliente a nivel industrial.

Finalmente, un entendimiento profundo de los fenómenos que suceden durante la solidificación y posterior conformado en caliente de los aceros TWIP conteniendo elementos microaleantes, mostrará las rutas tecnológicas que mejor se adapten para su fabricación en masa bajo en método eficiente a escala industrial, como lo es la colada continua, y su sucesivo enfriamiento hasta temperatura ambiente.



Hipótesis.

De acuerdo a los estudios reportados en la literatura en torno al efecto de la adición de elementos microaleantes y la estructura de solidificación sobre la ductilidad en caliente de diferentes grados de aceros, se establece que se producirán los siguientes efectos en el acero TWIP microaleado:

- ✓ Mejoramiento en la ductilidad en caliente con el control del tamaño de grano austenítico y por ende menor grado de segregación interdendrítica durante la solidificación, ya que uno de los problemas más serios durante la colada de aceros TWIP es la formación de grietas profundas, las cuales crecen a lo largo de los límites de las burdas dendritas columnares debido a una severa microsegregación.
- ✓ Aumento de la ductilidad en caliente a temperaturas intermedias de trabajado en caliente, donde la adición de elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo) al acero TWIP modifiquen los mecanismos de formación y propagación de microgrietas o microcavidades en los límites de grano.
- ✓ Generación de partículas de segundas fases, conteniendo un tamaño específico y distribución determinada, las cuales pueden actuar como sitios de nucleación para acelerar el inicio de la recristalización dinámica, o retardarla por un efecto de arrastre de soluto.
- ✓ La generación de finos granos recristalizados dinámicamente podría mejorar la ductilidad en caliente, funcionando como obstáculos de baja energía para el avance de microgrietas a lo largo de los límites de grano austenítico.
- ✓ Reducción significativa del potencial perjudicial de precipitados del tipo BN y AlN a través de la adición de Ti al acero TWIP y mantener en solución sólida al boro. Bajo esta condición, se espera que la adición de boro aumente la ductilidad en caliente, debido a que los átomos de boro tienden a segregarse hacia los límites de grano austeníticos a elevadas temperaturas y ocupar lugares vacantes inducidos por la deformación, evitando así la formación e interconexión de microgrietas e incrementando la cohesión entre granos.



Objetivos.

Objetivo general:

Determinar la influencia de los elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo), así como la condición de solidificación sobre la ductilidad en caliente de aceros Fe-Mn-C-Si-Al de plasticidad inducida por maclaje (TWIP).

Objetivos específicos:

1. Diseñar y fabricar aceros TWIP de composición base Fe-Mn-C-Si-Al microaleados por separado con Ti, Ti/B, V, Nb y Mo.
2. Diseñar y fabricar aceros TWIP de composición base Fe-Mn-C-Si-Al microaleados con diferente estructura de colada, a través de enfriamiento rápido y lento, así como determinar la distribución de elementos segregados.
3. Estudiar el efecto de los elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo) sobre la ductilidad en caliente mediante ensayos de tracción uniaxial en caliente a diferentes temperaturas (700, 800, 900, 1000 y 1100 °C) y a velocidad de deformación constante de 10^{-3} s^{-1} .
4. Estudiar el efecto de la estructura dendrítica y fenómenos de segregación sobre la ductilidad en caliente de aceros TWIP microaleados de composición base Fe-Mn-C-Si-Al.
5. Determinar el efecto de los elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo), así como del tamaño de grano, en la formación de texturas en el acero TWIP deformado en caliente después del ensayo de tracción, a través de la técnica de difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).
6. Caracterizar las partículas de segundas fases formadas en el acero TWIP mediante el empleo de microscopía electrónica de barrido (MEB) y de transmisión (MET) usando la técnica de réplica de carbono.
7. Determinar el efecto de la condición de solidificación (rápida y lenta), así como la adición de elementos microaleantes (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo) en el desarrollo de los mecanismos de fragilización tras los ensayos de tracción en caliente en el acero TWIP, en términos de mecanismos de cavitación y de formación de microgrietas a altas temperaturas.



Justificación.

El acero es una aleación tecnológica de grandes aplicaciones; a pesar de presentar ciertas limitaciones, la correcta elección de sus elementos de aleación y/o microaleación, su procesamiento térmico o termomecánico y el diseño óptimo en su aplicación final, lo siguen conservando como un material estratégico y potencial y, hasta cierto punto, en un material relativamente económico en comparación con otros materiales y, en muchos otros casos, hasta ahora insustituible.

Dentro de una nueva generación de aceros avanzados de alta resistencia, se encuentran los aceros conocidos con el nombre de TWIP, los cuales presentan una característica muy singular en términos de propiedades mecánicas: gran resistencia y elevada ductilidad, además de presentar una elevada absorción de energía de impacto. La finalidad de su desarrollo es cumplir con los nuevos requerimientos energéticos dentro de la industria automotriz, enfocados a reducir el consumo de combustible y que ayuden a mitigar la contaminación ambiental, además de incrementar la seguridad e integridad física de los usuarios, hablando en términos de choques y colisiones (impacto tecnológico y medio-ambiental). El desarrollo de los aceros TWIP ha dejado al descubierto una problemática relacionada con el procesamiento en caliente, entendiéndose a la deformación plástica en caliente como el método más utilizado para conferir la forma deseada a los metales. Así, los aceros TWIP presentan una alta pérdida de ductilidad en caliente, afectando principalmente a aquellas aleaciones con mayor cantidad de elementos aleantes y microaleantes, atribuida al efecto perjudicial de segundas fases, segregaciones e impurezas. Por lo tanto, un profundo entendimiento del comportamiento de la ductilidad en caliente de productos semi-terminados o terminados, marcará el éxito de una ruta de procesamiento óptima y, finalmente, la de producción en masa de estos materiales. Es por ello que surge la necesidad de generar conocimiento científico y tecnológico sobre su comportamiento mecánico a alta temperatura vinculado a la evolución de su microestructura. Hoy en día, aún son pocos los trabajos de investigación que abordan estos temas y, sobre todo, que esclarecen su comportamiento bajo parámetros bien definidos. Además, sobre todo la actual instalación de empresas automotrices líderes en nuestro país demanda una alta producción y la aplicación de nuevos materiales capaces de cumplir con los estándares de calidad y seguridad. Es aquí donde este tipo de aceros juega un papel importante en la detonación de rutas de fabricación y conformado, con lo cual se espera que la economía del país crezca, debido a la demanda de productos con un alto valor añadido.

Es por ello que en este trabajo de investigación se estudiará el tema de la ductilidad en caliente, con la finalidad de determinar el efecto de la adición de elementos microaleantes y la estructura de solidificación en aceros Fe-Mn-C-Si-Al de plasticidad inducida por maclaje (TWIP), y lograr con ello establecer los mecanismos asociados a la fragilización en caliente del acero TWIP, y de esta manera establecer las condiciones que mejor respondan al procesamiento en caliente de este tipo de aceros, sin sacrificar la calidad final del producto.

Capítulo I

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA



CAPITULO I

Revisión bibliográfica.

1.1 Aceros avanzados de alta resistencia de nueva generación.

Con la finalidad de cumplir con mayores criterios de rendimiento, la industria siderúrgica está desarrollando nuevos grados de aceros, los cuales permiten obtener un producto final más ligero y ecológico [16]. En este contexto, a lo largo de todo el mundo existe un gran interés en la introducción de nuevos aceros avanzados de alta resistencia, utilizándose rangos en los niveles de resistencia para clasificar estos aceros. Así, se denominan aceros de avanzados de alta resistencia, AHSS (Advanced High Strength Steel, por sus siglas en inglés), a aquellos aceros que registran una resistencia máxima entre 270 a 700 MPa, mientras que los aceros avanzados de ultra alta resistencia, A-UHSS (Advanced Ultra High Strength Steel, por sus siglas en inglés) a aquellos aceros que registran una resistencia máxima mayor a los 700 MPa [17]. Un acero de alta o ultra alta resistencia proporciona mucha más ligereza que un acero convencional, ya que para soportar un mismo esfuerzo requieren de menor sección transversal. Así, estos aceros combinan una alta resistencia con alta ductilidad/formabilidad, mostrando también un alto potencial de absorción de energía [1]; propiedades que pueden ser adaptadas y ajustadas por la correcta elección de los elementos de aleación y microaleación, así como del procesamiento termo-mecánico.

1.1.1 Clasificación.

Dentro de la clasificación de los aceros avanzados de alta y ultra alta resistencia se encuentran los siguientes tipos: aceros termo-endurecidos (BH), aceros de doble fase (DP), aceros libres de intersticiales (IF), aceros de transformación inducida por deformación (TRIP), aceros de fase compleja (CP), aceros multifase (MP), aceros martensíticos (MART), aceros al boro (BS), y de reciente creación, los aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) [18] (ver figura 1.1).

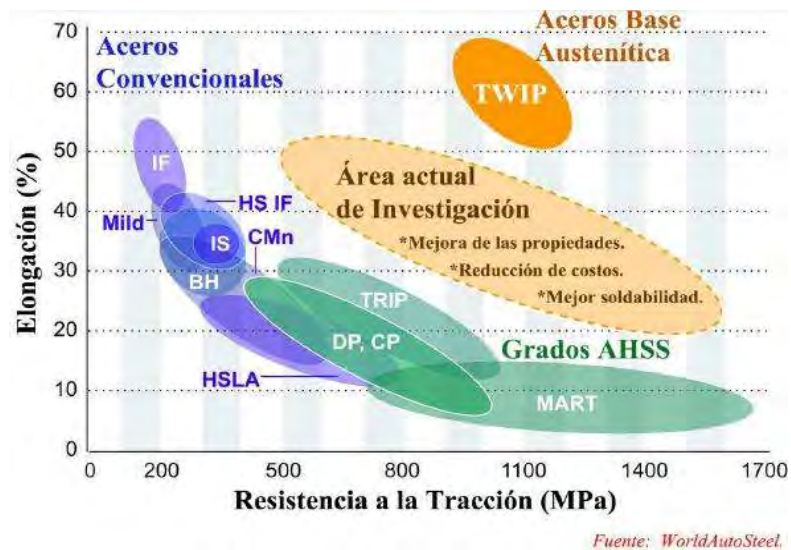


Figura 1.1. Clasificación y resistencia vs alargamiento para aceros convencionales y AHSS [19].

1.1.2 Características generales de los aceros TWIP.

Un acero TWIP es una aleación austenítica completamente estable a temperatura ambiente que presenta altos valores de resistencia y ductilidad. La plasticidad inducida por el maclado, TWIP (Twinning Induced Plasticity, por sus siglas en inglés), se debe a una estructura austenítica, que desde hace años se conoce en los aceros Hadfield de alto contenido de manganeso y carbono y, la cual, en los aceros TWIP, tiene una reducida energía de falla de apilamiento (EFA), la cual está entre 12 y 35 mJ/m^2 , lo cual facilita la formación de maclas durante la deformación. Si la EFA es menor se formará martensita ϵ y si es mayor, el mecanismo de deformación será el deslizamiento de dislocaciones [20], manifestando una alta tasa de endurecimiento por deformación, debido a la relación deformación-nucleación de maclas [21-24].

Los aceros TWIP fueron desarrollados en 2004 por el profesor George Frommeyer, en el departamento de tecnología de materiales del instituto Max Planck para la investigación del hierro. Los aceros TWIP contienen entre 20 y 30% en peso de Mn, y considerables cantidades de C, Al y Si, que son necesarias para asegurar la estabilidad de la fase austenítica a temperatura ambiente, lograr la adecuada evolución del fenómeno de maclado y obtener un alargamiento de hasta el 90% sin alcanzar la fractura [25-28].



Este tipo de aceros exhiben diferentes mecanismos de endurecimiento que dependen fuertemente de la EFA [29], tales como “deformación inducida por deformación, TRIP”, deformación inducida por maclado TWIP” o “deformación inducida por microbandas, MBIP”. Las explicaciones más adecuadas para interpretar el excelente balance entre la resistencia al flujo plástico y la ductilidad de estos aceros son un atípico mecanismo de deformación por envejecido dinámico, DSA (Dynamical Strain Ageing, por sus siglas en inglés) y la ocurrencia de un mecanismo de deformación no menos importante como lo es el deslizamiento de dislocaciones [29]. De acuerdo con Gutierrez-Urrutia y Raabe [30] la combinación superior de resistencia y ductilidad de los aceros TWIP se debe a un comportamiento de múltiples etapas de endurecimiento por deformación, asociadas al refinamiento de subestructuras de dislocaciones y a la subsecuente activación de la deformación por maclado del grano austenítico, lo cual permite un incremento continuo del endurecimiento por deformación.

Además, estos aceros se han vuelto populares debido a su gran capacidad de absorber energía, la cual es el doble de la de un acero de alta resistencia y baja aleación (HSLA), porque bajo el impacto se deforman manteniendo la ductilidad debido a un reparto de la energía de deformación, donde el material primero se alarga, después se endurece y hasta entonces transmite el resto de la energía de deformación a las regiones vecinas, que también se deformaron. Así, gracias a esta distribución de la energía por toda la superficie, la energía de impacto se absorbe más eficientemente [20].

1.1.3 Aplicación de los aceros TWIP.

Los aceros TWIP son actualmente uno de los materiales más atractivos para aplicaciones estructurales, tal y como lo muestra el reciente incremento en las investigaciones científicas y patentes realizadas en los últimos años [29]. Estos son ampliamente considerados para aplicaciones específicas, tales como en la industria de los trenes rápidos, en la industria de la construcción y, más particularmente, en la industria automotriz, donde se debe de cumplir con los nuevos requerimientos energéticos, enfocados a un menor consumo de combustibles, que ayuden a mitigar la contaminación ambiental. Así mismo, de la mano esta 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.



1.2 Metalurgia de los aceros TWIP.

La fabricación de los aceros AHSS es más compleja que la de los aceros convencionales. La conceptualización de un acero TWIP se proyecta directamente en el término de composición química, ya que la presencia de elementos en específico, causa esa peculiaridad en propiedades mecánicas.

1.2.1 Elementos de aleación.

1.2.1.1 Efecto de los elementos de aleación en los aceros TWIP.

El manganeso es denominado el elemento principal de aleación en el acero TWIP; su función crucial es estabilizar la fase austenítica [31], además de controlar la energía de falla de apilamiento (EFA), ya que al aumentar el contenido de Mn, se incrementa la EFA por arriba de 20 mJ/m^2 . La **figura 1.2** muestra datos experimentales del efecto de la adición de Mn sobre la EFA en el sistema Fe-Mn [32-34]. Los datos revelan que al incrementarse el contenido de Mn, la EFA primero disminuye hasta un valor mínimo y después vuelve a crecer. Sin embargo, según el contenido de Mn en cada aleación, se modifica la EFA y, por lo tanto, también el modo de deformación se ve afectado.

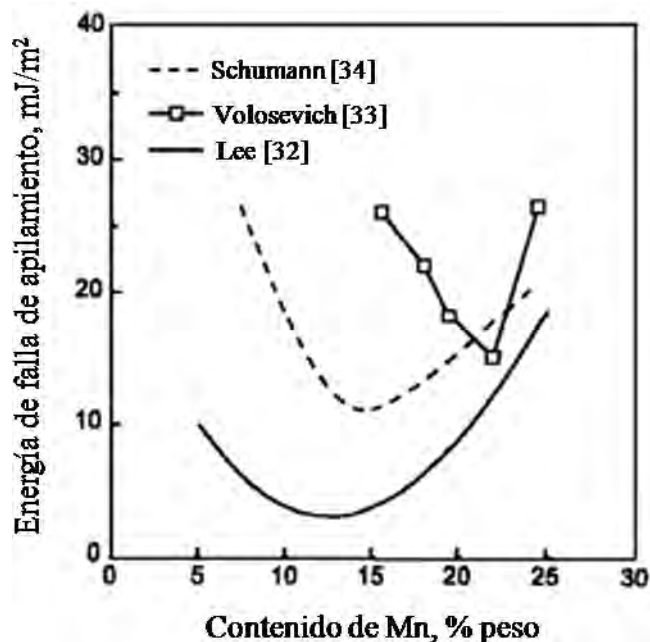


Figura 1.2. Variación de la EFA como una función del contenido de Mn en el sistema Fe-Mn [32-34].



El aluminio presenta diferentes efectos en el acero TWIP. Este elemento incrementa significativamente la EFA; con este incremento se estabiliza la austenita, inhibiendo la transformación por deformación, $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, que ocurre en las aleaciones con alto contenido de Mn durante la deformación [35]. Además, tiene un efecto de endurecimiento por solución sólida [36]. Finalmente, debido a su pasividad, el aluminio mejora la resistencia a la corrosión del acero TWIP.

En contraste con el aluminio, el silicio reduce la fase austenítica y promueve la transformación martensítica durante el enfriamiento y/o la deformación [37]. La adición del 2% de Si a un acero Fe-27Mn baja la EFA de la austenita, aumentando las fallas de apilamiento, generándose así sitios de nucleación para la martensita ε [38]. Por otro lado, la adición de Si endurece la fase por solución sólida, del orden de 50 MPa por cada 1% de Si [32].

El carbono es considerado el gran estabilizador de la austenita por excelencia, ya que la solubilidad de éste en la austenita es muy alta, por lo tanto, la estabiliza y la endurece simultáneamente [35].

1.2.2 Elementos de microaleación en los aceros TWIP.

Los elementos de microaleación son aquellos elementos que se adicionan en pequeñas cantidades, generalmente menores al 0.20% en peso, que son fuertes formadores de fases precipitadas de carburos, nitruros y carbonitruros, los cuales controlan y/o modifican directa o indirectamente ciertas propiedades mecánicas en las aleaciones ferrosas.

1.2.2.1 Efecto de los elementos de microaleación (Ti, B, V, Nb y Mo).

En los aceros austeníticos y, más específicamente en los aceros TWIP, durante el calentamiento los granos de austenita son susceptibles a cambiar en tamaño y morfología. Para evitar este fenómeno adverso, se agregan elementos microaleantes. Durante el recalentamiento, los elementos microaleantes precipitan, alojándose en los límites de grano y dislocaciones, inhibiendo así el crecimiento de grano. Sobre todo, este efecto retarda el progreso de la recristalización [39]. Estos precipitados también incrementan la resistencia a la cedencia y la resistencia a altas temperaturas [40]. Singon y colaboradores [41] encontraron que la máxima resistencia se alcanza en una



determinada temperatura y, por arriba de ella, la resistencia decae debido a la disolución de los precipitados.

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 rico en nitrógeno (casi exclusivamente en nitruro) en el acero líquido. Restringiendo la adición de Ti puede evitarse la formación de una fina distribución de nitruros en estado sólido. 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.

El boro y sus compuestos tienen muchas aplicaciones en diversos campos de la metalurgia [42]. El B combinado con el C puede formar borocarburos (B_4C) muy estables, ya que su disolución sólo puede ser a 2350 °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 °C. 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 $M_{23}(B,C)_6$, 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 $M_{23}(B,C)_6$ 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 [43]. Ha sido reportado [44] que sólo el B soluble puede segregarse y entonces precipitar después como $M_{23}(B,C)_6$ en los límites de grano. Probablemente, el B sea el mejor elemento de microaleación considerando costo, efecto y cantidad [15]. 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 templeabilidad del acero; de hecho, el Ti ayuda mucho a incrementar la efectividad del B como elemento de microaleación en solución sólida [45].

El V es el elemento más efectivo para promover la recrystalización. La solubilidad del carburo de vanadio es muy grande, incluso a bajas temperaturas en el rango austenítico. El tamaño de los precipitados formados a baja temperatura es muy fino, por lo que son muy efectivos de cara al endurecimiento por precipitación [46].

El Nb se caracteriza por retardar la recrystalización de la austenita durante la laminación en caliente, debido a la precipitación inducida por deformación de carbonitruros de niobio [47]. Durante el



recalentamiento, estos compuestos se disuelven completamente en la austenita y quedan disponibles para re-precipitar bajo una fina dispersión (hasta 20 nm) durante el conformado posterior, a temperaturas cercanas a los 1000 °C.

El Mo es usado eficientemente y económicamente en aleaciones ferrosas debido a que mejora la templabilidad, reduce la temperatura de fragilización, promueve la resistencia a la corrosión (agrietamiento por hidrógeno y sulfuros), incrementa la resistencia a alta temperatura, mejora la soldabilidad. En general, el contenido de Mo en los diferentes grados de acero oscila entre 0.2 a 0.5% en peso y, rara vez excede el 1% [48]. Así mismo, el Mo ayuda mucho a mejorar la maquinabilidad de las aleaciones ferrosas.

1.2.3 Sistema ternario Fe-Mn-C.

El diagrama de equilibrio de fases del sistema Fe-Mn ha sido revisado recientemente [49]. En la parte rica en Fe, el sistema binario parece ser relativamente simple con una curva abierta de la fase austenítica. Sin embargo, el diagrama metaestable Fe-Mn mostrado en la **figura 1.3**, revela mucha más información, la cual es requerida para comprender las microestructuras observadas en condiciones prácticas de no-equilibrio (enfriamiento rápido) (ver **figura 1.4**). Pequeñas adiciones de Mn tienen un efecto pronunciado en la templabilidad. Esto resulta de la formación de la martensita cúbica α' . A altos contenidos de Mn se forma la martensita hexagonal ϵ . Ambos tipos de martensita son generadas por los esfuerzos aplicados y por la transformación inducida por deformación de la austenita retenida. Estabilizar la austenita a temperatura ambiente requiere la adición de más Mn, con un exceso superior al 27% en peso.

Para obtener la fase austenítica a temperatura ambiente con menos del 25% en peso de Mn, se debe de suprimir la formación de dichas martensitas. Esto puede ser hecho a través de la adición de carbono. La **figura 1.5** ilustra que las adiciones de C, en aproximadamente 0.6% en peso, hace posible obtener una microestructura austenítica libre de carburos y homogénea [49]. De hecho, altas adiciones de C resultan en la formación del carburo M_3C .

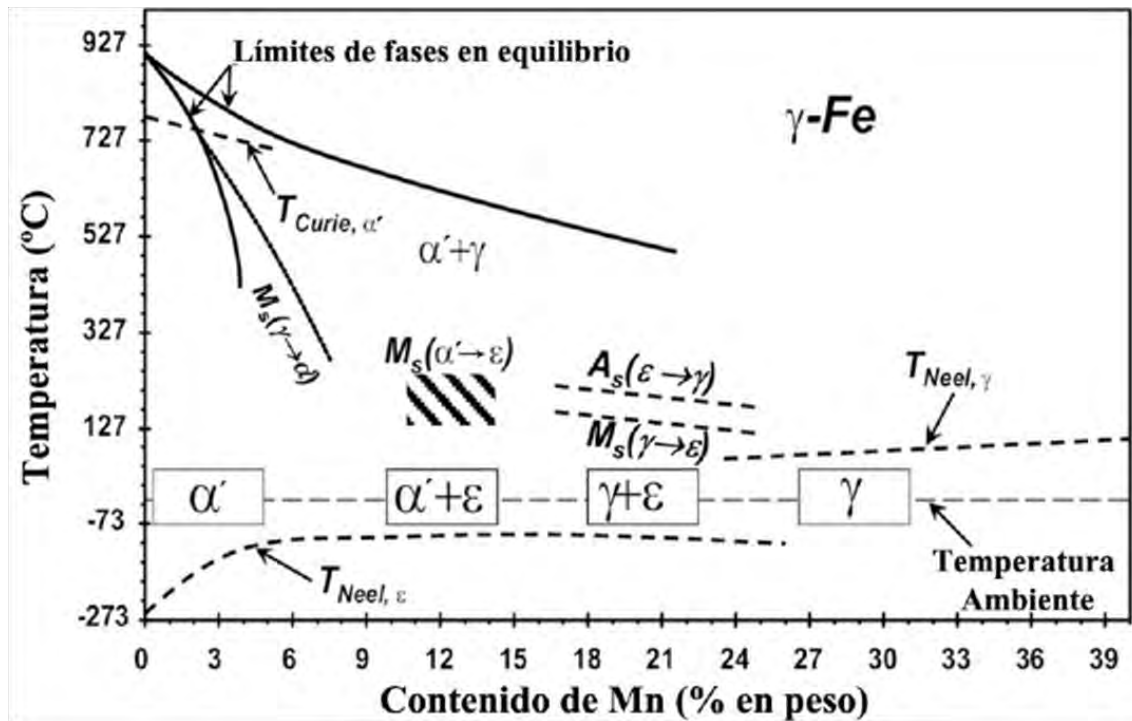


Figura 1.3. Diagrama de fases metaestable del sistema Fe-Mn [49].

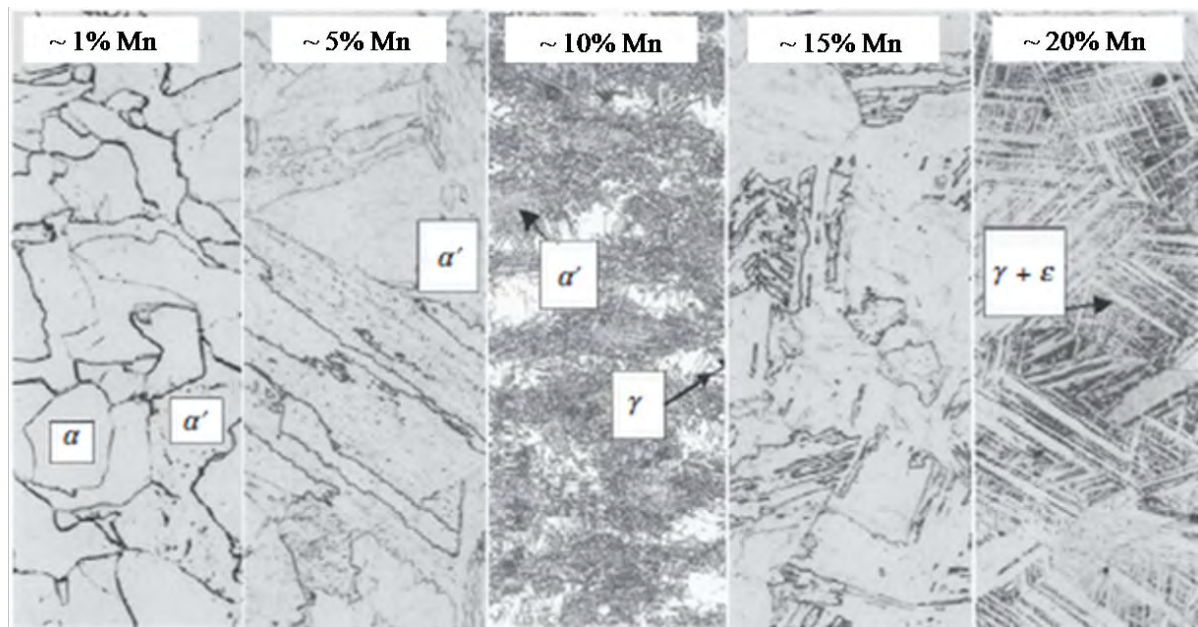


Figura 1.4. Microestructuras formadas en el sistema binario Fe-Mn [49].

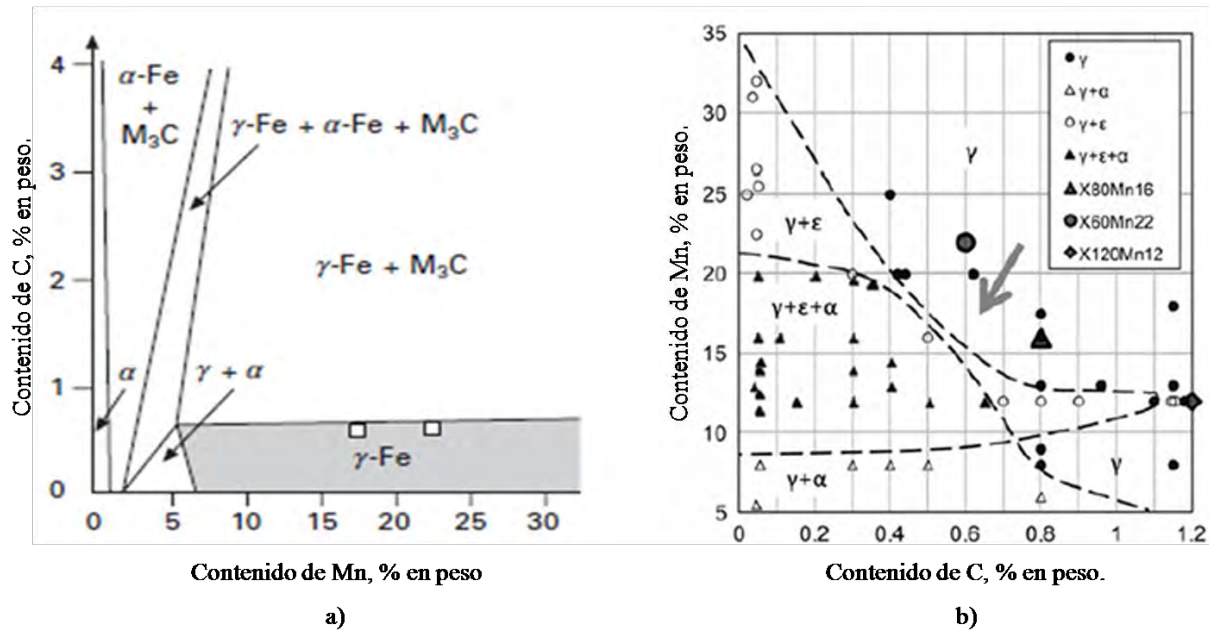


Figura 1.5. a) Campo rico en Fe del diagrama de fases en equilibrio del sistema Fe-Mn-C a 700 °C mostrando la estabilidad de la fase austenítica en color gris [49] y b) Nuevo diagrama de fases mostrando los campos de la austenita metaestable [50].

Un enfoque alternativo para obtener aceros TWIP radica en el concepto químico que implica adiciones de Al y Si para controlar la EFA. Al respecto, Mesquita y colaboradores [50] han propuesto un nuevo diagrama donde muestran el área de la austenita metaestable en función de los elementos químicos descritos anteriormente, para así determinar posibles cambios microestructurales durante el procesamiento térmico (ver figura 1.5b).

1.2.4 Estudio estructural de aceros TWIP mediante difracción de rayos-X.

El ensayo de difracción de rayos-X se utiliza como un método de análisis de la microestructura, que permite distinguir las fases presentes en un material, donde algunas de las cuales no pueden diferenciarse mediante otras técnicas (por ejemplo, las ópticas). El fundamento teórico de esta técnica se basa en los diferentes ángulos de difracción que presentan las diferentes estructuras cristalinas en virtud de sus distancias interplanares características.

La figura 1.6a muestra la microestructura de un acero TWIP de composición base Fe-18%Mn-0.6%C. La estructura observada es únicamente de la austenita, con relativamente granos burdos, que

frecuentemente contiene maclas. Los resultados de la difracción de rayos-X (**figura 1.6b**) ilustran el hecho de que este acero TWIP no transforma a martensita durante la deformación **[49]**.

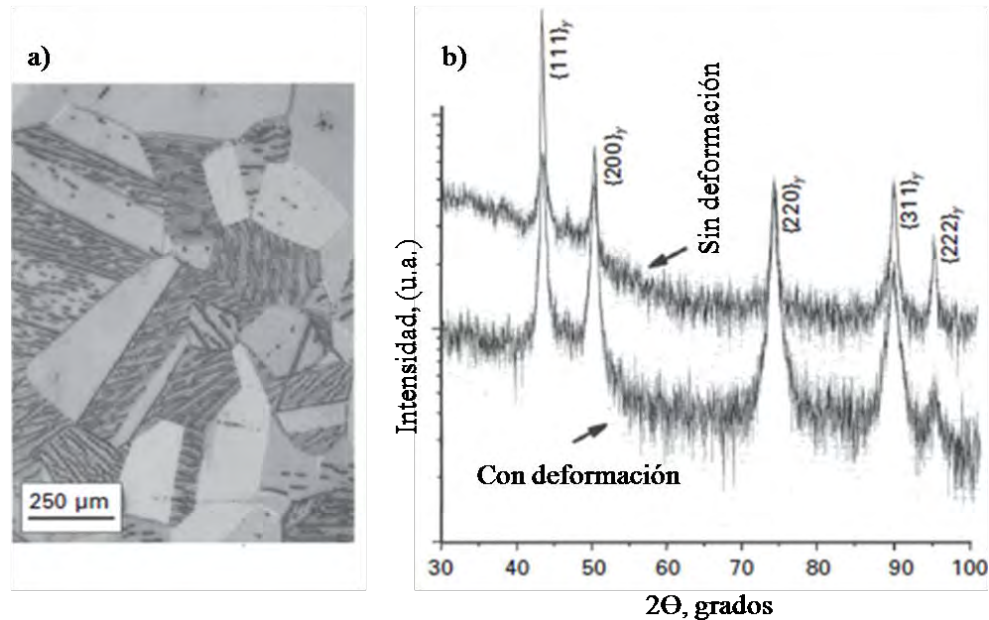


Figura 1.6. a) Metalografía obtenida por la técnica de coloración usando una solución 5% CuCl₂, 47.5% HCl y 47.5% de etanol y, b) Patrones de difracción para un acero TWIP sin deformar y deformado **[49]**.

1.3 Fabricación y procesamiento de aceros TWIP.

1.3.1 Fusión.

Desde el punto de vista experimental, los hornos de inducción gradualmente han llegado a ser los más ampliamente usados para fundir hierros, aceros y aleaciones no ferrosas. La clave para su total aceptación ha sido el excelente control metalúrgico acoplado con su relativa fácil operación **[51]**, es decir, es limpio y eficiente desde el punto de vista energético. Uno de los principales inconvenientes de emplear estos hornos es la limitada posibilidad de refinamiento; la carga de materiales debe de estar libre de productos oxidantes y además debe ser de composición química conocida, pudiéndose presentar el caso en que algunas aleaciones o elementos se pierdan debido a la oxidación, siendo necesario añadirlos nuevamente al baño.

El X-IP1000 es el nombre comercial de los aceros TWIP que comercializan actualmente las empresas Arcelor y TKS, manteniendo en secrecía su ruta productiva. Sin embargo, otros fabricantes están en el mercado [52]; empresas como Salzgitter AG y Mannesmann-Demag AG Metallurgy, Thyssen-Krupp Stalh AG y MEFOS han desarrollado plantas piloto para la investigación y desarrollo del proceso productivo; proceso que seguramente será mejorado en los próximos años, dada la apuesta hecha por este tipo de aceros (ver **figura 1.7**). El procedimiento de fabricación es en continuo, sistema DSC (Direct Strip Casting), una cinta transportadora arrastra el líquido a una atmósfera inerte, produciéndose el primer enfriamiento, tras lo cual, se enfría hasta la temperatura de laminado, llegando mediante un sistema de transporte a un sistema de laminación, y acabando en bobinas con espesores de chapa de 10 a 15 mm. Este sistema se caracteriza por hacerse un solo calentamiento, el de la colada.

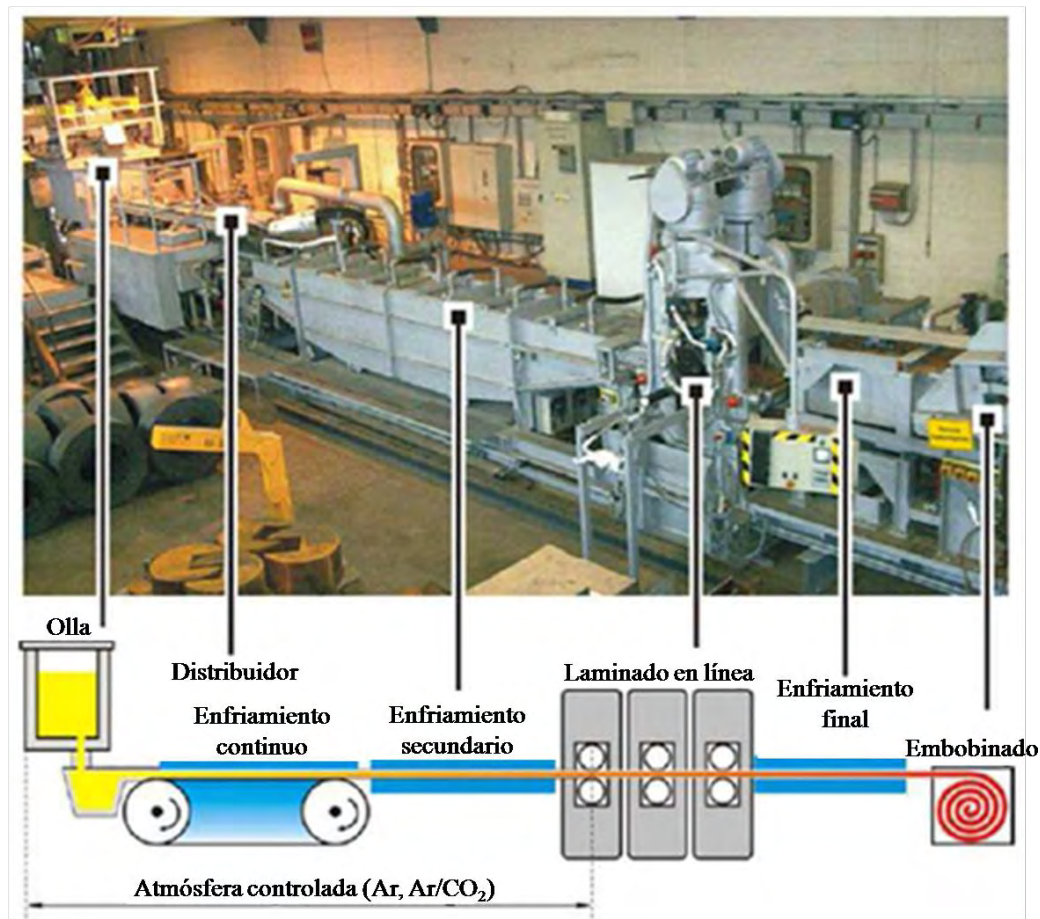


Figura 1.7. Planta piloto de producción de acero TWIP [52].



1.3.2 Solidificación.

La estructura de solidificación de aceros con alto contenido de Mn es controlada por las condiciones de colada, involucrándose la adición de los elementos de aleación y microaleación, temperatura de colada, cantidad de masa a colar, características de los moldes, etc. En estas condiciones, el control de la temperatura de vaciado es uno de los aspectos más importantes para controlar la estructura de grano de las fundiciones de acero con alto contenido de Mn. Así, las aleaciones solidifican generalmente en un intervalo de temperaturas; el rango exacto depende de la composición de la aleación. El inicio de la solidificación es con la formación de una delgada película uniforme que está en contacto con las paredes del molde, debido a un enfriamiento brusco, formándose espontáneamente muchos cristales más o menos equiaxiales como consecuencia de una nucleación heterogénea. Debido a la caída de temperatura y velocidad de enfriamiento más lenta en el metal aun líquido, la solidificación progresa por crecimiento de cristales columnares perpendiculares a las paredes del molde. El crecimiento sólo puede progresar en tal dirección normal a las paredes, es decir, hacia el líquido residual, porque en otras direcciones impiden el crecimiento de cristales similares adyacentes que crecen en las mismas condiciones. La solidificación se completa por el crecimiento de los cristales columnares, donde estos llegan a encontrarse en el centro del molde. En otras ocasiones, puede llegar un momento en el que la temperatura del metal líquido residual sea lo suficientemente baja para que solidifique antes de completarse el crecimiento de los cristales columnares, originándose de nuevo en el centro del molde granos equiaxiales.

1.3.2.1 Efecto de la velocidad de enfriamiento.

Durante la colada ocurre transferencia de calor desde el metal líquido hasta las paredes del molde, donde la temperatura disminuye hasta disiparse a los alrededores. El proceso involucra tres estados sucesivos [53]: a) El enfriamiento del metal líquido, b) La solidificación y, finalmente, c) El enfriamiento del metal sólido. La velocidad de enfriamiento puede ser un indicador de la calidad del material. Áreas de la fundición que enfrían rápidamente generalmente tienen una estructura de grano más favorable, con una menor deposición de compuestos parcialmente solubles en los límites de grano. Por lo tanto, estas áreas tienden a tener mejores propiedades tales como resistencia, alargamiento y dureza. Aquellas áreas de la fundición que enfriaron más lentamente generalmente



tienden a empobrecer las propiedades del material, además de que se favorece la segregación [54,55].

1.3.2.2 Crecimiento y tipos de austenita dendrítica.

El crecimiento de un cristal en el seno de una aleación líquida tiene lugar por un proceso dendrítico (ver **figura 1.8**), que es la consecuencia de que las velocidades de crecimiento son diferentes en cada una de las direcciones cristalográficas. La fase sólida comienza a formarse sobre una serie de núcleos orientados al azar y el crecimiento de estos núcleos se realiza a distintas velocidades en las diferentes direcciones, manifestándose este hecho porque en las etapas intermedias existe un esqueleto cristalino que semeja mucho en su forma arborescente a una hoja de helecho [56]. Al progresar la solidificación, los intersticios que quedan entre las ramas dendríticas se llenan de metal líquido y, el conjunto forma un grano, cuya forma externa está determinada por su contacto con otros igualmente formados en el proceso de la solidificación. Los granos así formados, cuando se trata de aleaciones complejas como es el caso del acero TWIP, no son químicamente homogéneos. El metal que solidifica últimamente en los intersticios de las dendritas y entre las distintas dendritas en crecimiento es rico en ciertas concentraciones de algunos elementos (principalmente Mn), a diferencia que el metal solidificado inicialmente para formar las dendritas.

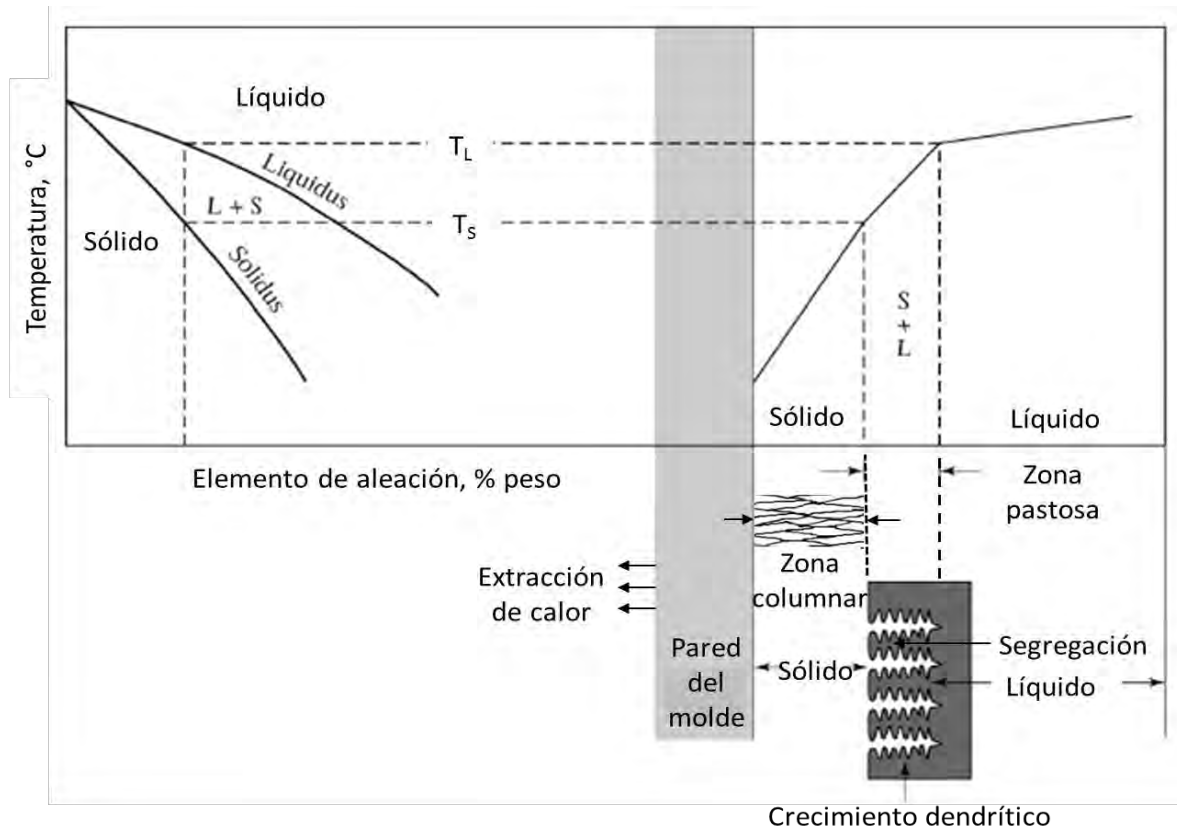


Figura 1.8. Representación esquemática de la solidificación y distribución de temperatura de una aleación binaria [57].

Núcleos de austenita primaria se forman primero en las paredes del molde. Cuando el sobreenfriamiento es mayor que el demandado para la nucleación de la austenita, la nucleación inicia. El enfriamiento constitucional promueve el proceso de nucleación. La fluctuación de la temperatura y el flujo del líquido causa el desprendimiento de algunas dendritas, las cuales flotan dentro del líquido y crean la propagación de cristales, sirviendo como nuevos sitios de nucleación de la austenita. En el estado de no-equilibrio, debido a la diferencia de soluto existente en el frente de solidificación, el gradiente de soluto en frente de las aristas o esquinas de un poliedro es relativamente grande, y la velocidad de difusión de soluto es rápida. Así, la velocidad de crecimiento en las aristas es más rápida que en una cara, por lo que el poliedro gradualmente crece en una morfología tipo estrella, ramificándose después y formando una dendrita [58] (ver figura 1.9). Los procesos de crecimiento de los ejes cristalográficos primario, secundario y terciario son: en el comienzo del estado de crecimiento, el rápido crecimiento en las puntas del octaedro consistiendo de planos (001) y permitiendo la formación de una dendrita primaria. Debido a la naturaleza del

proceso de empaquetamiento en las cercanías del plano (001) y al enfriamiento constitucional del líquido cercano al cristal, proyecciones o protuberancias (los lugares originales de la dendrita secundaria) crecen y forman los ejes de la dendrita primaria periódicamente; después en ejes de cristales secundarios; después, terceros ejes cristalinos crecen sobre las dendritas secundarias. Dendritas secundarias y terciarias crecen a lo largo de la dirección [100] y perpendicularmente a cada uno. Así, es claro que el enfriamiento constitucional origina la morfología de la austenita desarrollada secuencialmente desde el plano cristalográfico en un cristal celular, después en una dendrita celular y finalmente en una dendrita [58].

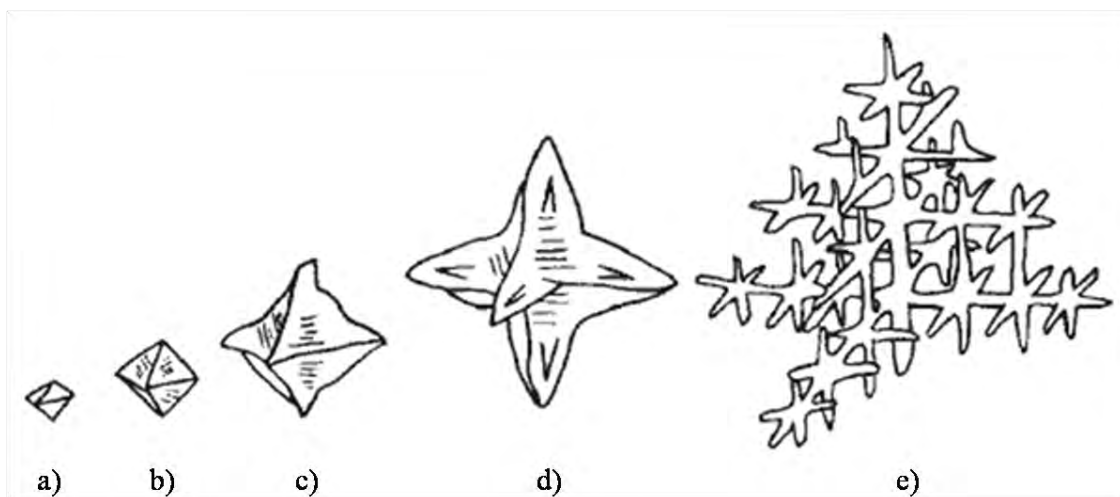


Figura 1.9. Desarrollo de un cristal octaédrico en una dendrita [58].

1.3.2.3 Segregación.

Como anteriormente se ha expuesto, las dendritas son el resultado de las características de cristalización; es por ello que la presencia de una estructura dendrítica suele indicar heterogeneidades químicas y de componentes no metálicos en el acero. Se da el nombre de segregación a las variaciones de composición química que se presenta en las aleaciones metálicas después de la solidificación [59]. En los lingotes siempre hay zonas con variaciones sensibles de composición. En ellas aparecen porcentajes de algunos elementos, que pueden ser mayores o menores que los valores medios que tenían las concentraciones de esos elementos en el estado líquido, dando lugar al denominado acorazado (coring), tal y como se muestra en la **figura 1.10**. La segregación dendrítica aparece debido al rápido enfriamiento donde la difusión atómica no es lo suficientemente rápida para alcanzar el equilibrio, dando lugar a un gradiente de concentración entre

los cristales, por consiguiente, la formación de una estructura acorazada es un proceso de no-equilibrio.

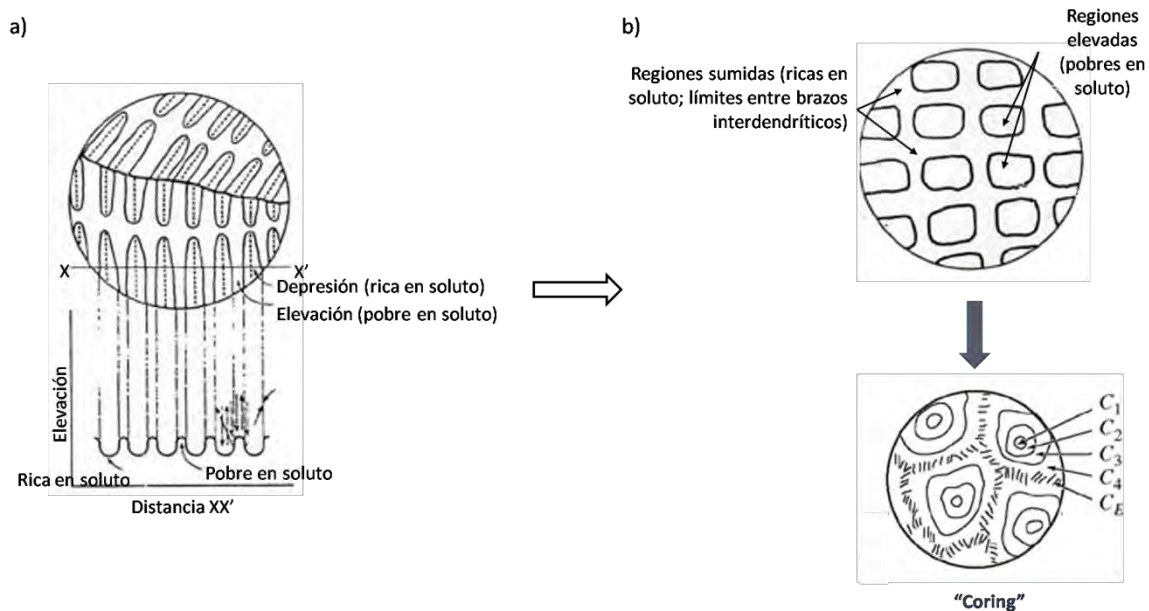


Figura 1.10. a) Ilustración esquemática de la topología superficial desarrollada cuando existe segregación dendrítica y, b) Apariencia en el corte de un plano de un brazo dendrítico [60].

1.4 Mecanismos de deformación plástica en aceros TWIP.

1.4.1 Energía de falla de apilamiento (EFA).

Es ampliamente aceptado que la energía de falla de apilamiento juega un importante papel en la ocurrencia del efecto TWIP: maclado del grano austenítico. Tal y como se muestra en la imagen de la **figura 1.11**, es esencial que la EFA esté dentro de un rango específico de entre 10-40 mJ/m² para la ocurrencia de la deformación inducida por maclado, pudiéndose observar así el maclado mecánico [49]. Cuando el valor de la EFA es bajo, es fácil crear fallas de apilamiento, volviéndose más difícil el deslizamiento cruzado de dislocaciones y, favoreciéndose, por lo tanto, el mecanismo de deformación por maclaje [23,61]. Una falla de apilamiento se entiende como un error en la secuencia de apilamiento de los átomos que definen una estructura; así, la falla de apilamiento en la estructura FCC del acero TWIP se debe a un error que existe en la secuencia de apilamiento de los planos de mayor compactación, cambiando de ABCABCABC a ABCACBCAB [62]. Ya que cualquier imperfección en la red cristalina incrementa la energía interna en el lugar donde se localiza el defecto. Así, las fallas

de apilamiento tienen una energía característica por unidad de área, llamada energía de falla de apilamiento (EFA) [63]. La EFA puede ser controlada por dos parámetros en específico, la composición química y la temperatura [35], tal y como se especifica en la **figura 1.12**.

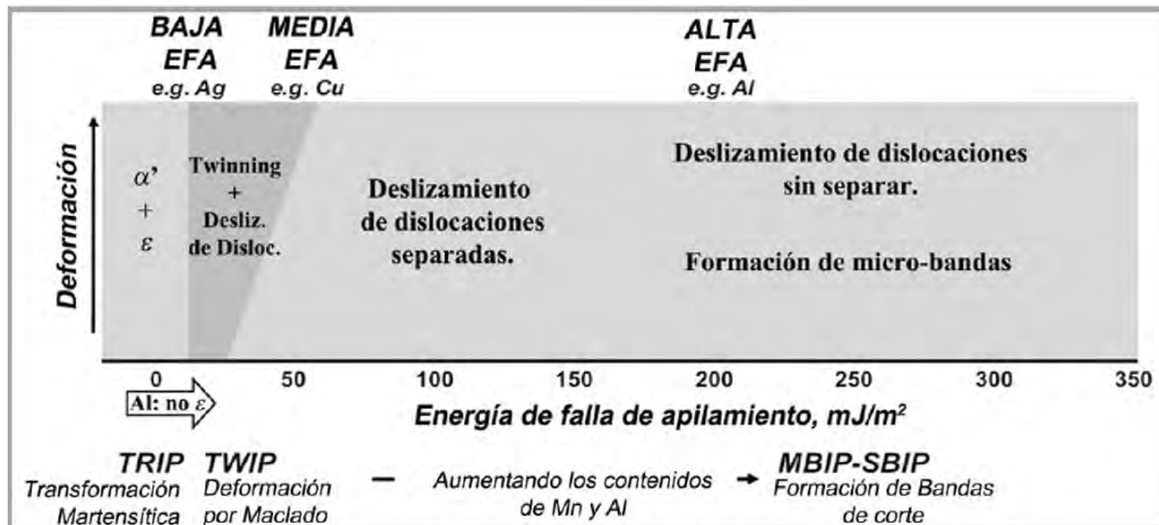


Figura 1.11. Representación esquemática que muestra la relación entre la EFA y el mecanismo de deformación activado en metales y aleaciones FCC [49].

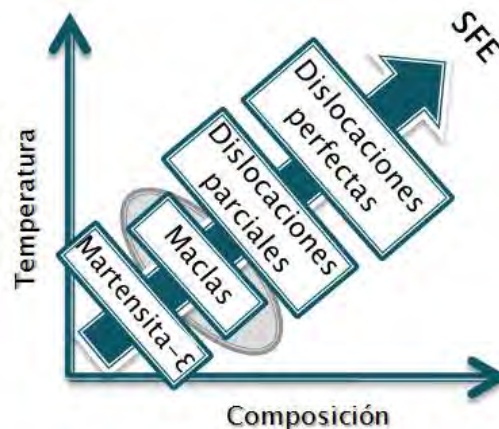


Figura 1.12. Representación de la influencia de la EFA sobre las características de deformación de la austenita [35].

1.4.2 Deformación por maclado.

En general, la excelente capacidad de endurecimiento local de los aceros TWIP está relacionada principalmente a su estructura de una sola fase y a su capacidad de deformar por maclaje. Esta particularidad en las propiedades mecánicas resulta del tipo de mecanismo de deformación que se

desarrollan en este tipo de aleaciones: maclado de grano austenítico. El maclado mecánico y la transformación de la martensita ϵ son los dos mecanismos competitivos con los mecanismos de deslizamiento de dislocaciones durante la deformación de los aceros austeníticos. La deformación por maclado involucra un esfuerzo cortante de una magnitud específica, con lo cual se reorienta una parte de la red cristalina con respecto a la restante [64], de tal manera que estas dos regiones del cristal forman una imagen especular en el plano del borde de macla debido a que los átomos se desplazan de su posición natural. La macla es el plano que separa las dos partes desorientadas del grano (ver figura 1.13).

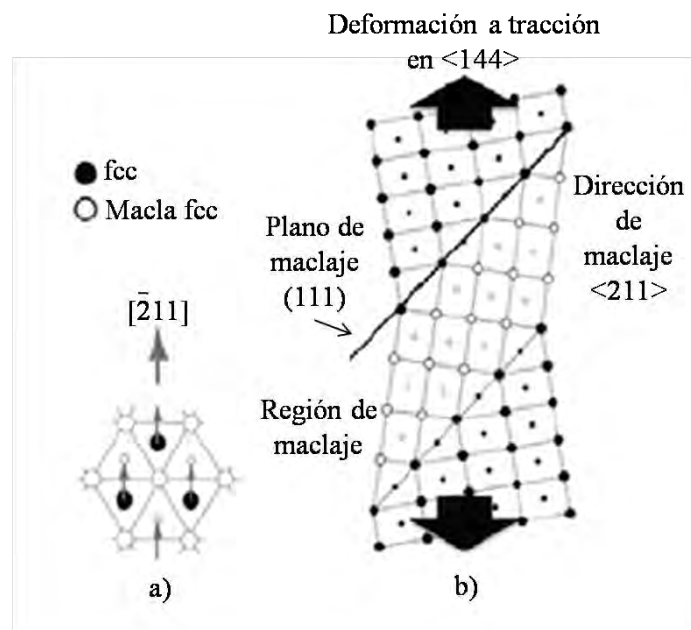


Figura 1.13. Movimientos atómicos en la deformación por maclado en estructuras FCC por efecto de una carga a tracción: a) Vista desde el plano (111) y b) Vista desde el plano (011) [65].

Cuando un metal macla, la red dentro de la macla se realinea con frecuencia dentro de una orientación de planos deslizantes, los cuales se pueden alinear más favorablemente con respecto a los esfuerzos aplicados para el deslizamiento. La macla se forma por rotación de cada átomo en el área deformada alrededor de un eje, a través de su centro y perpendicular a un plano de simetría llamado plano de maclaje.

La deformación por maclado causa un alto valor de endurecimiento instantáneo (valor n) mientras la microestructura se vuelve más fina [66]. Los límites de macla resultantes actúan como límites de



grano y refuerzan al acero. El valor de n se incrementa a valores de 0.4 en aproximadamente un 30% de deformación y permanece constante hasta un valor de alargamiento de alrededor un 50%. Al mismo tiempo, el acero se endurece sin presentar signos de fractura, resistiendo grandes cargas tensiles y pudiendo soportar alta deformación de su longitud original sin fracturarse.

Un dato muy importante de mencionar es el hecho de que a elevadas temperaturas el maclado se reduce, sin embargo, el deslizamiento de dislocaciones siempre es uno de los mecanismo dominantes durante la deformación plástica [67,68]. De acuerdo a Steinmetz y colaboradores [69], la temperatura claramente retrasa el inicio del maclaje y simultáneamente baja el esfuerzo de fluencia, incrementándose de aniquilación de dislocaciones a través del trepado, e incrementándose la EFA, la cual en turno incrementa el esfuerzo crítico necesario para iniciar la deformación por maclado. Estos investigadores también determinaron que a elevadas temperaturas el esfuerzo cortante efectivo nunca alcanza el esfuerzo crítico para el maclado. Este cambio influye directamente sobre la evolución de la microestructura, textura, endurecimiento por deformación y las propiedades mecánicas [70].

1.5 Tratamiento termo-mecánico de aceros TWIP.

Una de las herramientas factibles para asegurar las propiedades y para mejorar la calidad de los productos de acero es a través del procesamiento termo-mecánico [71]. El procesamiento termo-mecánico es una combinación sofisticada de operaciones de deformación bien establecidas y tratamientos térmicos bien definidos [72] en una sola etapa de la producción para controlar la microestructura del material, y considerada generalmente como una etapa de manufactura final [73]. 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.

1.5.1 Deformación en caliente.

Los aspectos más importantes en el comportamiento mecánico de los metales son la ductilidad y la resistencia. Ambas propiedades son fuertemente dependientes de la temperatura; en general, la resistencia disminuye y la ductilidad se incrementa al aumentar la temperatura. 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. Sin embargo, 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 [74].

1.5.1.1 Endurecimiento por movimiento de dislocaciones.

La resistencia mecánica de un material está determinada por la facilidad con que esta deforma plásticamente, es decir, por la movilidad que tengan las dislocaciones durante su deslizamiento en el proceso de deformación [75]. Así, durante la deformación la densidad de dislocaciones aumenta por lo que la distancia media entre dislocaciones disminuye, aumentando así la probabilidad de que interactúen entre sí, por una interacción repulsiva debido a la presencia de otras dislocaciones. Esto implica que toda restricción al movimiento de dislocaciones conducirá a un incremento de la resistencia del material. Debido a que el mecanismo principalmente involucrado durante la deformación a altas temperaturas del acero TWIP, es el deslizamiento de dislocaciones. Cuando los materiales metálicos son deformados se crean dislocaciones y conforme prosigue la deformación, éstas se mueven a través de sus planos de deslizamiento. La interacción entre sistemas de deslizamiento, límites de grano o cualquier obstáculo circunstancial bloquea el deslizamiento y crea acumulación de dislocaciones. Esta secuencia de creación y bloqueo continúa hasta que las dislocaciones poseen energía suficiente para sortear dichos obstáculos mediante el denominado deslizamiento cruzado [76-78].

El endurecimiento por deformación es puesto de manifiesto como consecuencia de que una fracción de las dislocaciones móviles que produce la deformación, no aflora a la superficie, no se absorbe en los límites de grano y no se aniquilan entre sí. Por el contrario, se almacenan en el cristal e interactúan entre ellas y con barreras que impiden su movimiento a través de la red cristalina para fomentar nuevos obstáculos. Además del tipo de red cristalina, existen otros factores que influyen en el endurecimiento por deformación (puesto de manifiesto en la curva esfuerzo-deformación) [79]:



- i. La energía de falla de apilamiento. Parámetro intrínseco del material, definido como la permeabilidad de un material al movimiento de dislocaciones en su red cristalina y, al mismo tiempo, la capacidad para generarlas y disociarlas.
- ii. Pureza del material.
- iii. Orientación del material.
- iv. Temperatura y velocidad de deformación.

Para temperaturas superiores a $0.5T_m$, tiene lugar el deslizamiento de granos y procesos de fluencia controlados por difusión, como el deslizamiento y escalado de dislocaciones. Esto último también puede ocurrir en el rango intermedio de temperaturas y si bien su contribución al endurecimiento por deformación no puede ser significativa, si lo es en los procesos de restauración y recristalización.

1.5.1.2 Endurecimiento por solución sólida.

En las soluciones sólidas la presencia de átomos de soluto por lo general crea distorsiones elásticas en la red de átomos del disolvente debido a la diferencia de tamaños entre ellos. Estos campos de deformación interactúan con las dislocaciones, de manera que mutuamente se ejercen fuerzas entre dislocaciones y átomos de soluto. Las interacciones tienden a disminuir la energía del sistema, por lo que se incrementa la tensión requerida para seguir moviendo la dislocación fuera del campo de deformación generado por el átomo de soluto. Esta reducción en la movilidad de las dislocaciones y el consecuente incremento de la tensión es lo que provoca el endurecimiento del material. Sin embargo, la diferencia de tamaños entre átomos de soluto y de disolvente no es la única causa del endurecimiento en las soluciones sólidas. Se conoce que las interacciones eléctricas y químicas entre átomos de soluto y del disolvente, o sus diferentes módulos elásticos suponen una restricción adicional al movimiento de las dislocaciones [74,75,95].

Los límites de grano representan un obstáculo muy efectivo al movimiento de las dislocaciones, ya que al ser una zona de desajuste atómico que acomoda las diferencias de orientación cristalográfica entre granos adyacentes, se interrumpen los planos de deslizamiento. Así, durante la deformación las dislocaciones se detienen al llegar al límite de grano, acumulándose e incrementando la tensión necesaria para continuar con la deformación. Con la disminución del tamaño de grano aumenta la fracción de superficie de límite de grano por unidad de volumen, de manera que aumenta el número



de obstáculos a las dislocaciones y en consecuencia la resistencia del material. En este sentido, se han obtenido relaciones de proporcionalidad entre el límite elástico de un material y su tamaño de grano. De estas relaciones la más conocida y empleada es la de Hall-Petch, válida para un amplio rango de materiales y de tamaños de grano. Físicamente la relación de Hall-Petch ha sido interpretada considerando que las dislocaciones se apilan al llegar a un límite de grano hasta crear una concentración de tensiones lo suficientemente alta como para provocar la emisión de dislocaciones al otro lado del límite de grano. De esta manera, el comienzo de la deformación plástica en granos adyacentes estará determinada por la resistencia del límite de grano, su capacidad para emitir dislocaciones y la cantidad de dislocaciones apiladas creando una concentración de tensiones [74].

Las partículas de segunda fase dispersadas en la matriz del material pueden contribuir notablemente al endurecimiento, incluso si su fracción en volumen es baja [74]. Como se ha comentado, el endurecimiento se produce por la restricción del movimiento de las dislocaciones, por lo que el grado de endurecimiento estará influenciado por factores como el tamaño y forma de la partícula, la distancia entre ellas, la naturaleza de la intercara partícula-matriz y la dureza de dichas partículas. Usualmente cuando las partículas se producen a partir de la descomposición de una solución sólida supersaturada, poseen una intercara que inicialmente es coherente con la matriz y a medida que las partículas van creciendo éstas van perdiendo la coherencia con la matriz y la intercara se vuelve incoherente [75]. Cuando las partículas son pequeñas y coherentes con la matriz tienden a ser cizalladas por las dislocaciones, elevando así la tensión necesaria para mover las dislocaciones. En cambio, cuando las partículas son más grandes y no coherentes con la matriz, se convierten en barreras impenetrables, que las dislocaciones sólo pueden contornear con cambios considerables en su curvatura, incrementándose aún más con este mecanismo la tensión necesaria para mover a las dislocaciones. Sin embargo, esto no implica que partículas más grandes invariablemente conduzcan a un mayor endurecimiento, ya que para una fracción en volumen constante de partículas, el crecimiento de las mismas conduce a un aumento de la distancia interparticular. Es importante mencionar que cuando las partículas son nanométricas, es bastante difícil comprobar si las partículas son cizalladas o contorneadas, así como el tamaño límite en que el mecanismo cambia y será necesario aplicar ambos ciertos modelos para conocer la tensión mínima necesaria para que las dislocaciones superen los precipitados durante su deslizamiento.

1.5.2 Mecanismos de ablandamiento.

1.5.2.1 Recuperación dinámica (DRV).

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 1.14**). 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 [80]. Todo esto da lugar a la fluencia en estado estable, es decir, se genera la misma cantidad de dislocaciones que las que se aniquilan, desarrollándose una subestructura estable. 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 [81].

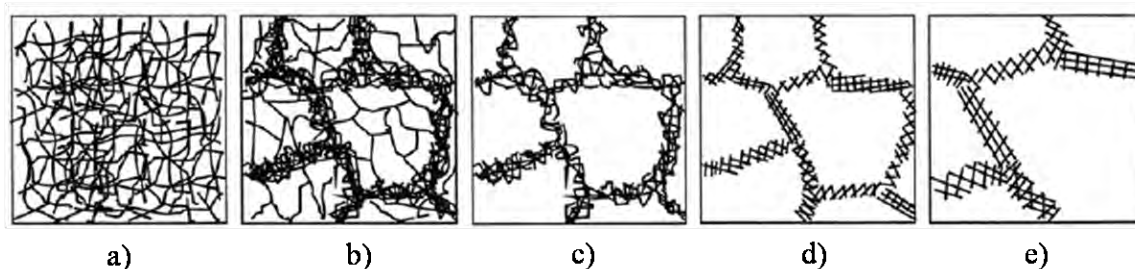


Figura 1.14. Representación de las diferentes etapas de la recuperación dinámica: a) Generación de dislocaciones, b) Formación de celdas, c) Aniquilación de dislocaciones, d) Formación de subgranos y, e) Crecimiento de granos [81].

Los cambios microestructurales que ocurren durante la recuperación afectan a 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 [82]. El aumento de la temperatura promueve los procesos térmicamente activados, tales como el deslizamiento cruzado y trepado de las dislocaciones, por lo que las dislocaciones se desbloquean e interaccionan con otras (interacción de largo alcance). A

través del trepado las dislocaciones pueden dejar sus planos de deslizamiento para organizarse en arreglos o patrones energéticamente más favorables, es decir, pueden aniquilarse mutuamente o dejar el cristal por completo [83]. Durante las etapas iniciales de la deformación, debido al incremento de tensión, las dislocaciones interactúan y se multiplican. A medida que la densidad de dislocaciones aumenta (fuerza motriz), la cinética de recuperación dinámica (DRV) también aumenta y durante este período se forma se forma una subestructura de límites de bajo ángulo y de subgranos [84]. Esta formación también es conocida como poligonización (ver **figura 1.14**). 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 [85]. 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 1.15**).

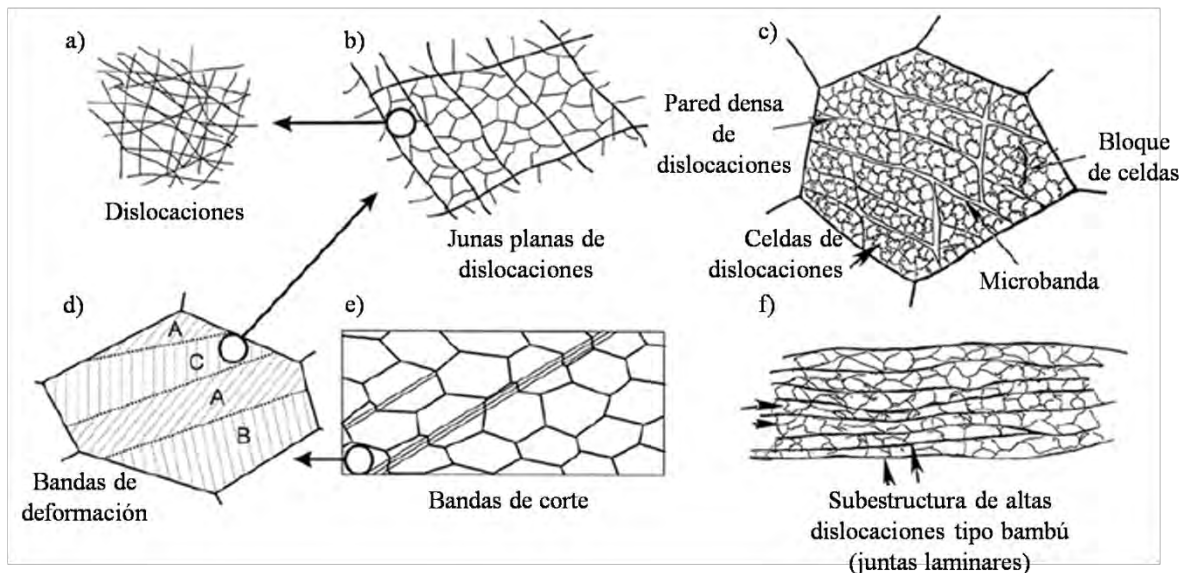


Figura 1.15. Jerarquía de microestructuras en metales policristalinos deformados por deslizamiento:

- 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 [84-88].

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. Así, una vez que se establece la recuperación se puede contrarrestar el efecto de endurecimiento por deformación y la curva de esfuerzo-deformación verdadera llega a ser horizontal, tal y como se muestra en la **figura 1.16**.

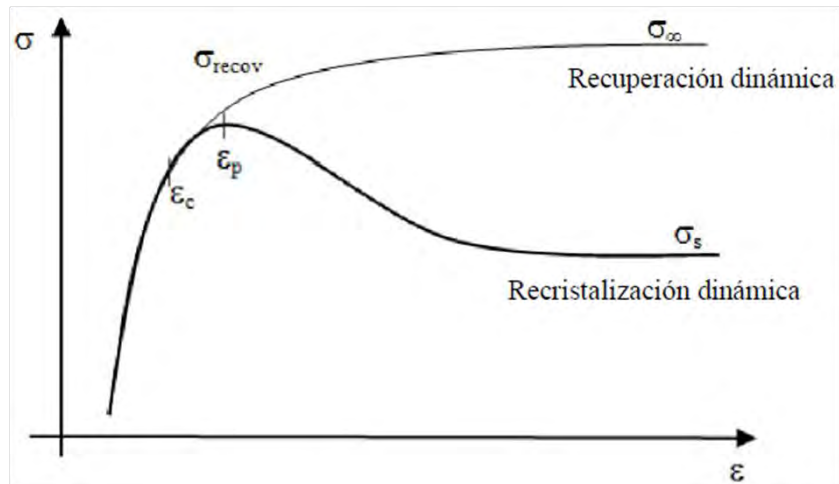


Figura 1.16. Curva esfuerzo-deformación verdadera mostrando la recuperación dinámica y recristalización dinámica [82].

1.5.2.2 Recristalización dinámica (DRX).

La formación de nuevos granos libres de deformación a partir de materiales deformados es llamada recristalización [81]. La recristalización ocurre mediante una nucleación de granos libres de deformación y su crecimiento en la cual se consume a la microestructura deformada. 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. Estas fronteras de ángulo grande actúan como fuentes de dislocaciones conforme migran a través del material, resultando simultáneamente en el consumo de la matriz deformada y el crecimiento en la densidad de dislocaciones del material.

La recristalización dinámica provoca la eliminación de gran número de dislocaciones por la migración de límites de grano, lo que a su vez da lugar a un proceso de fluencia estable. Aunque en esencia, la recristalización estática y dinámica producen un ablandamiento en el material, deben de analizarse como fenómenos separados. En la **figura 1.17** se esquematiza la diferencia entre la recristalización estática que se produce luego de las operaciones de conformado, produciéndose nuevos granos libres de dislocaciones que a continuación crecerán; 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, de ahí que los efectos de endurecimiento por

deformación queden compensados por los de la recristalización y de nuevo se sature la resistencia del material.

La evolución de la recristalización, con el tiempo, 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 (ver figura 1.17d). Esta representación presenta generalmente una forma sigmoïdal 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 [81].

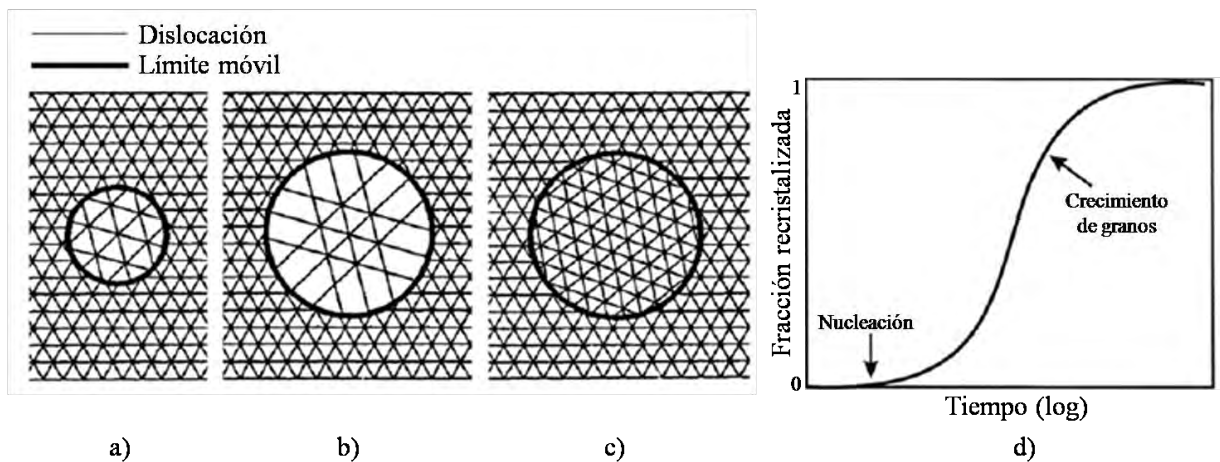


Figura 1.17. Esquema de la recristalización diferenciando: a) La formación de un núcleo de recristalización, b) El crecimiento de un grano estáticamente recristalizado, c) El crecimiento de un grano dinámicamente recristalizado y e) Cinéticas de la recristalización [81].

El desarrollo de la microestructura durante la recristalización depende de 2 factores [82]: la cinética de nucleación y la cinética de crecimiento de los núcleos. El crecimiento de los núcleos durante la recristalización se acepta como un producto de la movilidad de la frontera de grano y la presión para recristalización se origina a partir de la alta densidad de dislocaciones de la estructura deformada. El crecimiento o velocidad del frente de recristalización depende no sólo de la fuerza motriz sino también de la movilidad de la frontera de grano a través del frente de recristalización.



La recristalización requiere que se lleven a cabo las siguientes consideraciones [89]:

- i. Se requiere una cantidad mínima de deformación para iniciar la recristalización. Esto ayuda a establecer una densidad de dislocaciones mínima para poder crear un núcleo.
- ii. Mientras la deformación sea mayor, se requiere una menor temperatura para iniciar la recristalización.
- iii. Incrementando la temperatura del tratamiento de recocido disminuye la temperatura de iniciación.
- iv. El tamaño final de grano disminuye con la cantidad de deformación e incrementa con la temperatura de deformación.
- v. Se requiere mayor deformación, a una temperatura y tiempos dados, cuando el tamaño de grano original es más grande.
- vi. Se requiere una mayor deformación para producir una cantidad específica de endurecimiento al incrementar la temperatura de trabajo.

Por lo tanto, la recristalización dinámica (DRX) 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 DRX es reconocida como una herramienta muy poderosa aplicada al control microestructural y de las propiedades mecánicas de aleaciones metálicas sometidas a operaciones industriales de procesado. Sin embargo, al tiempo que la DRX ha sido estudiada y analizada bajo condiciones de laboratorio, industrialmente algunas incertidumbres persisten a la hora de considerar su influencia en operaciones de conformado en caliente [90].

1.5.2.3 Aproximación microestructural de la DRX [84].

Al examinar el origen de la recristalización, Rios y colaboradores [91] han descrito los modelos más aceptados en la nucleación u origen de la recristalización, tal y como sigue:

- i. Migración de límites pre-existentes de elevado ángulo. También conocido como mecanismo de migración del límite de grano inducido por deformación, SIBM (Strain Induced Grain Boundary Migration, por sus siglas en inglés), siendo este mecanismo conducido por las fuerzas motoras creadas como producto de las diferencias en la cantidad de energía almacenada. Este consiste en la migración de una fracción del límite de grano de alto ángulo

de desorientación hacia el interior de un grano más deformado generando detrás de él un área libre de dislocaciones como se muestra en la **figura 1.18a**.

- ii. Nucleación por migración de límites de ángulo pequeño. El modelo se basa sobre los fenómenos de poligonización donde regiones de bajas densidades de dislocaciones son rodeadas por sub-límites. Una vez que el sub-límite se ha formado, éste es capaz de crecer a expensas de sus vecinos mediante migración de límites de sub-grano asistida térmicamente. En este sentido, se producirá un descenso en la energía almacenada durante el recocido por medio de la eliminación y reordenación de los defectos microestructurales. El sub-límite móvil absorbe dislocaciones, aumentando su diferencia de orientación, su energía y movilidad, hasta que se transforma en un límite de elevado ángulo.

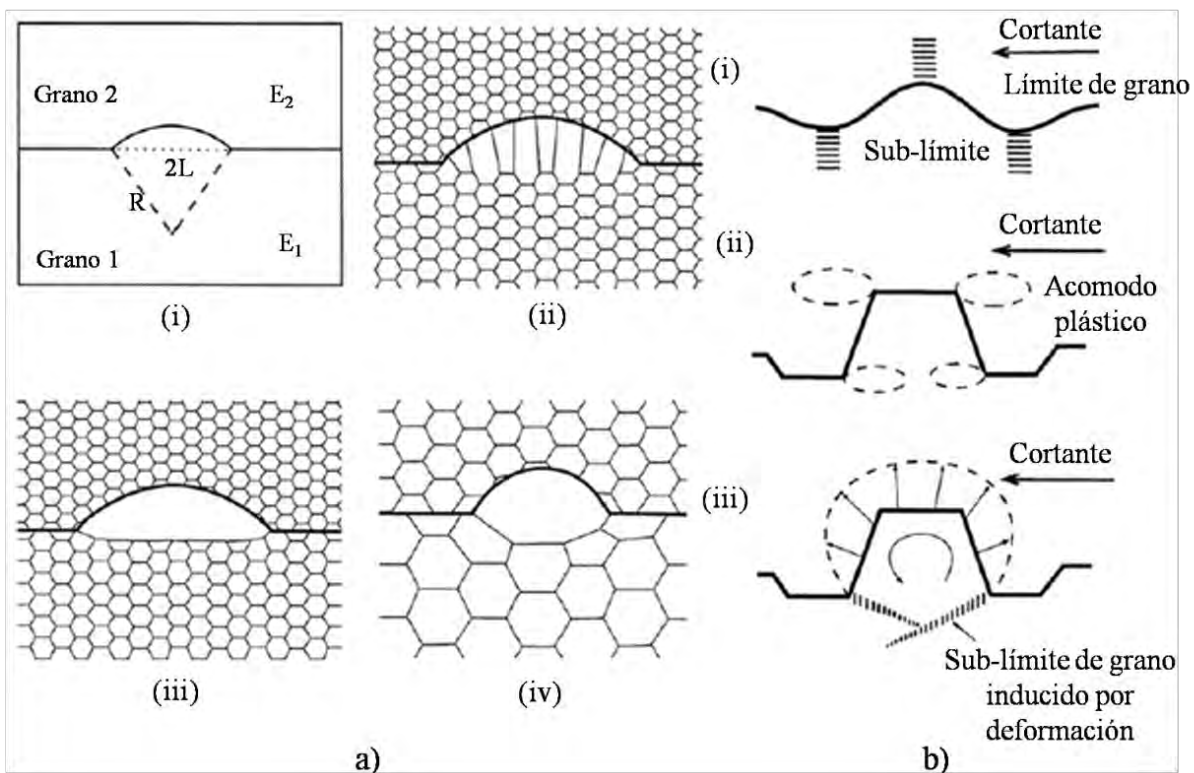


Figura 1.18. a-i) Mecanismo SIBM entre dos zonas de diferente energía; E1, baja energía almacenada, a-ii) Arrastre de la estructura de dislocaciones detrás del límite que migra, a-iii) El límite que migra es libre de la estructura de dislocaciones, a-iv) Formación del sub-grano por medio de SIBM y, b) Modelo de nucleación de la DRX [84].



- iii. Nucleación por coalescencia de sub-granos. Basado sobre la coalescencia de los granos adyacentes y el cual es equivalente a una “rotación”, provocando que redes cristalinas coincidan. Es un mecanismo que promueve el crecimiento de sub-granos, la desaparición de sub-límites (disminuyendo la energía almacenada) y cambia las diferencias de orientación entre un grupo que pasó por coalescencia y sus sub-granos vecinos. El aumento en la diferencia de orientación lleva a la aparición de un límite de ángulo elevado con capacidad de migración a alta velocidad, formando el núcleo de la recrystalización.

Por lo tanto, la recrystalización es en mucho un proceso rápido y el crecimiento de nuevos granos desde las péqueñas regiones presentes en la estructura, tales como sub-granos o celdas de dislocaciones. Los sub-granos deberían de tener una energía de ventaja, un tamaño largo, disponible para el crecimiento. Por lo tanto, para que la recrystalización 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 abnormal.

De acuerdo a Humphreys [92], no se ha encontrado que la rotación juegue un papel importante en el engrosamiento de sub-granos. Esta es una considerable suposición de que tanto el engrosamiento de sub-grano y la recrystalización desde sub-granos pre-existentes son controlados por la migración de límites de bajo ángulo. El engrosamiento de sub-grano en regiones con un gradiente grande de orientación es concebido como un mecanismo que origina la recrystalización [92]. Cuando un gradiente de orientación está presente en el material deformado y recuperado, los sub-granos crecen más rápidamente que aquellos dentro de un ambiente donde no existe un gradiente de orientación. El crecimiento rápido de sub-granos origina más desorientación, lo cual resulta en la creación de límites de alto ángulo y consecuentemente como núcleos.

En consecuencia, para que la recrystalización 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 recrystalización son los límites de grano [81,93] y los nuevos granos forman un “collar” alrededor de los granos deformados (ver **figura 1.19** y **figura 1.20**). 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 [81] (ver **figura 1.20**).

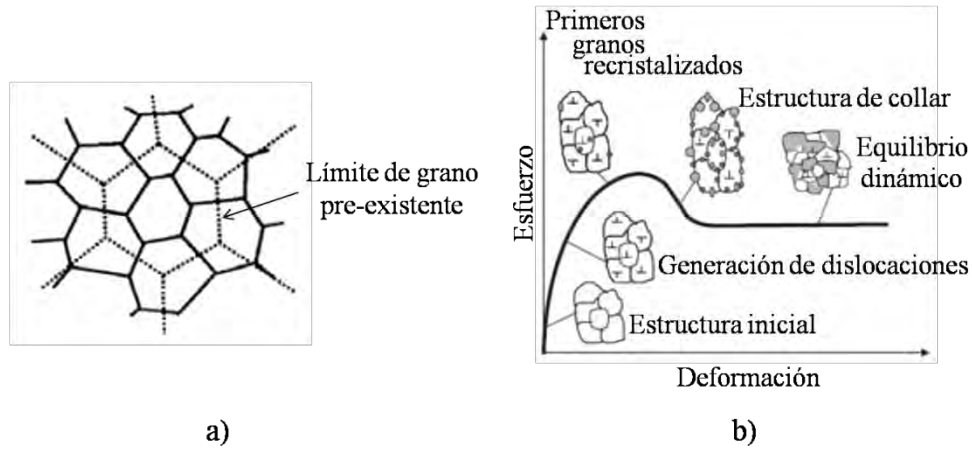


Figura 1.19. Evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente en una curva típica de fluencia en caliente [94].

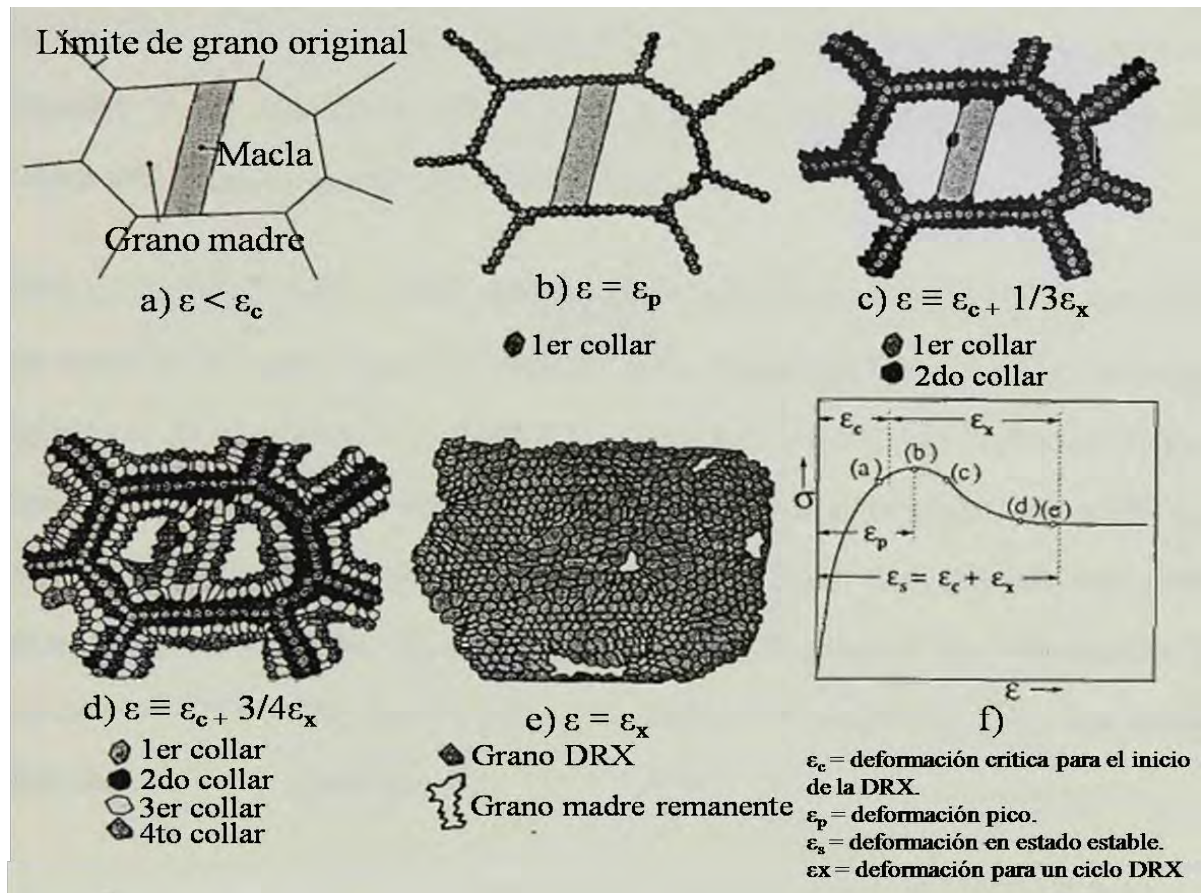


Figura 1.20. Representación esquemática del progreso de la DRX cuando el tamaño de grano es más pequeño que el original, de acuerdo a Sellars [93].



1.5.3 Solubilidad de los productos de precipitación en la austenita.

Es bien conocido que la adición elementos fuertes formadores de carburos tales como el Ti, Nb o V al acero tiene un efecto significativo sobre la resistencia y tenacidad si precipitan en la austenita con un tamaño específico. Estos elementos combinados con el carbono y el nitrógeno pueden precipitar como carburos o carbonitruros y, dependiendo del procesamiento termo-mecánico, pueden ser controlados hasta cierto límite basado en sus diferentes solubilidades en la austenita. Además, es claro que los carburos tienen substancialmente más solubilidad que los nitruros.

Un factor importante que afecta el grado de precipitación es la relación estequiométrica entre los carburos/nitruros. La composición estequiométrica permite la máxima cantidad de precipitación que ocurre en cualquier temperatura debajo de la temperatura de solubilidad. Además, está bien documentado que la solubilidad de los carburos/nitruros en la austenita es dependiente de la temperatura y el grado de precipitación aumenta en tanto la razón de los elementos microaleantes con el carbono o nitrógeno se aproxima al valor estequiométrico [96-98].

Se he mostrado que la composición de los precipitados cambia dependiendo de la composición química del acero. La presencia de los elementos de aleación y microaleación como el Al y el Ti, los cuales son fuertes formadores de nitruros, afectan el contenido de nitrógeno en la formación de otros compuestos, como los carbonitruros.

Por otro lado, el tamaño, forma y orientación de las partículas precipitadas dependen de la deformación de la matriz. Es por ello que los parámetros de red de los precipitados pueden variar extensamente dependiendo de la cantidad de carbono y/o nitrógeno. Además, la composición dburos y los carbonitruros también depende de las condiciones térmicas bajos las cuales se formaron. Nordberg y colaboradores [99] han indicado que en tanto la temperatura se incrementa los carbonitruros llegan a tener mayor contenido de nitrógeno, tal y como se esperarían debido a las relativas estabildades de los carburos y nitruros. En una temperatura en particular, en tanto el contenido de nitrógeno en los carbonitruros, su solubilidad en la austenita disminuye. En otras palabras, la solubilidad de los carburos en la austenita es más baja que la de los nitruros. También se ha revelado que los carburos y nitruros que no se disuelven en operaciones de recalentamiento y que están fuera de solución, pueden restringir el crecimiento de grano cuando la fracción volumétrica y el



tamaño de partícula alcanzan las condiciones críticas para anclarse en los límites de grano [100]. Sin embargo, para bajas fracciones de precipitados, donde los precipitados no están en solución antes de la deformación tienen poco efecto sobre la recristalización dinámica o estática [101-102].

La precipitación de compuestos en la austenita también puede ser acelerada por efecto de la deformación aplicada debido a la alta energía disponible para nuclear nuevos sitios de precipitación. Este tipo de fenómeno es llamado precipitación inducida por deformación. Este tipo de precipitados, que tienen un tamaño fino y que llegan a tener una alta fracción volumétrica, pueden significativamente retardar la recristalización debido a la supresión de la migración de los límites de grano.

Existen dos modelos que explican el mecanismo de retardo de la recristalización. Estos modelos contemplan el arrastre de soluto causado por los elementos microaleantes en solución y el efecto de anclaje de los límites de grano por efecto de la precipitación, sobre todo la inducida por deformación. Aunque existe evidencia que soporta el hecho de que los átomos disueltos pueden retardar la recuperación y la recristalización, el mayor efecto es atribuido a la precipitación antes del inicio de la recristalización de la austenita [103]. Entonces, el retardo de la recristalización por la adición de elementos microaleantes puede ser descrita en términos de la presencia de átomo soluto, precipitados o por la combinación de los dos mecanismos.

1.5.4. Retraso de la recristalización.

Fuertes formadores de carburos como Nb, V o Ti son adicionados al acero para modificar los procesos de recuperación en la austenita trabajada en caliente. Estos fuertemente retardan la recuperación y la recristalización, particularmente a las temperaturas finales de trabajado en donde la solubilidad de los elementos microaleantes es baja [104].

1.5.4.1 Efecto de los elementos soluto.

Los efectos del retraso de los elementos en solución sólida sobre la recristalización son atribuidos a la interacción entre la migración de dislocaciones y límites de grano y los átomos soluto. Así, los átomos soluto obstruyen el reacomodo de las dislocaciones y consecuentemente, las sub-celdas no pueden



formar rápidamente el núcleo y la recristalización es retardada. También ha sido reportado que la adición de elementos soluto puede bajar la EFA, permitiendo esto el retardo de los procesos de recuperación [105]. En los aceros HSLA se ha puesto mucha atención en estudiar el efecto de los elementos que entran en solución sólida. Cuddy [106] en un completo estudio con diferentes monoadiciones de microaleantes demostró que cantidades crecientes del elemento en solución sólida aumentaban la temperatura de fin de recristalización 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. Similares resultados han sido reportados por Jonas y colaboradores [107]. Todos los estudios muestran que el Nb tiene un efecto especialmente significativo en retrasar la recristalización, efecto que se aprovecha en mejorar el control de la recristalización. El efecto del retraso del Nb puede evaluarse no sólo en temperaturas, como lo hizo Cuddy, sino también en tiempos, como lo hizo Jonas, demostrando que la recristalización de la austenita microaleada con Nb tiene una cinética de casi dos órdenes de magnitud más lenta que la de la austenita sin microalea. Sin embargo, elementos como el Mn y Si no parecen tener una gran influencia directa en el retraso de la recristalización, por lo que a su efecto como elementos en solución sólida se refiere.

Yamamoto y colaboradores [108] y Cuddy [109] mostraron que el efecto de los átomos soluto disueltos sobre la recristalización aumenta con el incremento de la deformación de la red austenítica, lo cual también en turno afecta la interacción entre dislocaciones y átomos soluto. Así, el grado de retardo por los elementos soluto puede ser explicado por el grado de distorsión de la red. Desde este punto de vista, el efecto retardante de los elementos soluto sobre el comportamiento de ablandamiento de la austenita deformada se incrementa al incrementarse la diferencia entre los radios atómicos de los átomos soluto y los átomos solventes [110].

1.5.4.2 Efecto de la precipitación.

La recristalización puede ser retardada por efecto de la presencia de precipitados vía anclaje de los límites de grano o anclaje de dislocaciones individuales. Para que el anclaje de los límites de grano ocurra, la distribución de los precipitados debe de satisfacer los siguientes dos criterios:

- i. El tamaño de partícula y el espaciamiento debe de estar por debajo de valores críticos apropiados.



- ii. 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 los precipitados retrasa el inicio de la recrystalización por el anclaje de los límites de grano y dislocaciones, restringiéndose el crecimiento de grano. Los precipitados encontrados en la austenita pueden ser categorizados en tres tipos:

- i. Precipitados sin disolverse durante el recalentamiento.
- ii. Precipitados formados dinámicamente durante la deformación (precipitación dinámica).
- iii. Precipitados inducidos por deformación formados después de la deformación.

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, sub-límites de grano, sitios donde se desarrolla la deformación [108]. En la etapa final de la laminación en caliente, estos precipitados significativamente 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 [105]. Algunos otros estudios han mostrado los precipitados inducidos por deformación no son capaces de actuar como barreras cuando su tamaño excede un tamaño crítico [111]. En este caso, éstos pueden algunas veces incrementar la tasa de recrystalización al actuar como sitios de nucleación para la recrystalización [112].

En consecuencia, la existencia del efecto de arrastre de soluto de los elementos microaleantes sobre la recrystalización ha sido generalmente reconocida. Sin embargo, se ha mostrado que el efecto más importante de los elementos microaleantes es en la formación de finos carbonitruros, los cuales en turno, retardan la recrystalización mucho en mayor grado que los elementos soluto. Es por ello que la precipitación de carbonitruros, su cinética e interacción con la recrystalización son de extrema importancia para el diseño de programas de conformado.

Precipitados sin disolverse tienen un efecto menor sobre la recrystalización si son muy burdos. Sin embargo, los precipitados formados dinámicamente e inducidos por deformación pueden ser los responsables para el retraso de la recrystalización. La interacción entre la precipitación y la

recristalización puede ser monitoreada comparando el tiempo de inicio de la recristalización con el tiempo de inicio de la precipitación, a través del establecimiento de diagramas de recristalización-precipitación-tiempo-temperatura, RPTT (Recrystallization-Precipitation-Time-Temperature, por sus siglas en inglés), tal y como se muestra en la **figura 1.21**.

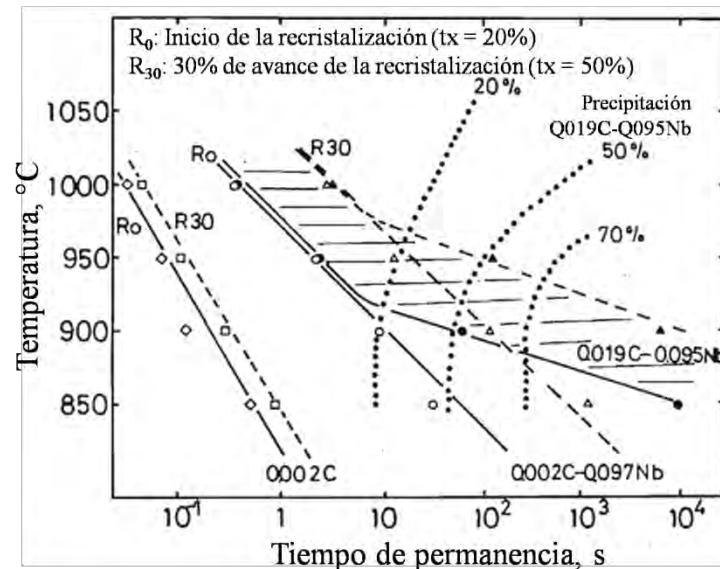


Figura 1.21. Diagrama Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura mostrando la interacción entre precipitados inducidos por precipitación y el progreso de la recristalización en aceros 0.002% C, 0.019% C-0.095% Nb y 0.002% C-0.097% Nb [108].

1.6 Ductilidad en caliente.

El principal consumidor de lámina de acero es la industria automotriz; utilizando procesos de manufactura apropiados se obtiene la forma final de la carrocería y otros componentes. La tecnología adoptada recientemente en la producción de acero de diferentes grados es a través de la colada continua de planchón delgado, ya que esto facilita las operaciones de laminación y /o transformación, resultando por ende en una mejora de la productividad. Como resultado de la operación de enderezado, uno de los principales problemas detectados durante la colada continua es el agrietamiento transversal, comprendido entre en un rango de temperaturas entre los 700 a 1000 °C y a velocidades de deformación de 0.001 a 0.0001 s⁻¹, condiciones en las que los aceros al carbono y microaleados presentan pérdidas de ductilidad [42]. La evaluación de la ductilidad en caliente se efectúa a través de ensayos de tracción en caliente, expresada en términos del porcentaje de



reducción de área transversal (%RA) del espécimen en cuestión. La formación de grietas puede tener su origen debido a gradientes térmicos y/o mecánicos [113], pero fundamentalmente se sabe que su formación está estrechamente relacionada con la composición química del acero [114]. La combinación de ambos factores resulta en la introducción de un intervalo de solidificación donde el espesor de la zona pastosa y la evolución de la microestructura son cruciales [115].

La ductilidad en caliente, para evitar el agrietamiento transversal en caliente durante la operación de enderezado en la colada continua, ha sido extensamente estudiada tanto para aceros convencionales medio/bajo carbono, aceros microaleados, así como también para aceros inoxidables [116-126] y de reciente publicación en los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) [127,128]. Adicionalmente, se han realizado varios estudios para evaluar el efecto de los elementos residuales entorno a la misma problemática [129,130].

1.6.1 Colada continua y agrietamiento transversal.

La colada continua es un operación intermedia entre la etapa de fusión del acero y su conformado [84]. En forma resumida, la colada continua consiste en colar de manera regular e incesante el acero fundido. Con el fin de reducir la altura necesaria de las instalaciones, el acero es forzado a un doblado y posteriormente a un enderezado, para finalmente cortarse en un semi-producto, tal como se muestra en la **figura 1.22**.

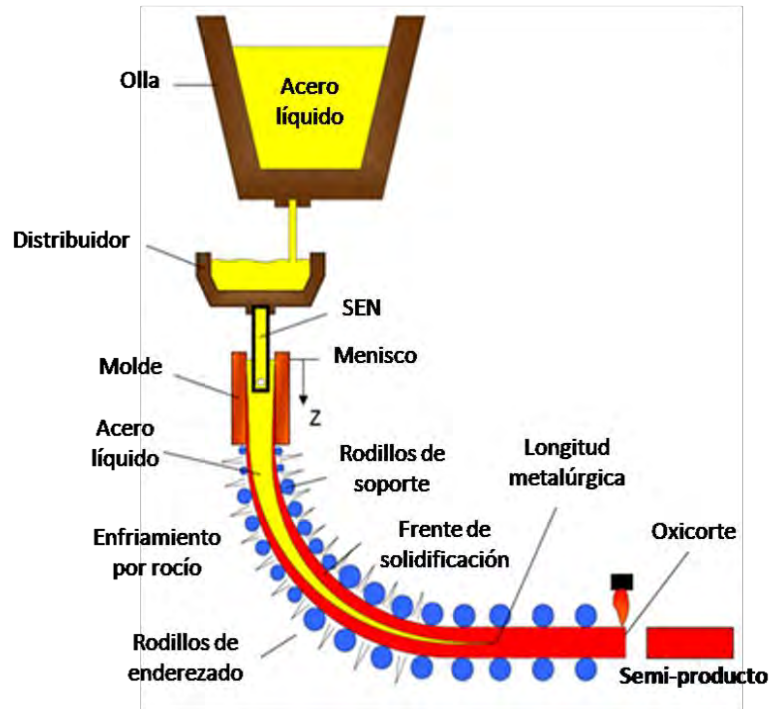


Figura 1.22. Ilustración de la operación de colada continua [131].

Durante la etapa de enderezado, la superficie superior del semi-producto está sometida a deformaciones de aproximadamente 1-2% [132,133]; por ello, ésta resulta ser la etapa más crítica de la operación, debido a que se produce el denominado “agrietamiento transversal” (ver **figura 1.23**), que puede provocar el rechazo de grandes cantidades de acero. Las grietas superficiales son las más perjudiciales, ya que no es posible eliminarlas en posteriores etapas de procesamiento. Así, los semi-productos rechazados vuelven al ciclo de fusión de chatarra, generando grandes pérdidas económicas, menor eficiencia del proceso y restando competitividad al producto [84].

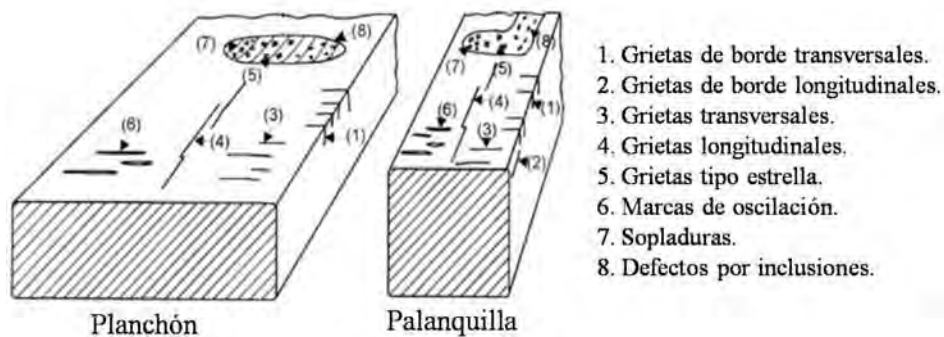


Figura. 1.23. Ilustración de la sección transversal de dos semi-productos obtenidos por colada continua, mostrando diferentes defectos [134].



1.6.2 Evaluación de la ductilidad en caliente.

Es importante destacar que existe una relación directa entre el agrietamiento transversal y la ductilidad en caliente, pero conviene tener presente que no son totalmente equivalentes y deben tratarse cuidadosamente. La relación entre el agrietamiento transversal y la ductilidad ha permitido reducir la incidencia de aparición de grietas superficiales mediante el uso de los datos obtenidos experimentalmente.

El ensayo de tracción en caliente se utiliza de manera generalizada para reproducir las condiciones de deformación en la superficie del material durante el enderezado en la colada continua. Dicho ensayo también presenta algunos inconvenientes referidos principalmente a la aparición del fenómeno de estricción, que no permite controlar la velocidad de deformación iniciada una vez iniciado el ensayo, además de la gran diferencia en las deformaciones a las que se presenta la fractura [135]. A pesar de los inconvenientes que presenta el ensayo de tracción en caliente, éste parece ser el más efectivo para evaluar la susceptibilidad de un acero a presentar agrietamiento transversal. Por lo general, los ensayos se llevan a cabo en condiciones lo más cercanas posible a las de colada continua [42]. Mintz y Abushosha [136] han evaluado la efectividad de este ensayo en la simulación de la etapa de enderezado y para ello emplean tres diferentes técnicas: 1) tratamiento de solubilizado, seguido de un enfriamiento hasta la temperatura de ensayo, 2) fusión in situ de las probetas, seguida de enfriamiento hasta la temperatura de ensayo y, 3) fusión in situ, seguida de tratamiento de solubilizado y enfriamiento hasta la temperatura de ensayo. Así, en los últimos años, la tendencia es a usar la solidificación in situ de las probetas, intentando así reproducir la microestructura de la superficie de los productos obtenidos por colada continua, persiguiendo obtener resultados muy representativos.

1.6.3 Ensayo de tracción en caliente convencional.

En la realización de este ensayo, las probetas se someten a un ciclo térmico lo más ajustado posible al que se presenta en la etapa de enderezado. La velocidad de deformación y la velocidad de enfriamiento hasta la temperatura de ensayo se escogen dentro de los intervalos empleados en colada continua y en función del proceso concreto a estudiar. Los valores de reducción de área transversal (%RA) de las probetas ensayadas se toman como la medida de la ductilidad y el valor



mínimo necesario para prevenir el agrietamiento transversal dependerá de las condiciones de ensayo, recomendándose un 40%. Hay que poner mucho cuidado a la hora de interpretar los resultados obtenidos mediante este ensayo. Existen diferencias microestructurales entre la probeta que se está utilizando y la superficie del planchón previa a la etapa de enderezado, variaciones composicionales macroscópicas, que pueden darse en los productos semielaborados minimizadas en las probetas de tracción con unas menores dimensiones. Si además, el ciclo térmico se aplica a probetas extraídas de productos laminados, como suele ser comúnmente, la microestructura que se genera se desvía aún más de la correspondiente a la superficie del producto de colada continua y, además, se obtiene un tamaño de grano más pequeño y los patrones de precipitación también se ven alterados [137].

1.6.4 Factores que afectan la ductilidad en caliente.

Son diversos los factores que afectan el comportamiento de la curva de ductilidad. Entre los principales se encuentra la composición química, que determinará en gran parte la tendencia de la curva. Otros factores tales como la velocidad de deformación, ciclos térmicos, así como parámetros operacionales, también tendrán una influencia significativa con ésta, dada su relación con la microestructura (tamaño de grano), precipitaciones e inclusiones [42]. A continuación se indican los factores que afectan la ductilidad en caliente:

- i. Composición química: Es la composición química del acero una de las variables más importantes que controlan a ductilidad en caliente, así como otras propiedades mecánicas. Las transformaciones de fase, precipitaciones y nivel de inclusiones, tan determinantes en la ductilidad en caliente de un acero, estarán determinadas en gran medida por su composición química.
- ii. Elementos microaleantes: Estos juegan un papel muy importante en la aparición de grietas por su fuerte tendencia a formar precipitados, efecto que se pone de manifiesto en la dependencia que tiene la ductilidad en caliente del tamaño, localización y número de precipitados existentes. Los elementos que influyen en la ductilidad, por su tendencia a precipitar, son el Al, por la posible formación de AlN, y otros elementos microaleantes como el Nb que forma Nb(C,N) o el V que forma principalmente V(C,N) [138]. Por su parte, el Ti forma compuestos del tipo TiC y Ti(C,N) que impiden el crecimiento de grano austenítico a



altas temperaturas [135], además de restringir la formación de AlN. En el caso del B, se ha encontrado que el B mejora el flujo plástico [139], mecanismo asociado con la segregación átomos de B en los límites de grano, favoreciendo la cohesión entre granos adyacentes (efecto de arrastre de soluto); efecto que se mejora al mantener al boro en solución sólida adicionando Ti para combinarse con el N [140]. Estos principalmente pueden formarse en los límites de grano, provocando la inhibición de la recristalización dinámica [141] y favoreciendo la fractura intergranular por el deslizamiento de los límites de grano, o bien por la formación de cavidades.

iii. Microestructura: El tamaño de grano tiene influencia en la ductilidad, aunque no es fácil determinar su efecto aislado, porque resulta complicado separar su efecto del de los elementos microaleantes y su precipitación. En cualquier caso, parece existir acuerdo en que una disminución del tamaño de grano permite obtener mejor ductilidad. Esto sucede por su efecto combinado con los mecanismos de daño siguientes [134]:

- Cuando el mecanismo que está actuando es el deslizamiento de los límites de grano, reducir el tamaño de grano implica aumentar los puntos triples que son obstáculos para la propagación de las grietas.
- Combinado con la precipitación, reducir el tamaño de grano implica aumentar el área específica del límite de grano. Para una fracción volumétrica específica de precipitados, esto resulta en una menor densidad de precipitados en el límite de grano, es decir, en un aumento de la distancia entre partículas.
- Un menor tamaño de grano permitirá mejorar la ductilidad por migración de los límites de grano, ya que la deformación crítica para que se den condiciones de recristalización disminuye con el tamaño de grano.
- La relación de aspecto de grieta, que controla la concentración de esfuerzos en la punta, disminuye, reduciendo así la velocidad de propagación de la misma, teniendo un menor tamaño de grano.
- La condición de crecimiento columnar durante la colada continua, desde la superficie del semiproducto hacia el interior, supone un camino directo en la propagación de grietas.

Variables del proceso: Velocidad de deformación y velocidad de enfriamiento, vinculadas con el tiempo necesario para que ocurran determinados fenómenos, como la precipitación y el crecimiento



de los mismos. Además los parámetros operacionales tales como la velocidad de colada, marcas de oscilación, múltiples puntos de enderezado, etc.

1.6.5 Mecanismo de fragilización a altas temperaturas.

1.6.5.1 Cavitación.

Durante la deformación plástica del acero, a elevadas temperaturas, pueden presentarse cavidades o grietas de carácter intergranular que se asocian con una disminución de la ductilidad en caliente. La cavitación es el fenómeno de formación de huecos internos [142] que se presentan en los materiales metálicos cuando son sujetos a esfuerzos tensiles o multiaxiales. En algunos casos, la cavitación puede conducir a daños permanentes por efecto de la fractura del material en niveles de deformación menores que aquellos en los cuales el flujo plástico localizado/controlado debería ocurrir [143]; esto es conocido como falla por tensión prematura [144]. La extensión de la cavidad (por ejemplo, tamaño y fracción volumétrica) depende fuertemente de la composición química y de la microestructura, así como de las condiciones de procesamiento impuestas (temperatura, deformación, velocidad de deformación y estado de esfuerzos).

Es por ello que los mecanismos de cavitación pueden ser vistos desde diferentes puntos; desde el punto de vista mecánico, una falla por cavitación ocurre como resultado de la nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades y, es controlada por factores metalúrgicos y de procesamiento. Por ejemplo, las cavidades preferencialmente se forman en los límites de grano en aleaciones de una sola fase, donde las impurezas también pueden actuar como sitios de nucleación dentro de los granos. En aleaciones multifásicas, los límites de grano proveen los sitios dominantes de nucleación. El crecimiento de cavidades generalmente es controlado por un mecanismo de crecimiento por difusión de vacancias o por un crecimiento plástico controlado. La coalescencia de cavidades ocurre usualmente vía entrelace interno entre las cavidades adyacentes.

Desde el punto de vista fenomenológico, para muchos materiales la cavitación parece incrementarse con la velocidad de deformación y la temperatura de trabajo, aunque no existe una regla única que describa la influencia de tales variables de procesamiento.



Además, se sabe que a altas temperaturas los metales y las aleaciones fracturan con relativamente baja ductilidad cuando se someten a cargas moderadas durante tiempos prolongados. La deformación hasta la falla cae desde valores típicos del 50% RA hasta cerca del 10% o menos, a medida que la duración de la prueba aumenta. Esta pérdida de ductilidad generalmente se debe a la cavitación intergranular.

1.6.5.2 Nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades [145].

Es muy poco probable que la nucleación de cavidades pueda ocurrir en puntos arbitrarios en el límite de grano. En los metales puros, las cavidades inician generalmente en la intersección de una banda de deslizamiento con un límite de grano o en retallos en este último. Los materiales comerciales normalmente contienen partículas de segunda fase en los límites de grano para prevenir o minimizar su deslizamiento. Estas partículas son buenas para nuclear cavidades y, en este aspecto, afectan negativamente las propiedades mecánicas del material.

Los defectos por fluencia intergranular han sido clasificados como cavidades tipo “r” (redondas) o tipo “w” (en forma de cuña). Ambos tipos se observan en los ensayos de tracción en caliente a velocidades de deformación en el rango de 10^{-3} a 10^{-4} s^{-1} , y ambos necesitan el deslizamiento de los límites de grano para formarse. Así, el movimiento de dislocaciones durante la deformación plástica se concentra en bandas de deslizamiento más o menos pronunciadas en los granos. Si una de esas bandas choca con un límite de grano, causa una concentración de esfuerzos que puede nuclear una cavidad, o bien, puede iniciar una banda de deslizamiento en el grano vecino hasta cierta distancia. Esto produce un retallo en el límite de grano, tal y como se aprecia en la **figura 1.24 a-b**. Posteriormente, el deslizamiento del límite de grano concentra los esfuerzos en retallo. Además, si los límites de grano deslizan con facilidad, como sucede en metales puros, los esfuerzos se concentran en las uniones triples, las cuales tienen forma de cuña; de hecho, es frecuente observar cavidades en las uniones triples. Por lo tanto, las grietas intergranulares generalmente surgen en las uniones triples, tal y como se muestra en la **figura 1.24 c-d**. Su forma de tipo cuña sugiere que se abren por efecto del deslizamiento de los límites de grano inclinados. Estas grietas tipo cuña se observan preferentemente en pruebas de fluencia a altos esfuerzos. Por otra parte, en los materiales comerciales, los sitios de nucleación de cavidades más comunes son las partículas de segunda fase alojadas en los límites de grano, por una parte, debido a que ellas resisten el deslizamiento de los límites de grano y

experimentan concentración de esfuerzos, o por otra parte, porque pueden estar débilmente unidas a la matriz. Así, la nucleación de cavidades en la interfase partícula-matriz puede ser relativamente fácil de ocurrir por condensación de vacancias aún si la interfase tiene alta resistencia (ver **figura 1.24 e-f**).

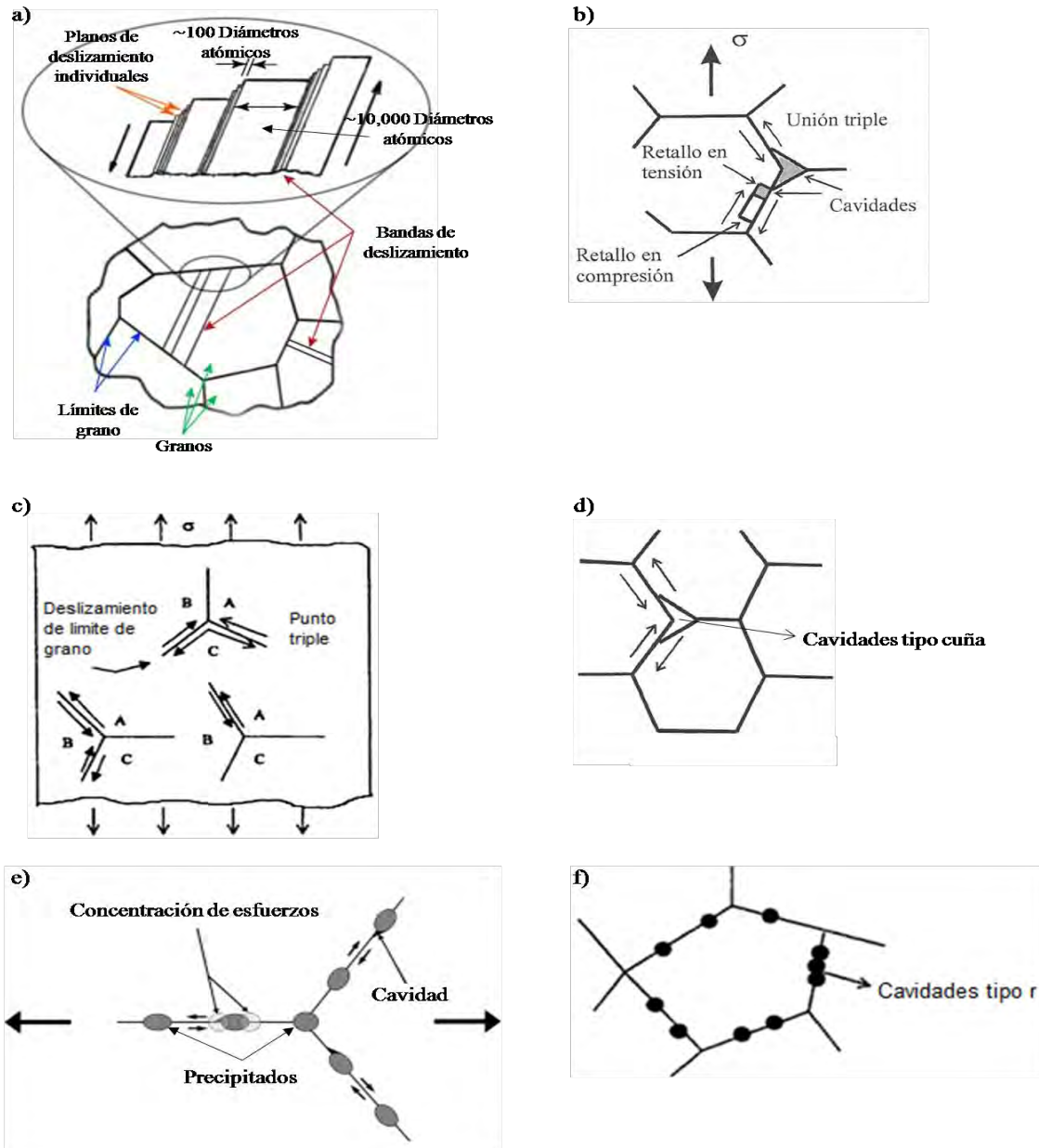


Figura 1.24. Nucleación de cavidades en límites de grano para: a-b) Retallos por concentración de bandas de deslizamiento, c-d) Uniones triples y e-f) Presencia de partículas precipitadas [adaptado de 146-149].



Los esfuerzos críticos requeridos para la nucleación de cavidades tipo “r” son mucho menores que los requeridos para la nucleación de cavidades tipo “w” y, su formación se favorece a bajos esfuerzos y/o bajas velocidades de deformación. El tipo de fractura dúctil bajo esta condición de deformación, puede provenir de la presencia de partículas precipitadas. Estas partículas precipitadas actúan como concentradoras de esfuerzos favoreciendo la formación de cavidades (ver **figura 1.24e**). Así, las partículas en los límites de grano, son los sitios preferenciales para la nucleación de cavidades; generándose la descohesión de los granos y eventualmente el crecimiento de cavidades. Finalmente, las cavidades nuclean en aquellos sitios donde existe una alta concentración de esfuerzos inducidos por el deslizamiento de los límites de grano y, donde el esfuerzo local excede la resistencia de cohesión entre partícula-límite de grano o de límite-límite.

1.6.6 Fractura dúctil.

Los mecanismos de fractura suelen clasificarse en frágiles o dúctiles, según la deformación plástica que acompaña a la rotura: una gran cantidad de deformación plástica suele estar asociada con la fractura dúctil. Así, la fractura dúctil tiene lugar como consecuencia de un proceso de nucleación de microfisuras o cavidades, crecimiento a nivel microestructural de las cavidades o de las microfisuras, coalescencia y localización de la deformación y crecimiento de las microfisuras hasta la rotura final [150]. En la fractura dúctil, la nucleación tiene lugar en las inclusiones o en las partículas de segunda fase (por ejemplo carburos) y se ve favorecida si las partículas son frágiles, grandes, alargadas o si existe una baja resistencia de la intercara partícula-matriz (ver **figura 1.25 a-b**). Posteriormente, suceden las etapas de crecimiento y coalescencia, ésta última favorecida por la presencia de partículas de segunda fase. Se debe de señalar que estos procesos pueden ocurrir simultáneamente en el material, es decir, que mientras ciertos huecos crecen y terminan coalesciendo, se están nucleando nuevas cavidades que van alimentando el proceso de rotura, por un mecanismo de interconexión entre cavidades grandes y alargadas y distantes entre sí por su interacción con pequeñas cavidades equiaxiales [152] (**figura 1.25 c**). En la **figura 1.25 d** se muestra un esquema con la evolución de las diferentes etapas de fractura dúctil en un material con inclusiones de sulfuros de manganeso ensayado a tracción. A deformaciones bajas las inclusiones se alargan según la dirección de deformación y se produce la descohesión de la intercara matriz-inclusión. A medida que aumenta la deformación, a la vez que se forman nuevas cavidades, las formadas previamente crecen hasta que se produce la coalescencia.

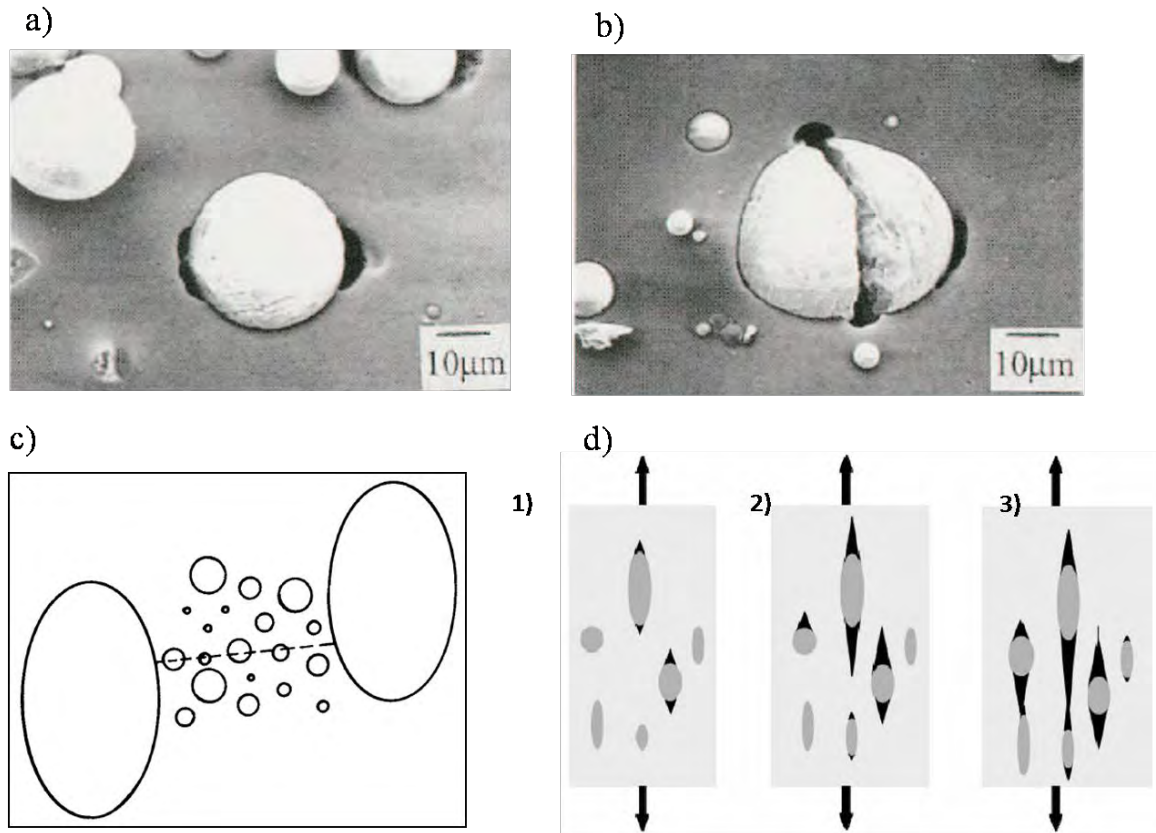


Figura 1.25. a-b) Nucleación de microvacíos por descohesión o por rotura de una partícula [152],
c) Mecanismo de interconexión para la coalescencia de cavidades [151] y d) Nucleación, crecimiento y
coalescencia de cavidades a partir de inclusiones de MnS [153].

Una característica de carácter macroscópico de la fractura dúctil se puede reconocer por la formación de cuello de botella en el área de fractura, deformación plástica permanente, elongación del material y reducción de área transversal (ver **figura 1.26**). Otra consideración importante es que la carga máxima y la carga de fractura no es la misma, esto se debe a que el material se deforma plásticamente hasta alcanzar una carga máxima y después empieza a ceder hasta que alcanza la fractura. Adicionalmente, la fractura dúctil se caracteriza porque va precedida de una apreciable deformación plástica y se requiere mayor energía de deformación para provocarla.

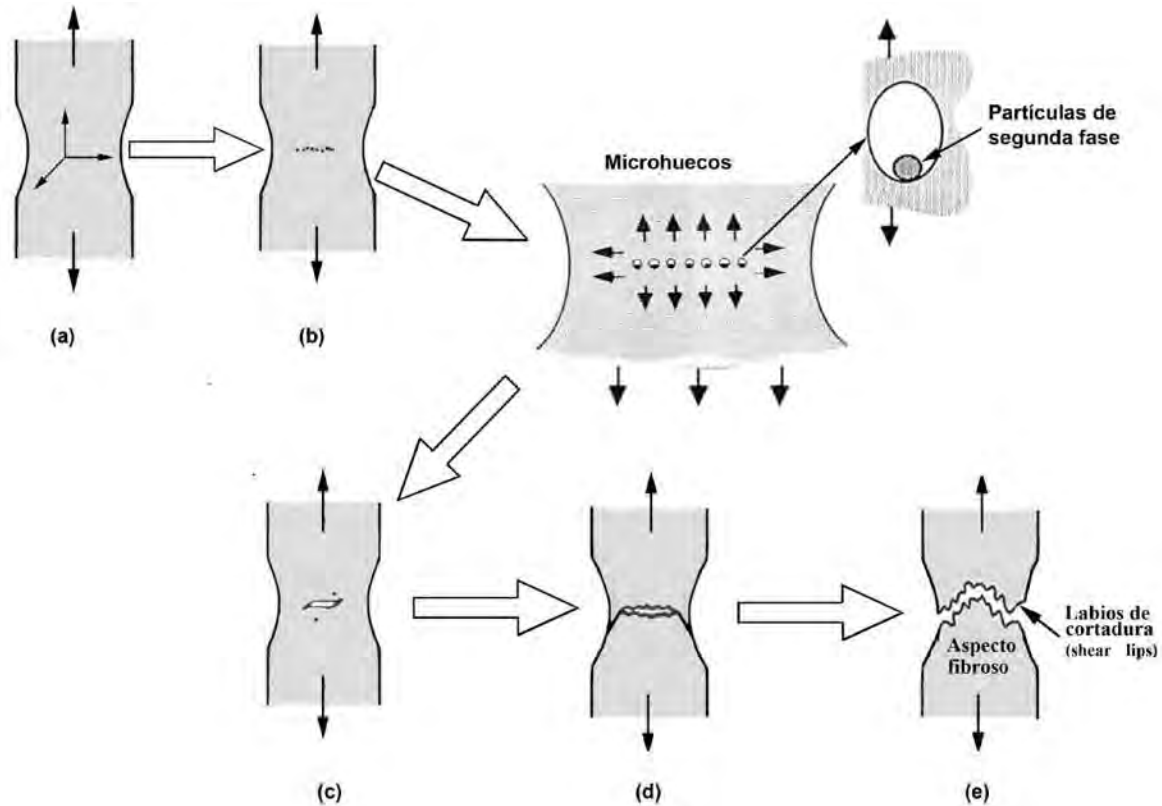


Figura 1.26. Forma típica macroscópica de rotura de muestras a tracción de materiales dúctiles [154].

1.6.7 Fractura frágil.

En términos generales, se dice que un material es frágil, si no se puede realizar una deformación apreciable sin provocar su rotura. Esto no implica necesariamente que su resistencia a la rotura sea débil, (entendiendo por resistencia la que normalmente se define del ensay de tracción o de compresión, como resultado de la tensión máxima que puede soportar un material justo antes de la rotura) [155]. Esta definición no es precisa en absoluto sino incompleta ya que la ductilidad (propiedad inversa de la fragilidad) depende de las condiciones a las cuales el material se ha deformado, es decir, es necesario definir la temperatura a la que se ha deformado el material y la velocidad de dicha deformación.

La fractura frágil es un tipo de falla, generalmente de los materiales estructurales, que normalmente se produce sin una deformación plástica previa y a velocidades enormemente elevadas. La fractura se caracteriza por una hendidura con superficie plana. Así, la propagación de la grieta corresponde a las sucesivas y repetidas roturas de enlaces atómicos a lo largo de planos cristalográficos, dando roturas

del tipo transgranular e intergranular, generando una superficie lisa y brillante y, que consume una cantidad pequeña de energía para su detonación, es decir, tiene lugar rápidamente. La dirección del movimiento de la grieta es casi perpendicular a la dirección del esfuerzo aplicado, ver figura 1.27.

La explicación de la fractura frágil debe de buscarse en la existencia de defectos en los materiales reales. En efecto, la tensión en la punta de defectos tridimensionales preexistentes en el material (poros, grietas, etc.) es muy superior a la tensión aplicada macroscópicamente sobre él, es decir, estos defectos actúan como concentradores de esfuerzos.

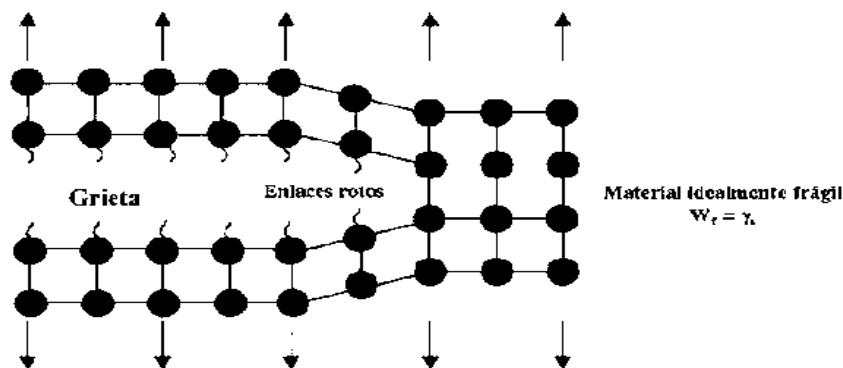


Figura 1.27. Resistencia de materiales por cohesión/descohesión atómica [155].

1.7 Estado del arte de la ductilidad en caliente de aceros TWIP.

Se conoce que los aceros TWIP presentan una fuerte tendencia a la pérdida de ductilidad durante las operaciones de procesamiento en caliente, afectando principalmente a las aleaciones con mayor cantidad de elementos aleantes y microaleantes debido a fenómenos de precipitación de partículas de segunda fase, segregación de elementos e impurezas, etc. En estos aceros, la ductilidad en caliente se concibe completamente en la fase austenítica. Muy pocos trabajos de investigación se han llevado a cabo en torno al comportamiento de la ductilidad en caliente de estos nuevos aceros de segunda generación de alta resistencia. El profesor B. Mintz es el investigador que más trabajo ha realizado en el tema de la ductilidad en caliente, en general, para los aceros. Los resultados a los que ha llegado han permitido poder explorar el campo de los aceros TWIP. De los pocos estudios reportados en la literatura, es evidente que la caracterización de la ductilidad en caliente también se realiza en el rango de temperaturas de 700-1000 °C.



Kang y colaboradores [7] realizaron un estudio sobre el comportamiento de la ductilidad en caliente para 6 aceros TWIP, denominados con los números 1 a 6, donde todos los aceros contienen 0.6% C y 18% Mn, excepto el acero 2 que contiene 22% Mn. Se examinaron 2 cantidades de Al, bajo contenido de Al (<0.05%) para los aceros 1 y 2, y alto contenido de Al (1.5%) para los aceros 3 a 6. El contenido de N se mantuvo en un nivel considerablemente alto con aproximadamente 0.01 a 0.02% para los aceros 1 a 5 y un contenido estable de 0.06% S. por su parte, el acero 6 es un acero TWIP comercial producido por la empresa POSCO, el cual contiene bajo N (0.0043%) y bajo S (0.002%) aleado con bajo contenido de Cr y Ni 0.55% y 0.22%, respectivamente. Para evaluar la ductilidad en caliente se realizaron ensayos de tracción en caliente, con fusión en situ a 1420 °C, usando una velocidad de deformación de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en el rango de temperaturas de 650 °C a 1100 °C, usando velocidades de enfriamiento de 60 y 180 °C min^{-1} . Los resultados que obtuvieron indican que la adición de 1.5% de Al causa un deterioro en la ductilidad en caliente en el rango de temperaturas de 800-900 °C, desde un valor $\approx 38\%$ RA a un valor de $\approx 15\%$ RA, en tanto el contenido de N aumenta de 0.01 a 0.023% en los aceros 3 a 5. Por su parte, el acero TWIP comercial presenta un mejoramiento en la ductilidad en caliente de $\approx 39\%$ RA en el rango de temperaturas de 800-900 °C, valor muy similar al obtenido en los aceros con bajo contenido de Al (acero 1 y 2). Los aceros 5 y 6 muestran gran concentración de precipitados del tipo AlN en los límites de grano, ensayados a 800 °C y 900 °C. Los precipitados en los aceros con alto Al y bajo N son más finos que los encontrados en los aceros con alto N. La baja ductilidad para los aceros con bajo Al la atribuyen al efecto del carbono sobre el inicio de la DRX, aunado a la presencia desfavorable de AlN y al alto contenido de Mn. Por lo tanto, la DRX no fue observada. En tanto la temperatura se incrementa en los ensayos, la ductilidad mejora, lo cual sugiere que la migración de límites de grano toma lugar, y disminuye por efecto del deslizamiento del límite de grano. De manera similar, establecieron que a la temperatura de 815 °C se presenta la máxima precipitación de AlN, lo cual origina la caída de la ductilidad. Por lo tanto, se concluye que la ductilidad en estos aceros TWIP es dependiente del contenido tanto de Al como de N. Un alto contenido de N favorece la precipitación de AlN y el alto contenido de Al favorece la fuerza motriz para la precipitación de AlN, lo cual deteriora la ductilidad en caliente. En su contraparte, la alta ductilidad obtenida en el acero comercial (acero 6) se atribuye a los bajos contenidos de S y N, con lo cual se evita el agrietamiento transversal, desde los 700 °C hasta los 1000 °C, tal y como se muestra en la **figura 1.28 a-d**.

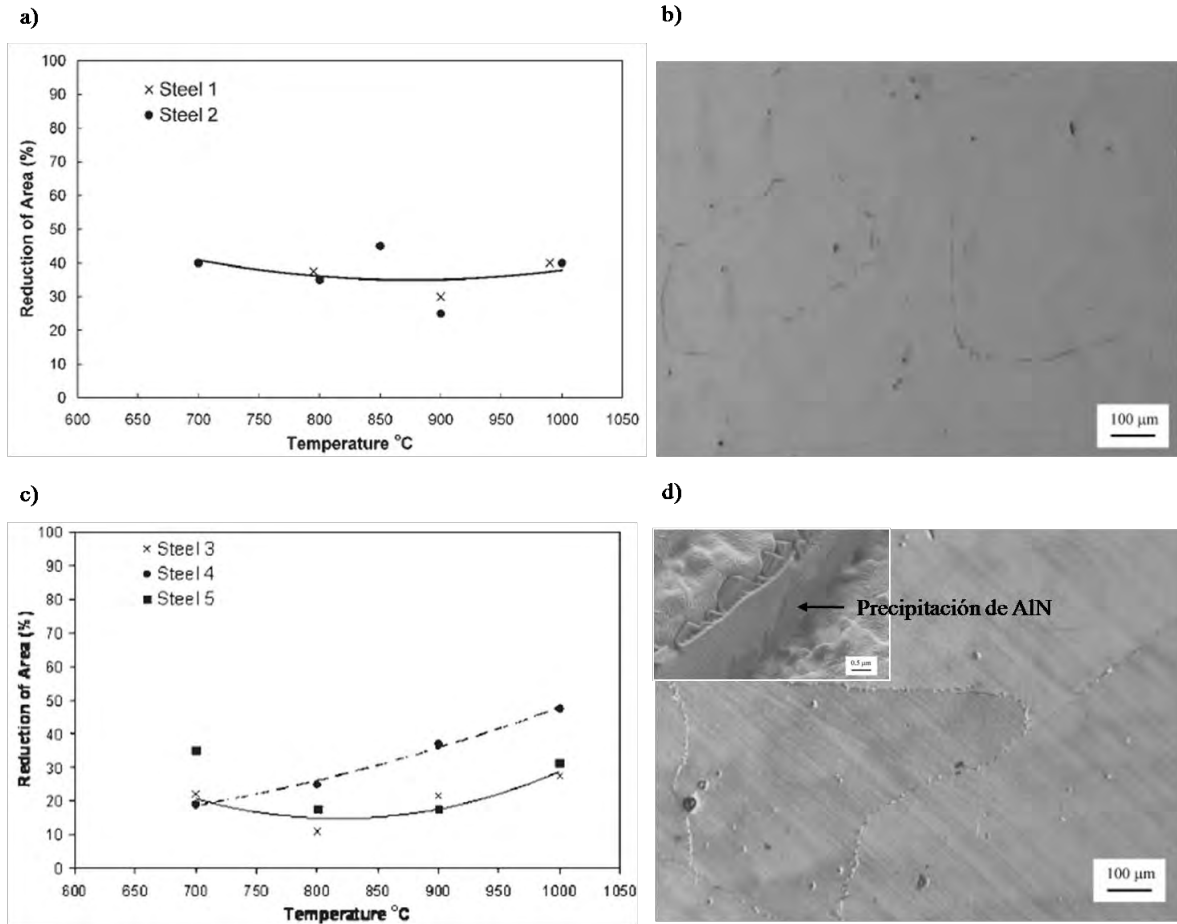


Figura 1.28. a y c) Curvas de ductilidad para aceros TWIP 5 y 6, y b y d) Micrografía a la temperatura de ensayo de 800 °C para el acero 5 y 6, respectivamente [7].

Por otro lado, Hamada y colaboradores [8] han reportado la ductilidad en caliente de cuatro diferentes aceros TWIP, denominados 6C22Mn, 6C18MnNb, 3C16MnAl y 22Mn3Al3Si, los cuales fueron obtenidos al vacío, por lo tanto carecen de N disuelto. Los ensayos de tracción en caliente se llevaron a cabo usando el simulador termomecánico Gleeble 1500 a una velocidad de deformación de 1 s^{-1} en el rango de temperaturas de 700-1300 °C. La condición de partida para los ensayos fue de laminado en caliente, considerando el sentido de laminación para el maquinado de probetas. Así mismo, las probetas se sometieron a un solubilizado a 1200 °C. Para el caso del acero 6C22Mn se observó una caída de la ductilidad en caliente desde un 68% a un 60% al incrementar la temperatura de 700 °C a 900 °C, sin embargo, ésta se incrementa hasta un 87% al alcanzar 1100 °C. Así, la ductilidad cae de 700 °C a 900 °C debido al deslizamiento del límite de grano, lo cual promueve la temprana formación de huecos y su subsecuente coalescencia, principalmente en los puntos triples. A

1000 °C se encontró una estructura parcialmente recrystalizada, con lo cual se mejora la ductilidad en caliente, completándose ésta a 1100 °C. Al tenerse un tamaño de grano fino, $\approx 34 \mu\text{m}$, se aíslan las microgrietas y su interconexión. A 900 °C el carácter de la fractura es dúctil conteniendo algunos huecos y superficies planas, generándose así la descohesión intergranular por efecto del deslizamiento de límite de grano. Los huecos se han asociado a la presencia de inclusiones del tipo MnS. Un incremento significativo en la ductilidad en caliente se obtuvo con la composición 3C16MnAl (1.5% Al) en comparación con el acero TWIP anteriormente descrito, ya que se genera un efecto de endurecimiento debido al Al.

El hecho de microaleaar con Nb no genera un cambio significativo en la ductilidad, situación atribuida al bajo contenido de Nb (0.019%), razón misma por la cual no se pudo detectar precipitación del tipo Nb(C,N) en los límites de grano. Al utilizar la composición 22Mn3Al3Si se fomenta la formación de la fase ferrita, en forma de una capa delgada a lo largo del límite de grano austenítico, en todo el rango de temperaturas de ensayo. Esta capa actúa como sitio preferencial de nucleación de cavidades que finalmente generan descohesión de los granos. La buena ductilidad en caliente obtenida a 700 °C se explica por el tamaño de los huecos en comparación con los obtenidos a 900 °C. Además, la ferrita se vuelve más suave al incrementarse la temperatura, así, ésta no puede soportar la deformación y es más fácil el deslizamiento. A 1100 °C se tiene muy buena ductilidad debido a la DRX. En la **figura 1.29 a-b** se muestran las curvas de ductilidad en caliente así como la microestructura a una temperatura de 1000 °C.

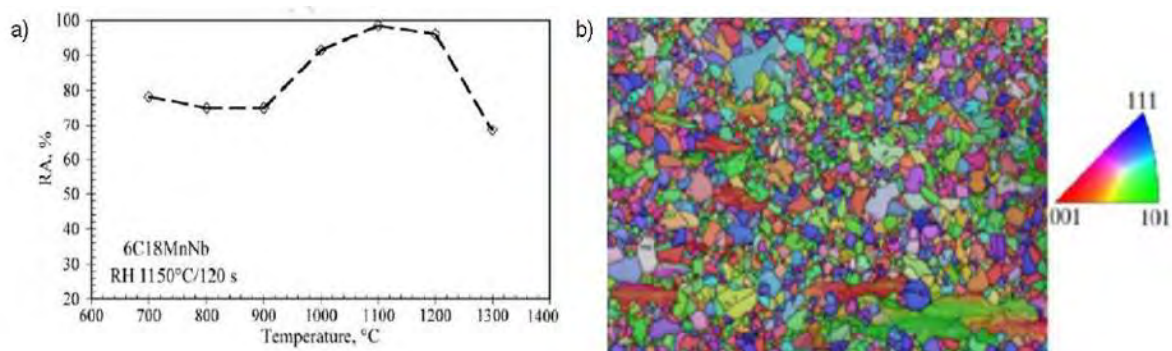


Figura 1.29. Acero TWIP 6C18MnNb: a) Curva de ductilidad en caliente y b) Mapa de orientación cristalográfica de la microestructura a 1000 °C [8].



En este mismo contexto, recientemente Kang y colaboradores [10] han dado a conocer los resultados de un nuevo estudio de ductilidad en caliente en aceros TWIP con alto contenido de Al, aproximadamente 1.5%, microaleado con Nb/V. El estudio se realizó bajo el rango de temperaturas de 650-1150 °C en la condición de colada y en la condición de tratamiento térmico de solubilizado. El comportamiento de la ductilidad en caliente para aceros TWIP en diferentes condiciones se presenta en la **figura 1.30 a-d**. Se puede observar que la ductilidad es muy pobre y que los valores de %RA caen por debajo del 20%, en el rango crítico de temperaturas, en donde adicionalmente, no se observan diferencias tan marcadas por efecto del contenido de N en los aceros. Observaron además, que al incrementar la velocidad de enfriamiento en aceros con alto contenido de N, la caída de la ductilidad es muy notoria. Al comparar los resultados para condiciones diferentes, laminados en caliente y fusión in situ, la condición de laminado en caliente da mejores resultados en el comportamiento de la ductilidad debido al refinamiento del tamaño de grano austenítico, pero el incremento sustancial en el contenido de N hace que éste empeore.

Mediante un estudio en microscopía electrónica de transmisión (MET), a través de la técnica de réplica de carbono, analizaron la punta de fractura, identificando claramente la presencia de partículas precipitadas de Nb(C,N) y VN en los límites de grano. Adicionalmente, identificaron precipitados burdos de AlN en el interior del grano austenítico pero no en los límites, lo que permite la formación de una fractura tipo intergranular. Los precipitados Nb(C,N) son muy finos y se distribuyen tanto en la matriz como en los límites de grano. Finalmente, los factores que se atribuyen al comportamiento de la ductilidad en caliente de estos aceros TWIP está referido al tamaño de grano austenítico y a los procesos de precipitación que ocurren tanto dentro de la matriz como en los límites de grano.

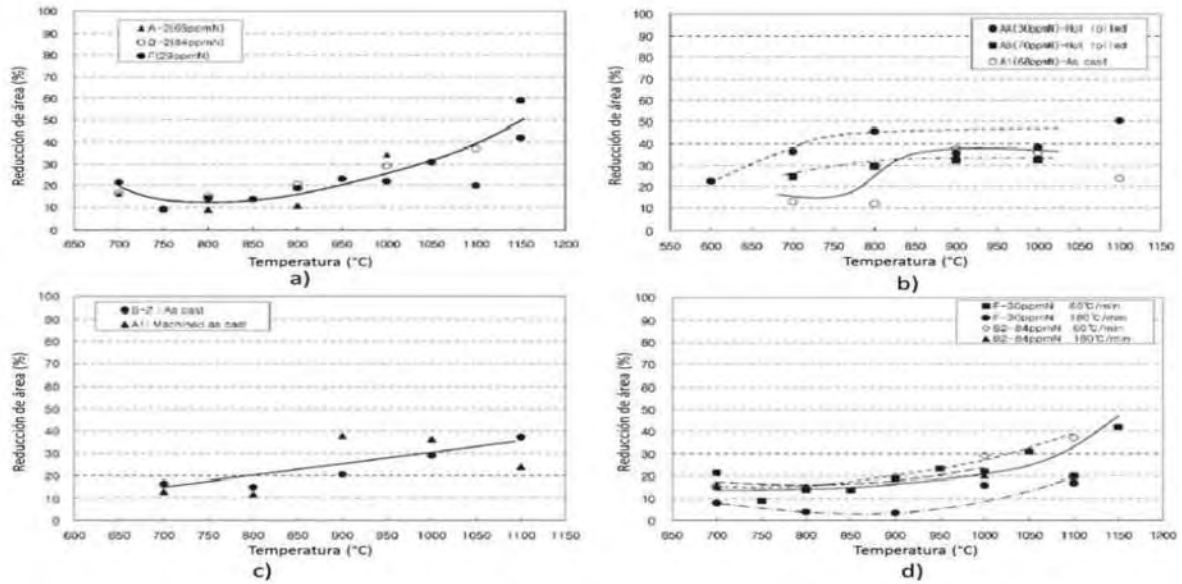


Figura 1.30. Curvas de ductilidad en caliente de aceros TWIP microaleados con Nb/V en la condición de: a) Fusión in situ, b) Laminado en caliente y condición de colada, c) Condición de colada y fusión in situ y d) Influencia de la velocidad de enfriamiento [10].

Baradaran y colaboradores [13] estudiaron el comportamiento de la ductilidad en un acero TWIP con 30% Mn y 2.5% Al en el rango de temperaturas de 100-1000 °C. La pérdida de ductilidad en el rango de temperaturas de 500 °C a 900 °C y el aumento de la misma en el rango de temperaturas de 900 °C a 1000 °C es explicado adecuadamente a través del estudio fractográfico de la superficie de fractura. A 500 °C la superficie de fractura muestra la aparición de pequeños huecos, sugiriendo la relativa resistencia del grano austenítico al flujo plástico y consecuentemente el deslizamiento del límite de grano permite una temprana formación de huecos. La ocurrencia del deslizamiento del límite de grano aunado a la recuperación dinámica promueve la nucleación y crecimiento de cavidades del tipo “R”, las cuales se forman por la condensación de vacancias en los límites de grano, identificándose por su forma esférica donde su distribución depende de la orientación del límite de grano, teniendo la mayor cantidad de cavidades en los límites de grano casi perpendiculares a la dirección del esfuerzo de tensión. Así, la formación de huecos a esta temperatura comienza desde una pequeña descohesión en el límite de grano, la cual se ha desarrollado en un plano de deslizamiento; a más deformación, nuevas descohesiones se generan a lo largo de los granos originales, permitiéndose el crecimiento de huecos así como de más planos de deslizamiento.



Esta explicación la dieron para cualquier temperatura del rango de 500 a 700 °C, sin embargo, notaron que conforme aumenta la temperatura existe una dependencia del tamaño de los planos de deslizamiento y la magnitud de los deslizamientos respecto a la caída de la ductilidad. Las superficies de fractura a 800 y 900 °C muestran un carácter no dúctil al observar superficies facetadas con depresiones poco profundas debido al deslizamiento en los límites de grano; así, cualquier concentración de esfuerzos en ciertos sitios (juntas triples entre granos e incluso bordes de grano) puede causar el desarrollo de grietas del tipo “W” reduciendo, por lo tanto, la elongación a la fractura [157]. Por otro lado, en tanto la temperatura se incrementa de 900 a 1000 °C, la ductilidad se ve favorecida por la activación térmica de dos fenómenos simultáneos, una microestructura de granos recristalizados (superficie de fractura mostrando granos finos) y el deslizamiento de los límites de grano, lo cual evita la propagación y coalescencia de microgrietas.

Kang y colaboradores [11] estudiaron la influencia tanto del S como del AlN en tres aceros TWIP con alto contenido de Al. El S se incrementó de 0.0032 a 0.0100 y finalmente hasta 0.0230. El contenido de N se mantuvo en un rango de $\approx 0.0085\%$ donde la composición base consistía de 18Mn0.6C1.5Al0.2Si. Los aceros se fabricaron al vacío. Así, los ensayos de tracción en caliente se llevaron a cabo usando una máquina Gleeble, dándoles un solubilizado a 1250 °C y enfriando a una velocidad de enfriamiento de 60 °C min⁻¹ hasta las temperaturas de ensayo que comprenden desde 700 °C hasta 1100 °C. Los ensayos de tracción en caliente se llevaron a cabo a una velocidad de deformación de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Sus resultados mostraron que los aceros TWIP conteniendo 0.01 y 0.023% S tienen una ductilidad en caliente $\leq 40\%$ en todo el rango de temperaturas examinadas. Un comportamiento similar se observó para el acero TWIP con el más bajo contenido de S (0.0032%) dentro del rango de temperaturas de 700-900 °C, y temperaturas por encima dan un 50-60% de RA. Las microestructuras estudiadas presentan marcada fracción volumétrica de partículas burdas del tipo MnS-Ca, MnS y AlN. Esta tendencia se ve incrementada al aumentar el contenido de S a 0.01%. La morfología de los sulfuros es irregular tendiendo a la forma esférica. Las partículas de AlN semejan láminas hexagonales con un tamaño de grano de $\approx 4\text{-}30 \mu\text{m}$. Para el contenido más bajo de S se observó que los sulfuros siempre precipitan junto al AlN y, para los contenidos más altos de S, se identificaron precipitados burdos de AlN del tipo barra dendrítica, también asociados a la presencia de sulfuros. El mecanismo de falla asociado es del tipo deslizamiento del límite de grano debido a la presencia de estas partículas en los límites de grano. La conclusión más importante que dan es la referida a la caída de la ductilidad en caliente debido al cambio en la morfología de las partículas de



AIN respecto del incremento en el contenido de S. Por lo tanto, se hace necesario restringir el contenido de S lo más bajo posible para evitar el agrietamiento transversal.

Muy recientemente, Kang y colaboradores [12] han publicado los resultados de la investigación que realizaron en aceros TWIP con alto contenido de Al microaleado con Nb sobre el comportamiento de ductilidad en caliente al adicionar conjuntamente los elementos microaleantes B y Ti. La condiciones bajo las cuales fueron realizados los ensayos corresponden a la de solubilizado a 1250 °C y a la condición de colada. Explican que el tamaño de grano en ambas condiciones es similar, aproximadamente a 350 μm . Para evaluar directamente el efecto de la adición Ti/B, se obtuvieron las curvas de ductilidad en caliente del acero TWIP libre de Nb, mostradas en la **figura 1.31 a**. Observaron que el acero microaleado con Ti/B da mejor ductilidad por debajo de 950 °C, pero por arriba de esta temperatura dicha ductilidad cae más allá del 40% RA, siendo incluso peor que la obtenida para el acero sin microalea. Para el caso del acero TWIP en la condición de colada se obtuvieron valores de RA de aproximadamente 10% en el rango de temperaturas de 700-1200 °C, al utilizar una velocidad de enfriamiento de 60 K min^{-1} , **figura 1.31 b**. Así mismo, observaron que al disminuir la velocidad de enfriamiento a 12 K min^{-1} , la ductilidad continuaba sustancialmente mejoraba obteniendo valores de RA de entre 37-60% dentro del rango de temperaturas de 800-1050 °C.

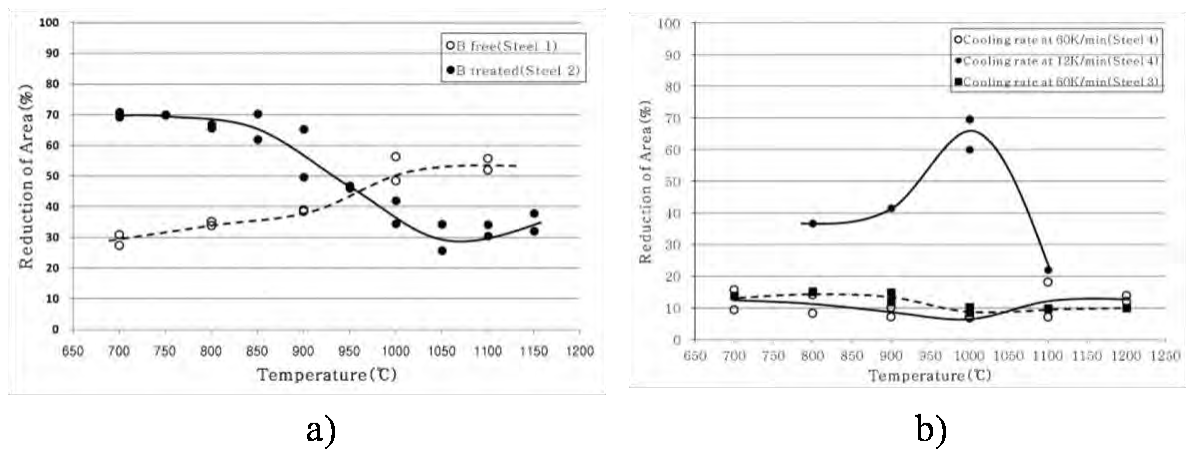


Figura 1.31. Curvas de ductilidad en caliente para aceros TWIP: a) Libre de Ti y B (acero 1) y microaleado con Ti y B (acero 2) y b) Microaleado con Ti y B en la condición de colada (acero 3) incluyendo el comportamiento del acero 3 conteniendo Nb y libre de Ti y B [12].



Estos autores indican que, bajo la condición de solubilizado, la presencia de Nb causa una precipitación adicional en la matriz y en los límites de grano del tipo fine NbC, generando una baja ductilidad. Por su parte, el mejoramiento en la ductilidad que ocurre en el rango de temperaturas de 700-950 °C puede deberse al efecto que tiene el Ti de remover el N previniendo la precipitación de AlN en los límites de grano austenítico o a la segregación del B a los límites de grano, reemplazando al S y manteniendo la cohesión atómica, por lo cual se reducen los sitios de nucleación de cavidades y su posterior crecimiento durante el deslizamiento de los límites de grano. Por otra parte, bajo la condición de colada, el Nb está trabajando de manera similar al B, mejorando la ductilidad en caliente debido al fenómeno de segregación de no-equilibrio en los límites de grano austeníticos, reforzándolos y causando así mismo la precipitación burda de partículas de Nb, menos dañinas para la ductilidad en caliente.

Finalmente, cabe mencionar que estos aceros revelan un gran potencial como candidatos en la industria automotriz debido a su fuerte capacidad de endurecer por deformación, a su alta resistencia y a su elevada ductilidad. Sin embargo, estos aceros muestran inestabilidad en su propiedad de ductilidad en caliente. De los estudios de ductilidad en caliente reportados anteriormente, contemplando composiciones químicas de entre 18-22 %Mn, 0.4-0.6 %C, 1.5-3 %Al, 1.5-3 %Si, 0.02-0.03 %Nb, 0.10-0.12 %V y contenidos variables de N disuelto (40-100 ppm), el comportamiento de la ductilidad en caliente en aceros TWIP se explica en torno a la formación de fases precipitadas y a la dependencia que existe entre el balance de la velocidad de deslizamiento del límite de grano austenítico y los procesos de recuperación a altas temperaturas, donde la fuerza motriz para la recristalización dinámica es alta. La restricción del contenido de Al está fuertemente vinculado con los niveles de N disueltos en el acero, ya que a mayor contenido de Al como de N, se fomenta la formación de precipitados burdos de AlN, los cuales se alojan en los límites de grano, al igual que precipitados del tipo NbCN y VN también en los límites de grano, lo que permite la formación de una fractura del tipo intergranular. Aunado a este hecho, se han observado cavidades de forma alargada en los límites de grano, sobre todo en los puntos triples. El deslizamiento de los límites de grano promueve la formación y coalescencia de cavidades. A mayor grado de deformación, el crecimiento de cavidades se desarrolla en los puntos triples entre granos, razón fundamental de la caída de la ductilidad en el rango de temperaturas de 700-900°C, además de su vinculación con inclusiones del tipo MnS, donde la velocidad de deformación y tamaño de grano, la ductilidad de la austenita está determinada también por la presencia de inclusiones y de partículas en los límites de grano. Por otro



lado, a mayores temperaturas ($>1000^{\circ}\text{C}$) la ductilidad en caliente mejora, atribuyéndose al avance de la DRX, nucleando en las regiones de los granos altamente deformados, aislando o aniquilando las microcavidades, impidiendo su coalescencia y posterior crecimiento en los límites de grano y, por lo tanto, mejorando así esta propiedad a altas temperaturas, donde se han reportado valores de hasta un 84% de reducción de área a 1200°C . Adicionalmente, se ha observado que un contenido de Al de 1.5% (en peso) refuerza a las aleaciones ferrosas con alto contenido de Mn en deformaciones a altas temperaturas. Sin embargo, Wang y colaboradores [158] señalaron que los aceros TWIP (Fe-23Mn-3Si-3Al) procesados por la ruta convencional de laminado en caliente son muy propensos de presentar grietas transversales, pero por el contrario, esta falta de conformabilidad en caliente se mejora implementando el proceso de colada de chapa de acero en cinta (Twin-Roll Strip Casting, por sus siglas en inglés).

1.8 Análisis de la textura.

Casi todos los sólidos con aplicaciones ingenieriles son policristalinos y sus componentes unitarios son denominados cristales o granos. En la mayoría de los materiales existe un patrón en las orientaciones y esto ocurre durante la cristalización a partir de un estado líquido a un estado sólido y subsecuentemente, mediante un proceso termomecánico. Cada cristal presenta una orientación específica respecto a un sistema de referencia y la distribución de las orientaciones se denomina textura [82,159].

La importancia de la textura radica en el hecho de que ciertas propiedades de los materiales están vinculadas a una textura específica. Algunos ejemplos de propiedades [160] son el módulo de Young, el cociente de Poisson, la permeabilidad magnética, la conductividad eléctrica, la expansión térmica y, la que compete en este estudio, la ductilidad. Se ha establecido que la influencia de la textura en las propiedades del material es en muchos casos del 20 al 50% de los valores de las propiedades [160].

El análisis de los cambios de textura durante un tratamiento térmico y mecánico en los materiales proporciona información importante acerca de los mecanismos que participan, incluyendo la deformación, la recristalización y las transformaciones de fase.



El procesamiento del acero involucra por lo menos cinco distintos conjuntos de mecanismos de desarrollo de la textura [161]:

- i. Deformación de la austenita (durante la laminación en caliente).
- ii. Recristalización de la austenita (durante y después de la laminación en caliente).
- iii. Transformación de la austenita (enfriamiento después de la laminación).
- iv. Deformación de la ferrita (durante la laminación en frío).
- v. Recristalización dinámica durante el recocido después de la laminación en frío.

1.8.1 Medición de la textura.

Convencionalmente la textura es descrita por medio de la figura de polos, la cual se obtiene mediante la técnica de difracción de rayos-X, sin embargo, la información contenida en la figura de polos es incompleta y confusa. Una manera de obtener mayor información de las componentes de textura es mediante la función de distribución de orientación, ODF (Orientation Distribution Function, por sus siglas en inglés), la cual especifica la frecuencia de orientaciones particulares en un espacio tridimensional llamado espacio de Euler [162].

La función de distribución de orientaciones se define como una función que describe la intensidad o probabilidad con la cual una orientación dada aparece en la textura correspondiente. Se puede utilizar la textura para analizar la estadística de la orientación de una población de granos individuales y considerar la ubicación espacial de estos granos (topografía). Esto permitiría estudiar los siguientes fenómenos:

- i. Efectos Locales en las propiedades: El efecto de las variaciones de las propiedades se magnificará donde los granos se agrupan en clústers más que en forma individual. Por ejemplo, la transmisión de deslizamiento se puede facilitar entre granos de orientaciones favorables (granos contiguos como los que se muestran en la **figura 1.32**).

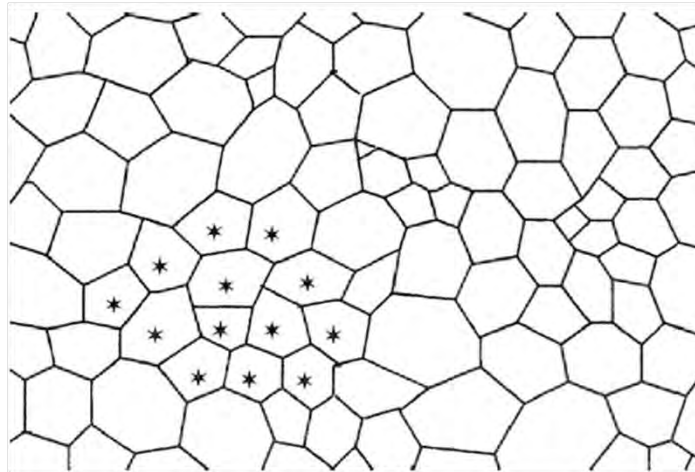


Figura 1.32. Granos contiguos [160].

- ii. Parámetros interfaciales: Si se conocen las orientaciones individuales es posible calcular la diferencia de orientación entre los granos vecinos y, por lo tanto, proveer información acerca de la distribución de los límites de grano, a veces llamada mesotextura.
- iii. Parámetros morfológicos o geométricos de los granos: Un análisis de microtextura permite establecer una relación entre los parámetros geométricos y la orientación de los granos.
- iv. Relaciones entre fases: Se puede obtener la textura de cada fase, la distribución de sus orientaciones y las relaciones de orientación entre los cristales individuales de cada fase.
- v. Mediación directa de las distribuciones de orientación cristalográfica: Las ODF obtenidas mediante la microtextura dan la distribución de la orientación real de los granos analizados.

Un método común y eficiente para medir la microtextura es mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersado, EBSD (Electron Backscatter Diffraction, por sus siglas en inglés). La técnica se basa en posicionar la muestra dentro de la cámara de microscopio electrónico de barrido (MEB), de tal forma que se hace un ángulo entre el haz de electrones incidentes y la superficie de la muestra. Esto permite que ocurra la difracción de los electrones retrodispersados y que escapen de la superficie de la muestra. El patrón resultante de difracción se captura en tiempo real y un algoritmo de computadora se encarga de obtener la orientación de cada patrón de difracción a partir del cual se obtiene la microtextura.

Para definir una orientación, se requieren dos sistemas de coordenadas, uno que relacione a toda la muestra y otro que relacione al cristal; típicamente se eligen sistemas cartesianos. Los ejes de la

muestra se elijen de acuerdo a superficies o direcciones importantes asociadas con la forma de la muestra. Por ejemplo, para un producto laminado, las direcciones asociadas son la dirección de laminación (DR), dirección a través del espesor (normal al plano de laminación, DN) y la dirección transversal (DT) (ver **figura 1.33**). El segundo sistema de coordenadas, llamado sistema del cristal, se especifica con direcciones [100], [010] y [001] para cristales cúbicos, tetragonales y ortorrómbicos [82].

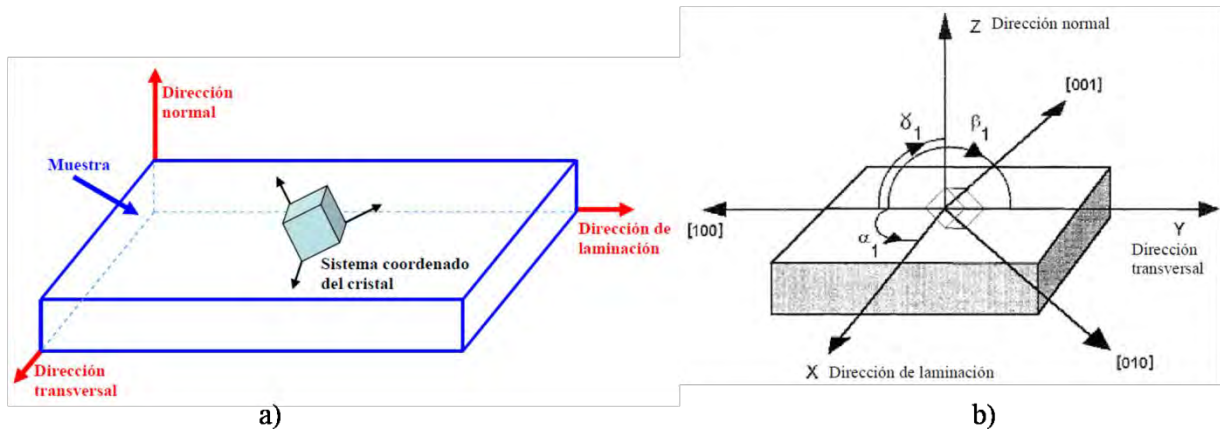


Figura 1.33. a) Sistema de referencia de una muestra para análisis EBSD y b) sistema de referencia del cristal [159].

Existe un sistema coordinado en el cual la orientación se puede expresar mediante sólo tres parámetros llamados ángulos de Euler, los cuales forman un sistema conocido como espacio de Euler. Los ángulos de Euler son tres rotaciones, que al seguir una cierta secuencia, transforman al sistema coordinado de la muestra al sistema coordinado del cristal. Las rotaciones más comúnmente utilizadas son las de Bunge (ϕ_1 , Φ y ϕ_2) y se expresan en la **figura 1.34**.

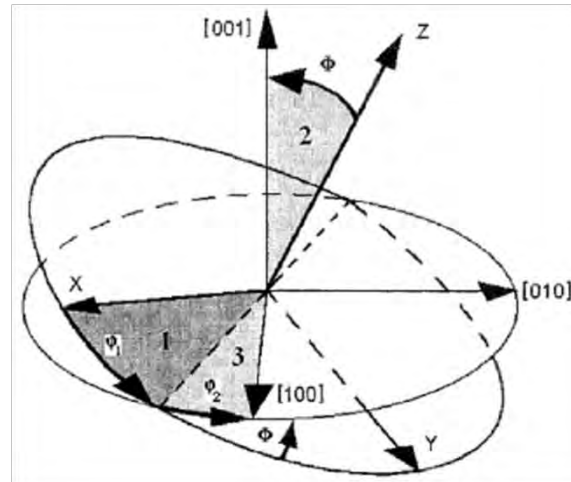


Figura 1.34. Ángulos de Euler [160].

Cada orientación expresada en términos de los ángulos de Euler puede ser representada como un punto en el espacio de Euler. Dicho espacio, **figura 1.35a**, es un sistema coordinado tridimensional cuyos ejes están definidos por los tres ángulos Euler [160]. Algunas orientaciones se encuentran a lo largo de cierto camino formando una fibra cristalográfica en el espacio de orientaciones. La **figura 1.35b** muestra las fibras más importantes que se pueden encontrar en los aceros en el espacio de Euler reducido [162].

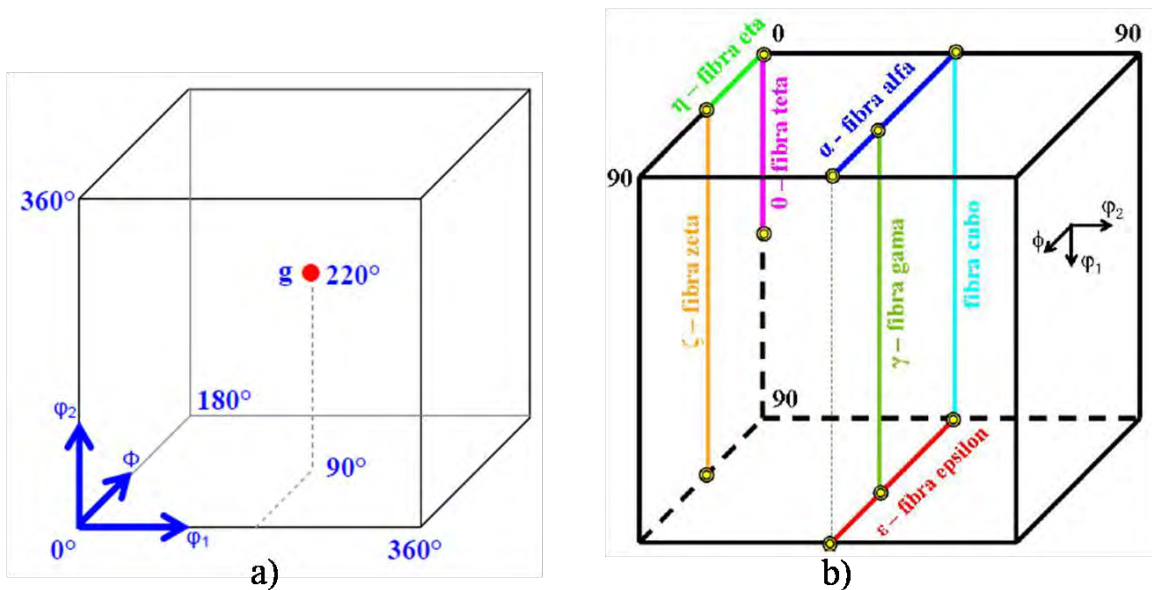


Figura 1.35. a) Espacio tridimensional definido por los ángulos de Euler y b) Fibras en el espacio reducido de Euler [160].



Las diferencias observadas en la orientación de los granos en cada material se pueden asociar a la presencia de una componente de textura específica. Las posiciones más significativas de las orientaciones de las texturas, tanto de recristalización como de deformación, para un material FCC han sido identificadas por Humphreys [81] y Segal [163] y se resumen en la **Tabla. 1.1**.

Tabla 1.1. Índices de Miller y ángulos de Euler de las orientaciones con texturas para materiales FCC [81,163].

Tipo	Componente	$\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Ángulos de Euler (Bunge)		
			φ_1	θ	φ_2
Deformación	Bs	$\{011\}\langle 211 \rangle$	35	45	0
	S	$\{123\}\langle 634 \rangle$	55	35	65
	Cu	$\{112\}\langle 111 \rangle$	90	30	45
	Shear ₁	$\{001\}\langle 110 \rangle$	0	0	45
	Shear ₂	$\{111\}\langle 110 \rangle$	0	55	45
	Shear ₃	$\{112\}\langle 110 \rangle$	0	35	45
Recristalización	Goss	$\{011\}\langle 001 \rangle$	0	45	0
	Cube	$\{001\}\langle 100 \rangle$	0	0	0
	RC _{RD1}	$\{013\}\langle 100 \rangle$	0	20	0
	RC _{RD2}	$\{023\}\langle 100 \rangle$	0	35	0
	RC _{ND1}	$\{001\}\langle 310 \rangle$	20	0	0
	RC _{ND2}	$\{001\}\langle 320 \rangle$	35	0	0
	P	$\{011\}\langle 122 \rangle$	70	45	0
	Q	$\{013\}\langle 231 \rangle$	55	20	0
R	$\{124\}\langle 211 \rangle$	55	75	25	

Con el fin de clarificar las diferencias significativas entre los materiales, se procede a hacer un análisis desde el punto de vista cristalográfico mediante el uso de las figuras de polos y la función de distribución de orientación. Las figuras de polos patrón utilizadas están proyectadas sobre los planos $\{100\}$, $\{110\}$ y $\{111\}$ y se muestran en la **figura 1.36 a-c**.

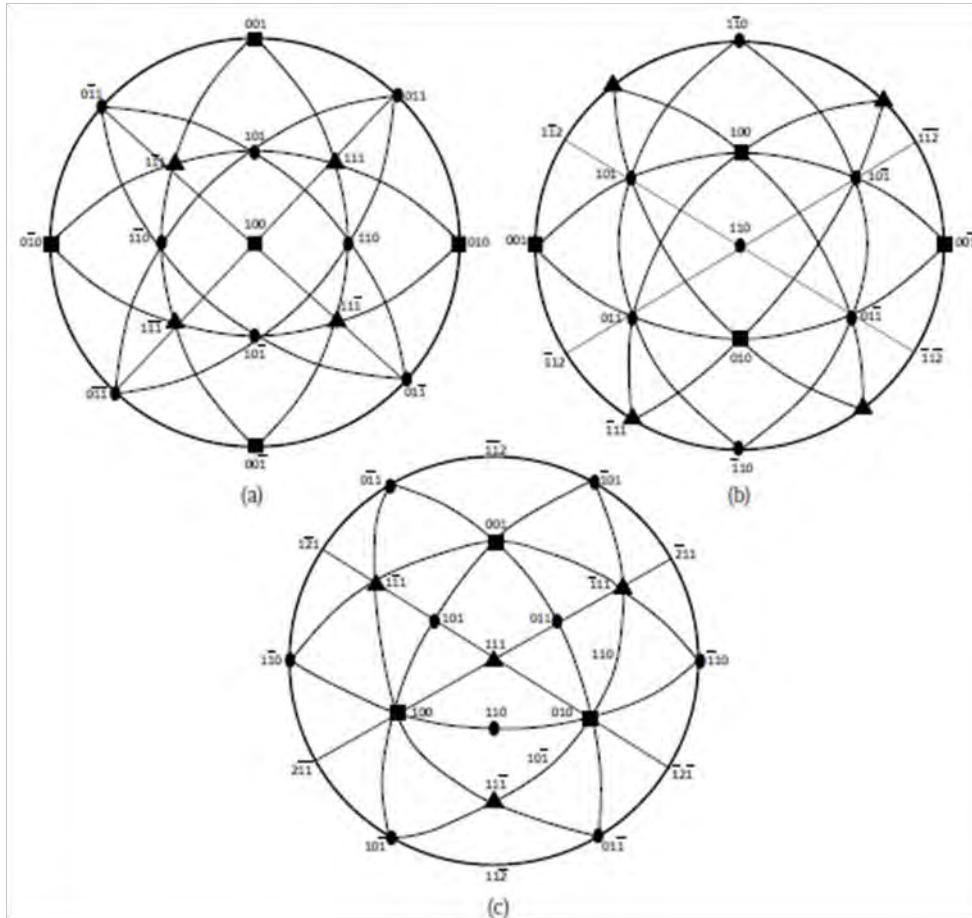


Figura 1.36. Proyecciones estereográficas patrón: a) Plano {100}, b) Plano {110} y c) Plano {111} [164].

Capítulo II

DESARROLLO EXPERIMENTAL

CAPITULO II

Desarrollo experimental.

El diagrama de flujo para el desarrollo experimental del presente proyecto de investigación, presentado en la **figura 2.1**, resume de manera general la ruta, técnicas experimentales y procedimientos que se llevaron a cabo para alcanzar los objetivos planteados.

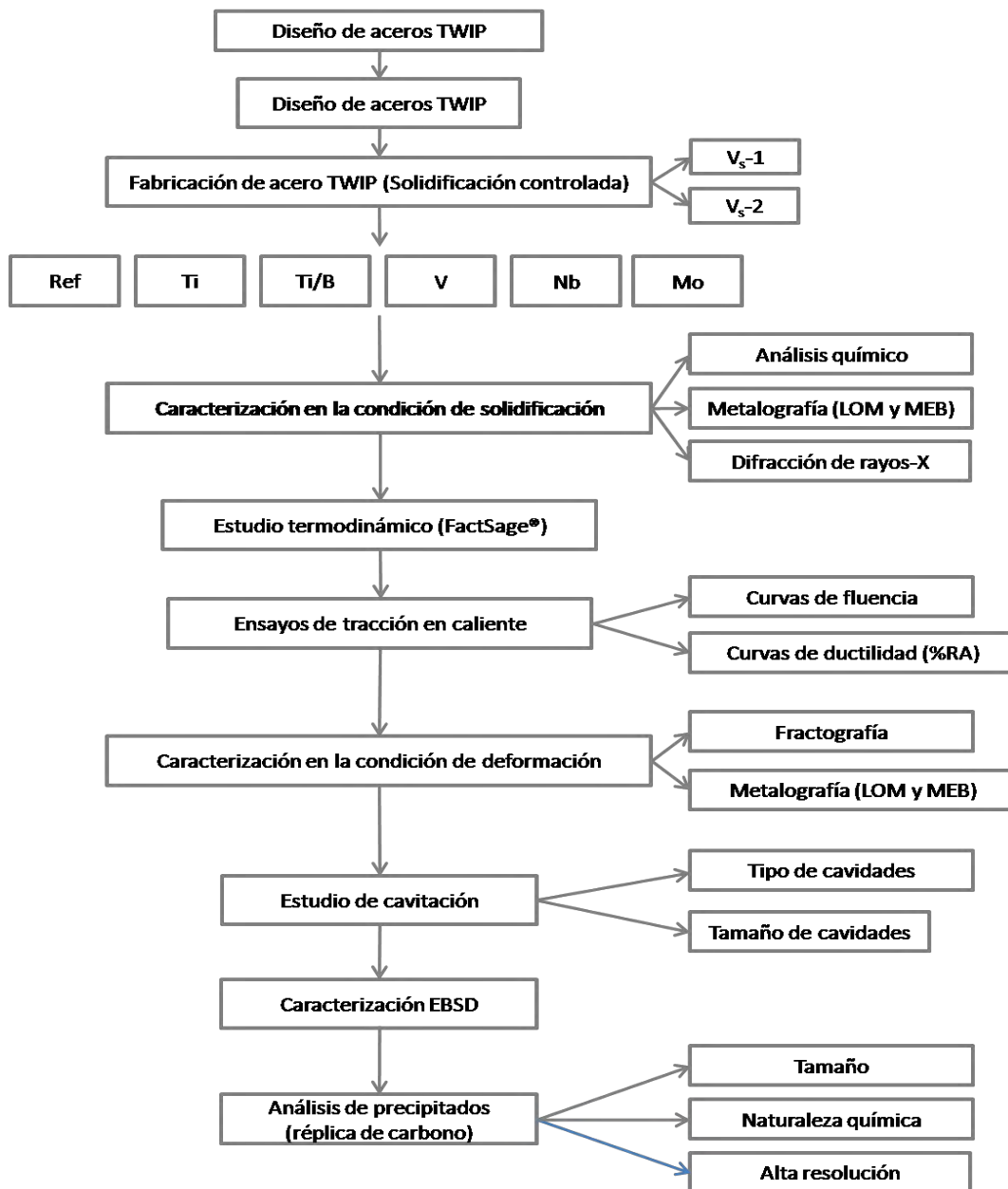


Figura 2.1. Diagrama de flujo del desarrollo experimental.



2.1 Diseño de aceros TWIP.

Esta etapa corresponde a la determinación de los elementos aleantes y microaleantes presentes en los aceros TWIP, de tal forma que se garantice la condición de fase austenítica estable de la aleación, así como declaración de las propiedades mecánicas en términos de su respuesta al maclado. De tal manera que se consideró llevar a cabo coladas de aceros TWIP de composición base Fe-20Mn-0.45C-1.5Al-1.5Si y microaleados por separado con Ti, Ti/B, V, Nb y Mo con la intención de evaluar el efecto de cada uno de ellos sobre el comportamiento de la ductilidad en caliente. En la **Tabla 2.1** se muestran las composiciones químicas diseñadas para la fabricación de aceros TWIP. La composición química base propuesta representa ser una de las cuales asegura la fase austenítica estable y efecto TWIP a temperatura ambiente, con contenido mínimo de Mn.

Es importante señalar que en el grupo de trabajo del Departamento de Metalurgia Mecánica y de Fundición del IIM-UMSNH, se ha establecido un procedimiento de fabricación para este tipo de aceros.

Tabla 2.1. Composición química esperada en los aceros TWIP.

ELEMENTO	ACEROS TWIP (% en peso)					
	TW-REF	TW-Ti	TW-Ti/B	TW-V	TW-Nb	TW-Mo
C	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45
Mn	20	20	20	20	20	20
Al	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Si	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Ti	-	0.05	10.5 ppm	-	-	-
B	-	-	40 ppm	-	-	-
V	-	-	-	0.10	-	-
Nb	-	-	-	-	0.05	-
Mo	-	-	-	-	-	0.10
Fe	Bal.	Bal.	Bal.	Bal.	Bal.	Bal.

2.1.1 Predicción de fases presentes en los aceros TWIP.

Se realizó un estudio termodinámico mediante el empleo de la paquetería comercial FactSage® que emplea diferentes módulos, bases de datos y ecuaciones termodinámicas que permite al usuario determinar una serie de parámetros en estado de equilibrio, generándose así tablas, gráficos y figuras de interés. Bajo este concepto, se determinaron los diagramas de fase, las temperaturas de



transformación y la naturaleza de las fases precipitadas, empleando el módulo para aceros FSStel en el rango de temperaturas de 600-1600 °C cada 10 °C. Las fases fueron predichas usando un modelo de subred conteniendo sitios intersticiales para el C, N y vacancias.

2.1.2 Selección de la condición de solidificación.

Cabe mencionar que el presente trabajo de investigación tiene como finalidad estudiar el comportamiento de la ductilidad en caliente enfocado de dos maneras muy particulares, la primera que corresponde a la evaluación del efecto de los elementos microaleantes y la segunda donde se toma en cuenta la estructura de colada bajo dos condiciones de solidificación, muy similares a las desarrolladas en la fabricación de acero a través de la tecnología de colada continua de planchón, tanto convencional como delgado. Los materiales con los cuales se pueden construir las lingoteras/moldes para colar los aceros TWIP que permiten alcanzar las condiciones de enfriamiento, en K/s y, solidificación específica, a través de la extracción de calor, que permiten controlar la estructura de colada son:

- 1) Arena sílica (molde de arena, MA): Impone una condición de solidificación equivalente a la que se desarrolla en la colada continua de planchón convencional.
- 2) Chapa de acero comercial (molde metálico, MM): Impone una condición de solidificación equivalente a la que se desarrolla en la colada continua de planchón delgado.

2.1.3 Predicción de la velocidad de solidificación.

En la **figura 2.2 a-b** se presentan las dimensiones de los moldes contemplados para realizar el vaciado del acero TWIP. 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 simulación matemática a través del código comercial ANSYS®. 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. Además, es uno de los pocos códigos comerciales que cuentan con un módulo térmico bien definido, que permite trabajar satisfactoriamente en dos dimensiones para

tratar efectos consistentes de axisimetría en la construcción y discretización de los sistemas en cuestión. Para calcular satisfactoriamente las curvas de enfriamiento correspondientes a los dos materiales con los cuales se construyeron los moldes para el vaciado, fue necesario tomar en cuenta una serie de consideraciones, tanto del tipo geométrico como de frontera. Así mismo, es muy importante contar con las diferentes propiedades termofísicas y termodinámicas de los materiales, que garanticen el éxito perseguido. En las **Tablas 2.2, 2.3 y 2.4** se muestran los valores de tales propiedades.

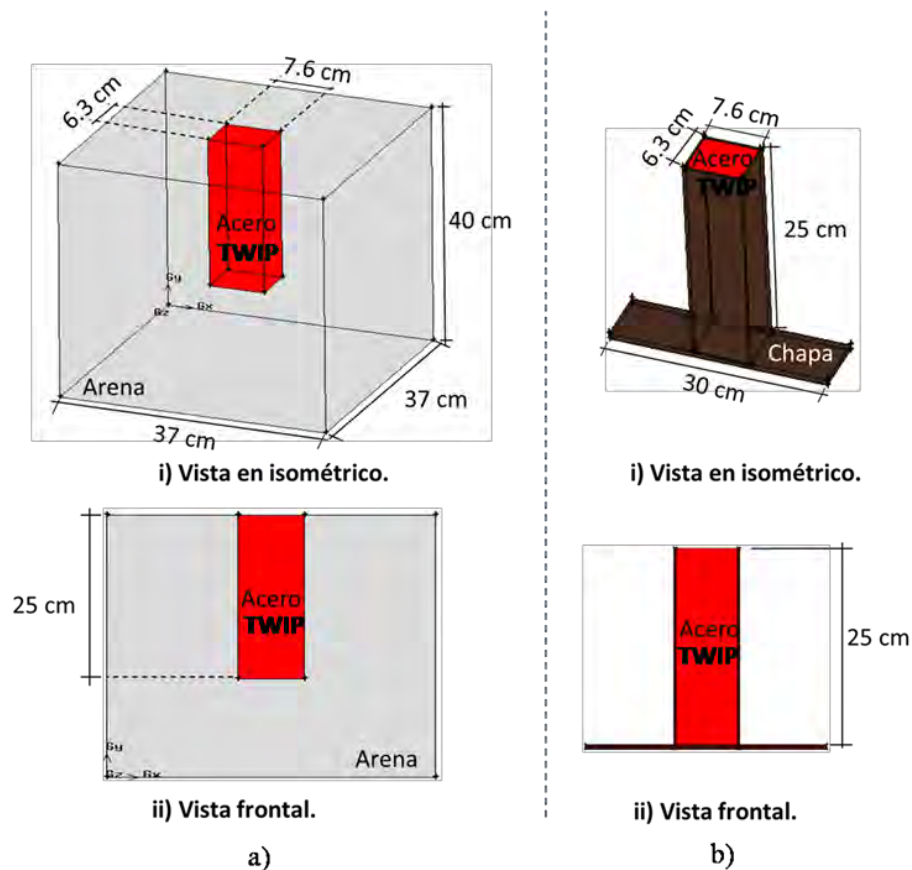


Figura 2.2. Dimensiones de los moldes para controlar la estructura de solidificación de los aceros TWIP: a) Molde de arena (MA) y b) Molde metálico (MM).

Tabla 2.2. Propiedades termofísicas de la arena sílica [166,167].

PROPIEDAD	VALOR
Conductividad térmica, k	0.52 W/mK
Calor específico, Cp	1170 J/kgK
Densidad, ρ	1600 kg/m ³



Tabla 2.3. Propiedades termofísicas de la chapa de acero comercial [166,167].

TEMPERATURA, K	CONDUCTIVIDAD TÉRMICA, W/mK	CALOR ESPECÍFICO, J/kgK	ENTALPIA, J/m ³
1033	28.5	986	5.58e+09
1700	31.9	772	7.71e+09
1723	32.3	787	9.90e+09
1788	30.0	787	1.01e+10

Tabla 2.4. Condiciones frontera para la simulación [166,167].

DESCRIPCIÓN	VALOR
Temperatura de solidus, T_s	1700 K
Temperatura de liquidus, T_L	1723 K
Temperatura de colada, T_c	1788 K
Calor latente de fusión, L_f	272 kJ/kg
Coficiente de transferencia de calor de la arena, h	11.45 W/m ² K
Coficiente de transferencia de calor del acero, h	125 W/m ² K

Con los valores dimensionales de la geometría de cada uno de los moldes descritos en la figura 2.2, se procedió a realizar la construcción de los modelos mediante puntos, líneas y áreas. El módulo térmico que emplea ANSYS® para resolver problemas de la índole anteriormente señalada, es un tipo preestablecido de discretización, denominado PLANE 55, que utiliza elementos cuadrados que resultan de unir nodos adyacentes y contiguos. Así, la discretización de la geometría de cada uno de los moldes establecidos, al hacer consideraciones de axisimetría, se ilustra en la **figura 2.3 a-b**. Las condiciones frontera se aplican sobre las líneas creadas, se ingresan las propiedades para cada uno de los materiales definidos en el sistema, acero líquido y molde y, además una serie de datos operacionales que ayudan a lograr una convergencia satisfactoria. Este tipo de problemas requiere una solución dependiente del tiempo, por lo tanto, se selecciona la opción de simulación en estado transitorio. Los valores de las propiedades termofísicas tomadas en cuenta para la simulación, obedecen a los criterios con que fueron determinados experimentalmente para cada material, es por ello que estos pueden variar de autor a autor y dependiendo de la composición química.

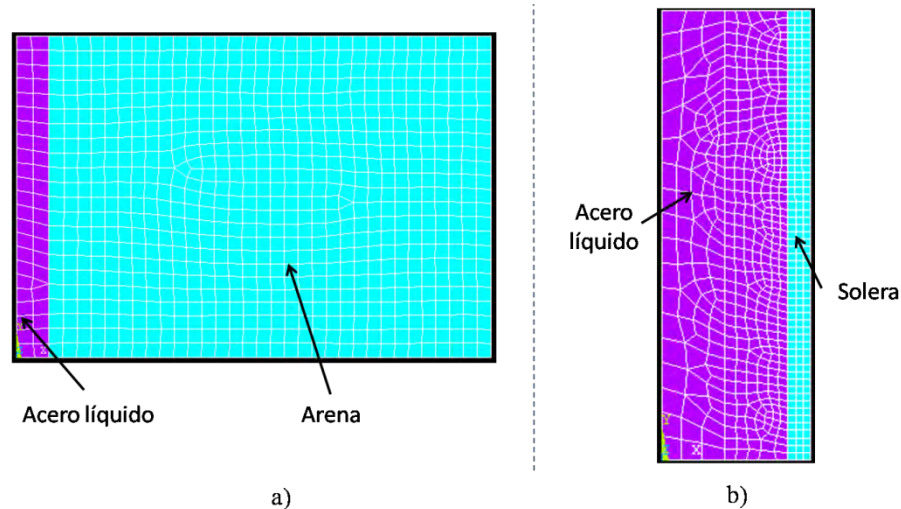


Figura 2.3. Discretización de los sistemas: a) Molde de arena sílica y b) Molde metálico. El color purpura representa la fase líquida (acero TWIP) y el azul la fase sólida (molde).

2.2 Fabricación de los aceros TWIP.

La fusión y colada de los aceros TWIP se llevó a cabo el Laboratorio de Fundición del IIM-UMSNH, haciendo uso de un horno de inducción de atmósfera abierta con capacidad máxima de 32 kg. La capacidad de acero líquido que el horno puede fundir depende directamente del espesor del revestimiento refractario. La cantidad de acero líquido a fundir se estableció mediante el cálculo entre el volumen de cada una de los dos moldes y la densidad del acero TWIP en estado líquido más la cantidad de acero líquido contenida en las mazarotas, arrojando un total de 21 kg.

2.2.1 Cálculo de carga.

Así, una de las etapas más críticas e importantes, para lograr tener éxito en cada una de las fusiones, es la correspondiente a la correcta adición de cada uno de los elementos que forman la aleación. Para fabricar 21 kg de acero TWIP líquido se procedió a realizar el cálculo de carga correspondiente, partiendo del consumo de chatarra de primera calidad baja en carbono (Low Carbon), de material rico en carbono (metal Sorel) y de los diferentes elementos aleantes y microaleantes; todos ellos de alta pureza. Las composiciones químicas de la chatarra y del metal Sorel se muestran en la **Tabla 2.5** y, las composiciones y eficiencias de los elementos aleantes y microaleantes se muestran en la **Tabla 2.6**.



Tabla 2.5. Composición química de chatarra y metal Sorel (proporcionados por el proveedor).

ELEMENTO	CHATARRA (L.C.), %	SOREL (Fe-C), %
C	0.031	4.05
Si	0.037	0.132
Mn	0.127	0.028
P	0.08	0.03
Al	0.013	0.023
V	0.011	-
Fe	99.701	95.737

Tabla 2.6. Composición química, eficiencia y presentación de los elementos de aleación y microaleación (proporcionados por el proveedor).

FORMA DE LA ALEACIÓN	COMPOSICIÓN	EFICIENCIA	PRESENTACIÓN
Mn electrolítico	99.9% Mn	0.75	Hojuela
Sorel (Fe-C)	4.05% C – 95% Fe	0.7	Plaqueta
Al _{metálico}	99.9% Al	0.8	Granalla
Si _{metálico}	98% Si	0.9	Grano
Fe-V	82% V – 18% Fe	0.98	Grano
Fe-Ti	74% Ti – 26% Fe	0.4	Grano
Fe-Nb	40% Nb – 60% Fe	0.9	Grano
Fe-Mo	70% Mo – 30% Fe	0.9	Grano
B _{metálico}	99.9% B	0.999	Grano

El balance de carga se inicio conociendo la cantidad de acero TWIP líquido a obtener, la cual es de 21 kg, e indicando el porcentaje en peso de cada uno de los elementos para cada tipo de acero TWIP a obtener, teniendo en cuenta la composición química nominal del acero TWIP (Fe-20Mn-0.45C-1.5Si-1.5Al) y 0.2% en peso del elemento microaleante (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo). Para ello se realizaron los cálculos correspondientes en base a la aplicación de reglas de tres, determinándose así las cantidades de las materias primas de los elementos de aleación y de microaleación. Así, en la Tabla 2.7 se muestra resumidamente el balance de carga para cada una de las fundiciones.



Tabla 2.7. Resumen del balance de materia para la fabricación de cada uno de los aceros TWIP.

Aleantes para la colada base		Microaleantes	
Chatarra (Fe) bajo C	16.0755	Fe-Ti	0.016 kg
Mn	4.2	Ti/B	0.0094 kg/0.00197 kg
Sorel® (C)	0.0945	Fe-V	0.03297 kg
Si	0.315	Fe-Nb	0.03680 kg
Al	0.315	Fe-Mo	0.0038 kg
TOTAL		21.0 kg + Microaleante	

2.2.2 Proceso de fabricación.

2.2.2.1 Acondicionamiento del horno y de la olla de vaciado.

Otra de las etapas críticas e importantes para llevar a cabo la fusión de los aceros TWIP es la referente a la preparación de los elementos que conforman la colada en el orden mostrado en la **figura 2.4**.

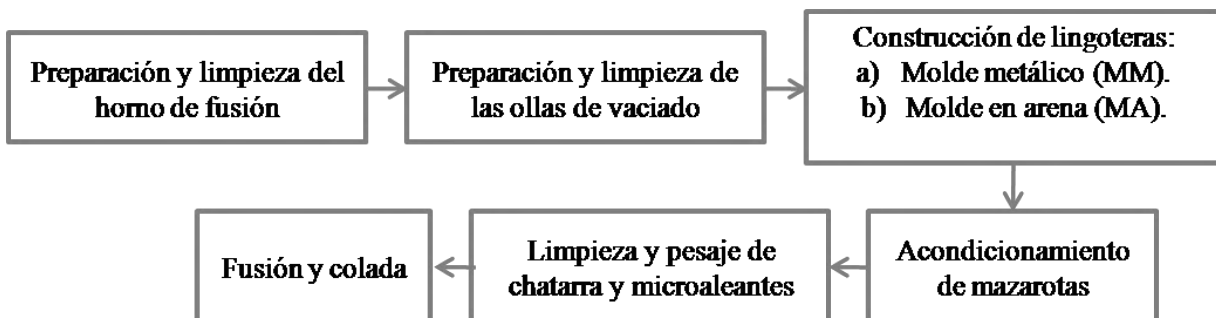


Figura 2.4. Ruta de fabricación de los aceros TWIP.

Las condiciones en las cuales se encuentra el horno de inducción son cruciales, es por ello que se requiere inspeccionar éste de manera exhaustiva. La primera actividad es la inspección del refractario del crisol que contendrá al acero líquido. Principalmente se debe de evaluar su desgaste así como la severidad de los agrietamientos que éste presente. Cualquier anomalía ya sea en el revestimiento refractario o en el sistema de enfriamiento del horno puede dañar severamente la bobina inductora (sobrecalentarla o fundirla), siendo un punto de posibles explosiones violentas. En la **figura 2.5** se presenta la configuración del horno de inducción del IIM-UMSNH, en primera instancia en una condición que requiere reparación y una segunda instancia correctamente preparado; así como una

olla de transferencia y vaciado de metal líquido, correctamente acondicionada. El material refractario de carácter básico que se utiliza para revestir tanto el horno como la olla es del tipo magnesia-apisonable. Para garantizar la aglomeración de las partículas refractarias se utiliza silicato de sodio más un poco de agua, adecuadamente sinterizadas.

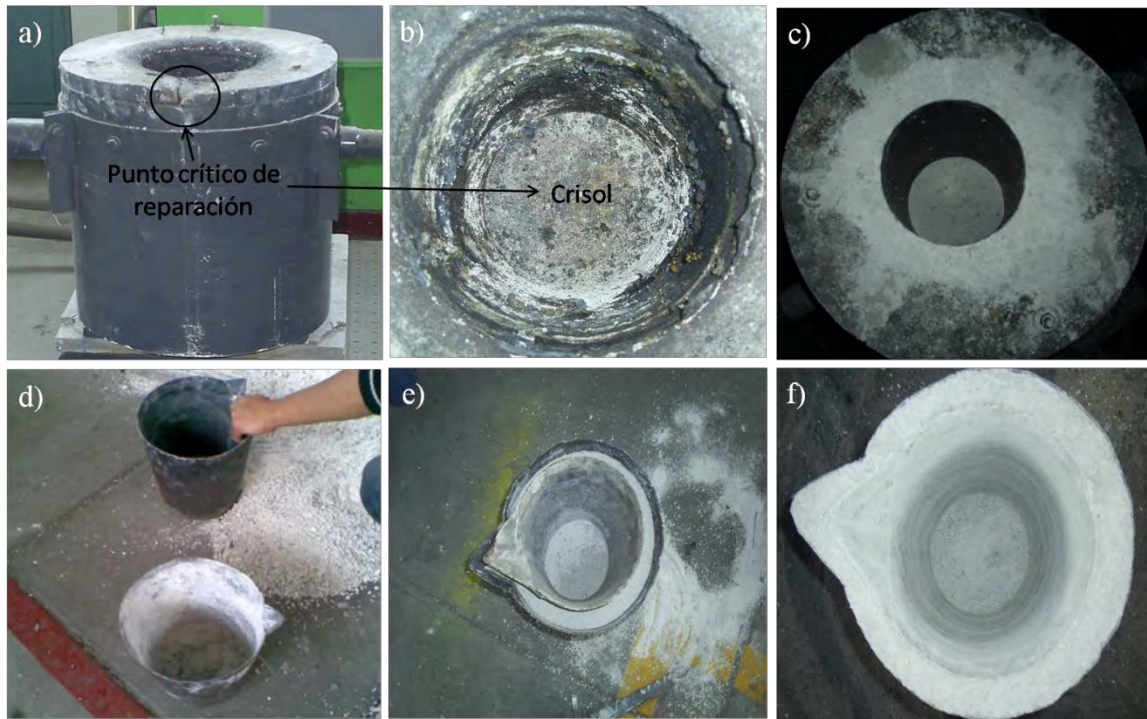


Figura 2.5. Horno de inducción: a) y b) Presentación del daño, c) Reparación correcta. Olla de vaciado: d) Moldes para revestir con refractario, e) y f) Acondicionamiento final.

2.2.2.2 Construcción de moldes.

La lingotera es un molde hueco construido de algún material apropiado que pueda contener acero líquido en su cavidad y, que será donde solidifique el acero, adquiriendo la forma característica. La finalidad de construir lingoteras para vaciar y solidificar los diferentes aceros TWIP es la de generar las condiciones de enfriamiento requeridas, además de propiciar el fácil corte y maquinado de las diversas probetas a ensayar.

- 1) Molde metálico (MM): Se construyó con solera de acero comercial de calibre 1/4x3 pulgadas, unida con puntos de soldadura eléctrica comercial de electrodo consumible, con las

dimensiones indicadas en la **figura 2.2b**. La construcción requirió de algunas consideraciones con la finalidad de compensar la concentración de esfuerzos térmicos por el choque térmico a la hora del vaciado, realizando entre las juntas de las placas de solera un bisel en 45° de inclinación, obteniéndose la forma mostrada en la **figura 2.6**. Adicionalmente, se adecuaron aditamentos para sostener la mazarota que, en su conjunto, forman la lingotera metálica.

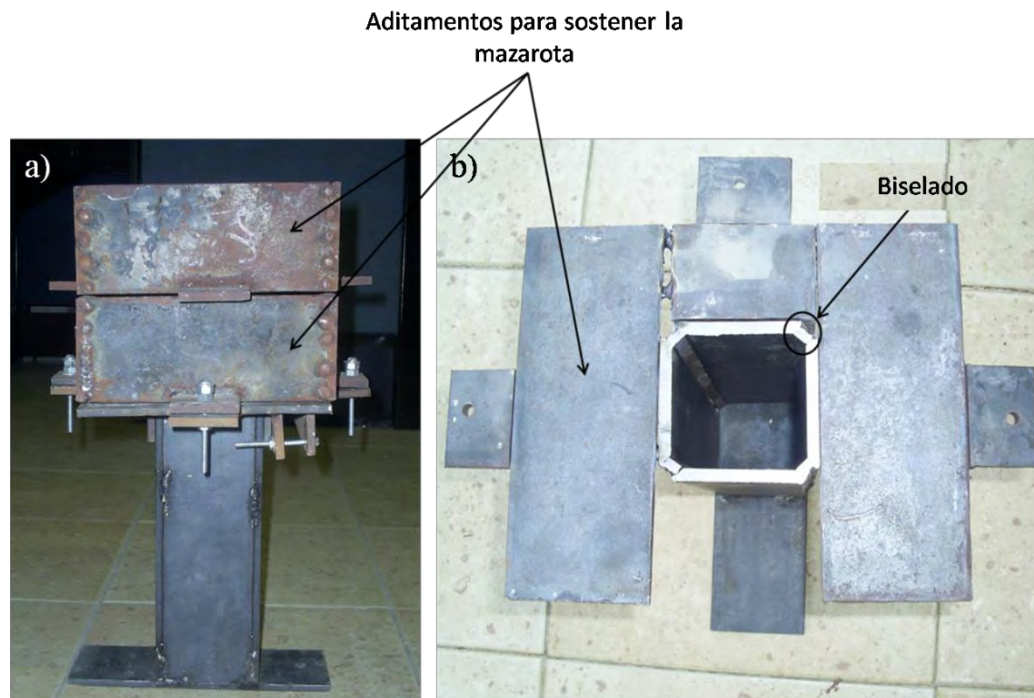


Figura 2.6. Molde metálico: a) Vista frontal y b) Vista superior.

- 2) Molde en arena (MA): El procedimiento general para construir el molde de arena en verde consta de varios pasos. Inicialmente se seleccionó la cantidad y calidad de la arena sílica (granos finos dan mejor acabado superficial). A continuación se sigue una receta típica de mezclado intenso que contempla 90% de arena, 7% de bentonita y 3% de humedad. Las dimensiones del molde de arena se indican en la **figura 2.2a**. Se utilizó una caja y media de moldeo cuadrada de 37 cm y se empleó un modelo de madera de pino con la forma de la cavidad a imprimir. La secuencia en la construcción del molde se muestra en la **figura 2.7**.

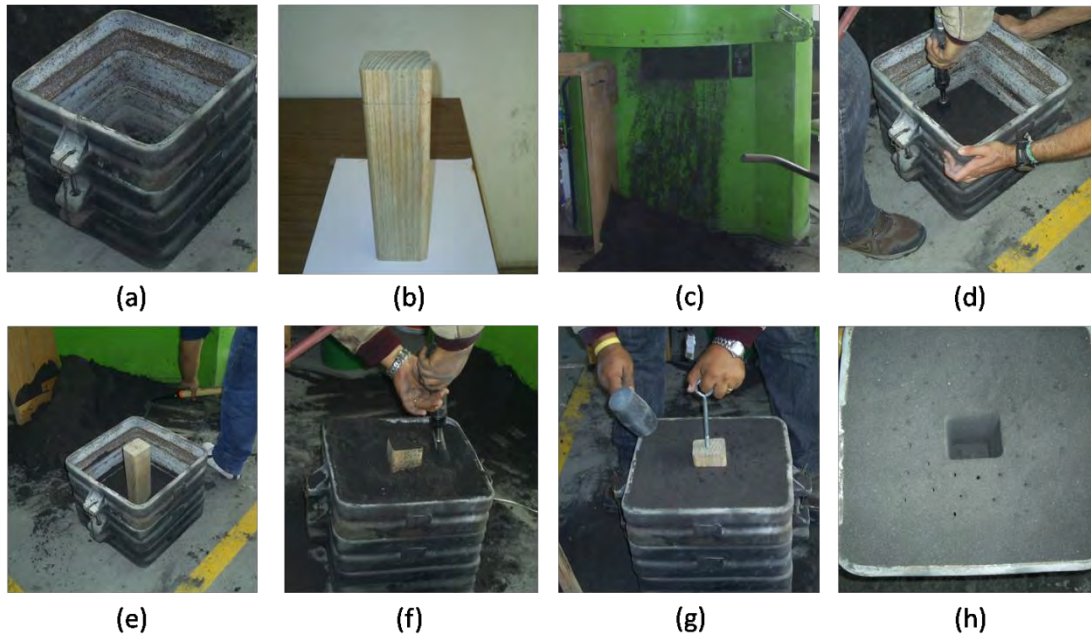


Figura 2.7. Secuencia de elaboración del molde de arena (MA).

2.2.2.3 Construcción de la mazarota.

Con la finalidad de obtener una pieza libre de defectos tales como rechupes, se emplearon mazarotas para el vaciado. La construcción consistió del empleo de dos cajas metálicas para cada tipo de molde (metálico y de arena) usando camisas exotérmicas de composición química conocida (ver **Tabla 2.8**). Este arreglo ayuda a mantener la temperatura del acero líquido de la parte superior del lingote lo más alta posible, dando lugar a contener los defectos productos de la solidificación. Esta camisa exotérmica fue rodeada por una mezcla de arena sílica virgen aglutinada con silicato de sodio y endurecida con gas CO_2 . La forma de la camisa exotérmica es de tipo cono truncado y sus dimensiones son 5.1 cm de diámetro interno superior por 4.5 cm de diámetro interno inferior y una altura de 14 cm. La **figura 2.8** muestra la secuencia seguida para la construcción de la mazarota.

Tabla 2.8. Composición química y propiedades físicas de la camisa exotérmica (Hamex S.A. de C.V.).

ANÁLISIS QUÍMICO	PROPIEDADES FÍSICAS
$\text{Al}_2\text{O}_3 = 55\text{-}58\%$	Densidad = 0.7-0.82 g/c.c.
$\text{SiO}_2 = 4\text{-}6\%$	Permeabilidad = 50-80 UASF
$\text{FeO} = 4\text{-}6\%$	Humedad = 2.0% máx.
$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O} = 7\text{-}10\%$	Resistencia al corte = 10 +/-5kg/cm ² mín.
$\text{Al}_{\text{metálico}} = 25\%$ mín.	Tipo de reacción = de 2 a 3 minutos
Orgánicos = 6-9%	

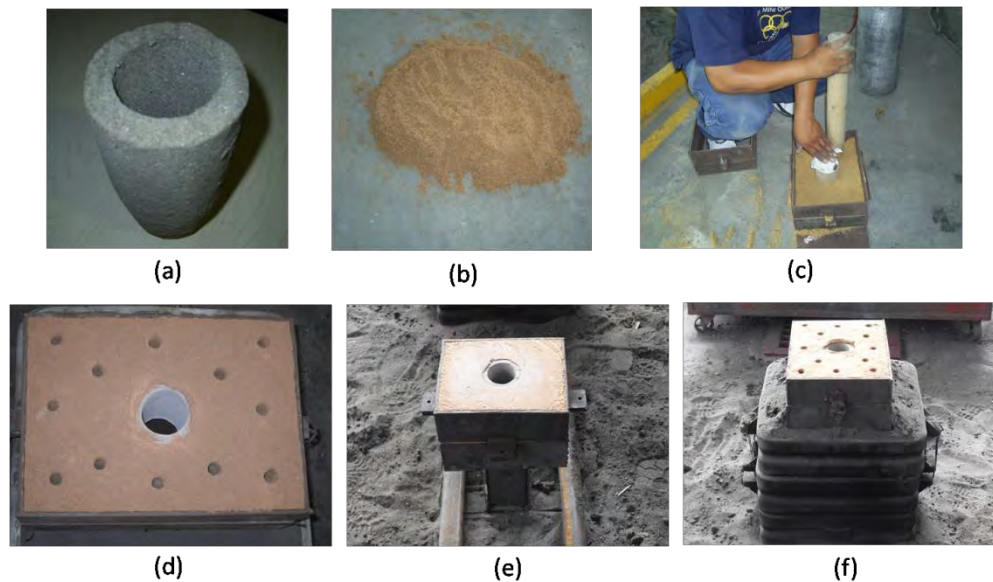


Figura 2.8. Construcción de la mazarota: a) Camisa exotérmica, b) Mezcla de arena sílica + aglutinante, c) Apisonado, d) Perforación para endurecer con gas CO_2 , e) y f) Configuración final en molde metálico y molde de arena.

2.2.3 Desarrollo de la colada.

Para llevar a cabo la fusión de las materias primas se siguió una secuencia de adición de las materias primas, así como del cuidado de las actividades pertinentes para realizar en forma y tiempo cada colada. Dichas actividades se describen en la **Tabla 2.9**. Sobre todo se cuidó de mantener las mismas condiciones de fabricación (temperaturas y orden de adición) para guardar un patrón metalúrgico similar que permita comparar y explicar diversos fenómenos relacionados con la fusión y la



solidificación (disolución de gases, estructura de colada y segregación). La adición de elementos microaleantes en forma de granos finos se realizó a través de su encapsulamiento en una caja de lámina de acero al carbono calibre 22 para asegurar su disolución y retención hasta el fondo de la olla. La **figura 2.9** resume de manera general los pasos descritos en la **Tabla 2.9**. Es de suma importancia enfatizar que en el laboratorio de fundición del IIM-UMSNH se cuenta con el equipo necesario y con una metodología adecuada para fabricar acero TWIP de buena calidad.

Tabla 2.9. Desarrollo general para la fabricación y colada de aceros TWIP.

ETAPA	ACTIVIDAD	OBSERVACIONES
Carga	1) Acomodo de la chatarra en el horno.	1) Revisión del refractario del horno. 2) Revisión del sistema de refrigeración y potencia del horno.
Fusión	1) Arranque del horno. 2) Incrementos en la potencia del horno. 3) Adición de metal Sorel. 4) Adición del Manganeso.	1) Inicio de la fusión de la carga. 2) Adición por partes de las plaquetas de metal Sorel. 3) Adición del Mn en pequeñas proporciones. 4) Uso de pirometro de inmersión en el baño metálico.
Ajustes en el horno	1) Verificación de la temperatura. 2) Adición del Silicio. 3) Estabilización de la temperatura. 4) Basculado del horno.	1) Ajuste de potencia del horno. 2) Uso de pirometro de inmersión. 3) Desconexión de la potencia del horno. 4) Temperatura de vaciado a la olla de ≈ 1550 °C.
Vaciado	1) Adición del Aluminio y elementos microaleantes en la olla de vaciado. 2) Vaciado del metal fundido en la olla. 3) Agitación del baño metálico en la olla. 4) Vaciado en las lingoteras.	1) Condición térmica de la olla: al rojo vivo. 2) Encapsulamiento de los elementos microaleantes.

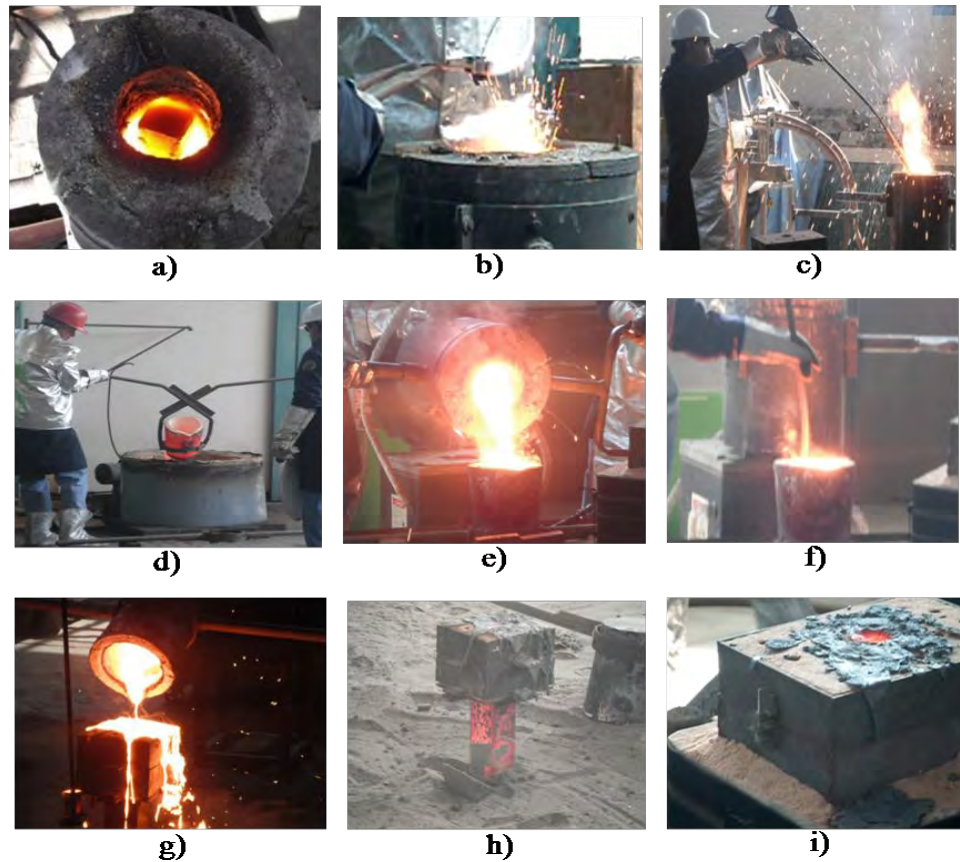


Figura 2.9. Secuencia de fabricación de aceros TWIP: a) Acomodo y fusión de chatarra, b) Adición de Sorel, Al y Si, c) Registro de temperatura, d) Calentamiento de la olla, e) Sangrado del horno, f) Adición de microaleantes y disolución en la olla, g) Vaciado y, h) e i) Solidificación.

Finalmente, en la **figura 2.10 a-b** se presentan los lingotes de aceros TWIP obtenidos mediante la solidificación en molde metálico (MM) y en molde de arena (MA), respectivamente.

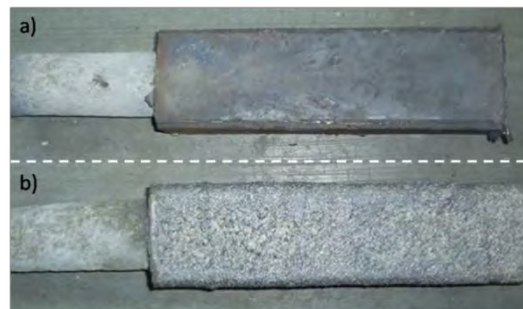


Figura 2.10. Aspecto final de los lingotes de acero TWIP solidificados en: a) Molde metálico (MM) y b) Molde de arena (MA).



2.2.4 Análisis químico.

Para la determinación de la composición química nominal de los diferentes aceros TWIP fabricados se empleó un espectrómetro de emisión de chispa del Centro Tecnológico de Manresa (Centre Tecnologic, CTM), España. Para ello se emplearon dos patrones de calibración que permitieran determinar los diferentes elementos de aleación y microaleación, a saber, uno que contempla patrones de calibración para aceros con alto contenido de manganeso, HMS (High Manganese Steels) y otro que contempla patrones de calibración para aceros de baja aleación, LAS (Low Alloy Steels). Lo anterior debido a 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 TWIP.

2.2.5 Caracterización estructural y metalográfica en la condición de solidificación.

El ensayo de difracción de rayos-X se utiliza como un método de análisis de la microestructura, que permite distinguir las fases presentes en un material, donde algunas de las cuales no pueden diferenciarse mediante otras técnicas (por ejemplo, la óptica). El fundamento teórico de esta técnica se basa en los diferentes ángulos de difracción que presentan las estructuras cristalinas en virtud de sus distancias interplanares características.

De tal manera que se utilizó la difracción de rayos-X para corroborar la fase austenítica en los diferentes aceros TWIP. En cada caso se empleó un difractómetro de rayos-X de la marca Siemens D5000 que trabaja a 20 kV y a 5 mA, perteneciente al IIM-UMSNH. Las probetas para este estudio se cortaron en las dimensiones de 10 x 10 x 20 mm, preparándose una superficie de ensayo correctamente desbastada seguida de limpieza ultrasónica. Las condiciones bajo las cuales se llevaron los ensayos fueron las siguientes:

- i. Tipo de ensayo: $\theta/2\theta$.
- ii. Rango de medición sobre 2θ : Desde 30° hasta 120° .
- iii. Incrementos: 0.02.
- iv. Velocidad de escaneo: 4.

Conjuntamente, se procedió a revelar la macroestructura de los aceros TWIP bajo las dos condiciones de solidificación. Se cortaron y prepararon metalográficamente probetas de 30 x 30 x 10 mm seccionando cada lingote en su parte inferior, y posteriormente se atacaron con el reactivo HCl-H₂SO₄-H₂O, el cual mostró ser la mejor fórmula para este caso. A la par, se realizó un estudio detallado en microscopia electrónica de barrido (MEB-EDS) para estimar el patrón de segregación de elementos soluto generado durante la solidificación. Para ello, se cortaron y se prepararon metalográficamente probetas representativas de 10x10x10 mm y, posteriormente, se realizó microanálisis del tipo puntual, barridos en línea y mapeos químicos, en un microscopio electrónico de barrido (MEB) de la marca JEOL modelo JMS-6400 con detector EDS, perteneciente al IIM-UMSNH. Para revelar la microestructura se realizó el ataque químico con Nital al 10% a 60 °C por un tiempo de 10 segundos de inmersión para el solidificado en molde metálico y 15 segundos para el acero solidificado en molde de arena, respectivamente. En la **figura 2.11** se muestra esquemáticamente la secuencia de seccionado de lingotes de acero TWIP para cada uno de los diferentes ensayos.

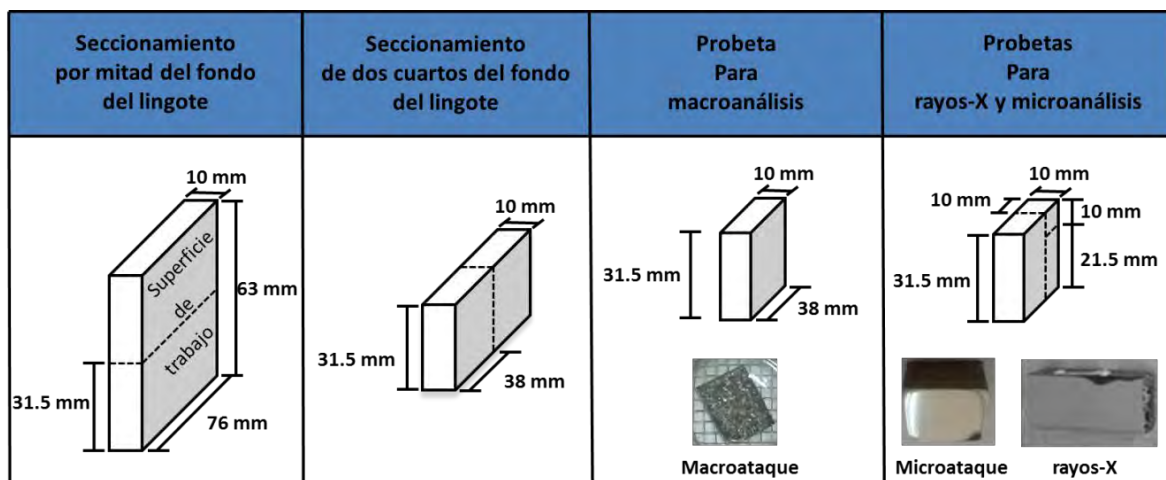


Figura 2.11. Seguimiento del seccionamiento de un lingote de acero TWIP para la obtención de probetas.

2.3 Maquinado de probetas según norma ASTM E 21-92 para ensayos de tracción en caliente.

Para la obtención de bloques de acero TWIP con las dimensiones necesarias de 31.5 x 38 x 80 mm para maquinar probetas estandarizadas de tracción en caliente según la norma ASTM E 21-09 [168], se seccionó cada lingote de acuerdo a la secuencia mostrada en la **figura 2.12**. Después se empleó un torno robusto de la marca FAMASA que puede operar hasta las 250 rpm, perteneciente al IIM-

UMSNH. Un resumen del procedimiento seguido para esta operación se muestra en la **figura 2.13 a-f**. Para sujetar los bloques se empleó el accesorio denominado “brida de arrastre”, la cual sirve de guía y así mismo sujeta a la probeta al “cabezal de sujeción” del torno, donde además la probeta también se apoya al “contra punto”. Esencialmente se obtuvo un cilindro de 22 mm de diámetro, que posteriormente se maquinó a las dimensiones especificadas en **figura 2.12b**.

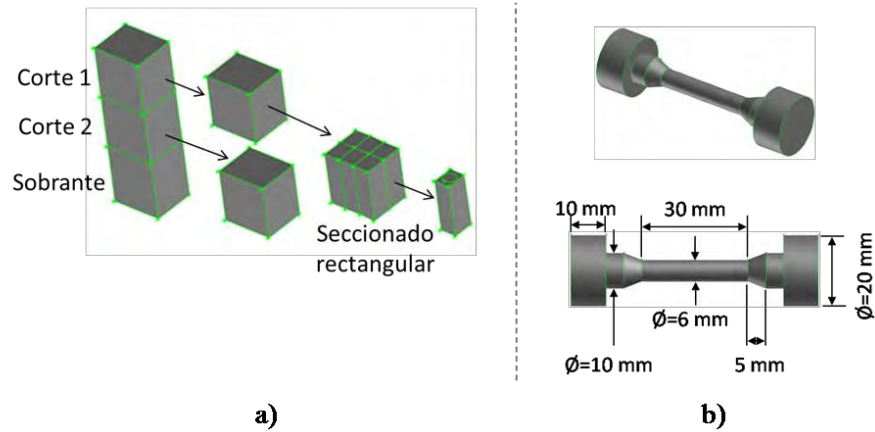


Figura 2.12. Preparación de probetas para ensayos de tracción en caliente: a) Corte y maquinado burdo y b) Probeta requerida.

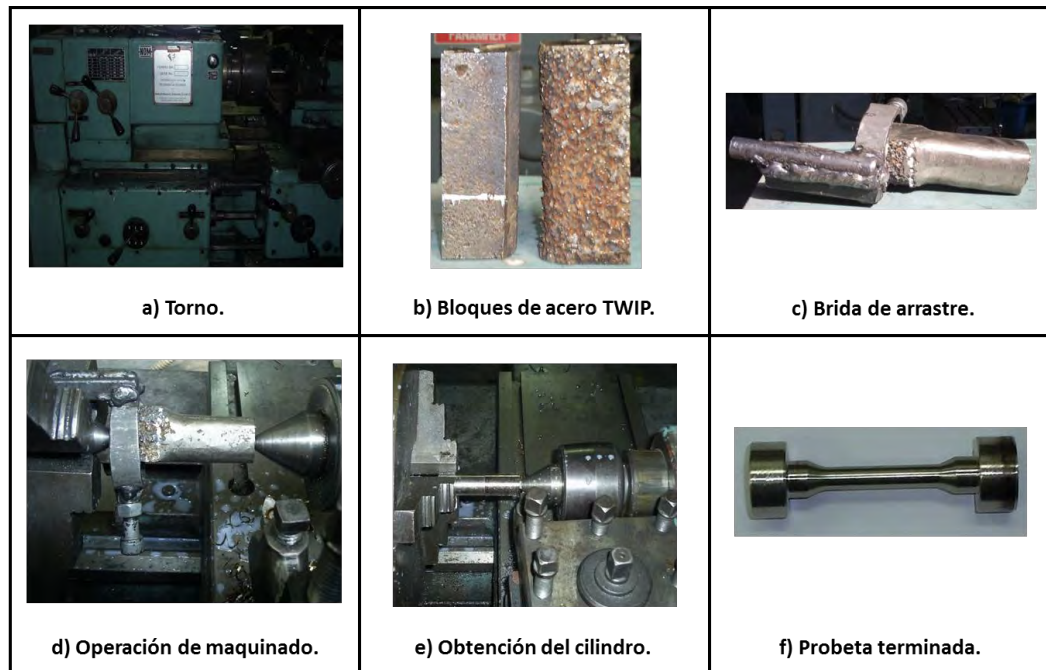


Figura 2.13. Operación de maquinado de probetas de acero TWIP para ensayos de tracción en caliente.



2.4 Ensayos de tracción en caliente.

Para evaluar la ductilidad en caliente de los diferentes aceros TWIP, se empleó el ensayo de tracción uniaxial en caliente mediante probetas denominadas “buttonhead samples” [84] que cumplen con las normas ASTM E 21-09 y E8-00M/E8M-09 [168,170], pruebas realizadas en el laboratorio de ensayos mecánicos de la Universidad Politécnica de Cataluña, España. La zona calibrada de las probetas presenta sección circular de 6 mm y longitud de 30 mm. En función del número de ensayos previstos y de las condiciones de los mismos, se determinaron las cantidades de probetas a maquinar. Para este fin, en la **Tabla 2.10** se presenta la matriz de experimentos. Los experimentos se llevaron a cabo a cinco temperaturas en el rango de 700 a 1100 °C y a una velocidad de deformación de 0.001 s^{-1} . En la **figura 2.14** se muestran los ciclos térmicos para cada ensayo. La metodología seguida consistió en realizar un calentamiento a 73.33 °C/min hasta la temperatura de homogenización de 1100 °C y permanencia de 15 minutos. Una vez alcanzada la condición de homogenización, se ajustó rápidamente la temperatura de ensayo y se mantuvo por un lapso de 5 minutos con la finalidad de lograr un empape de temperatura antes de iniciar el ensayo correspondiente. El equipo empleado para la realización de los ensayos de tracción uniaxial en caliente contempla una máquina INSTRON 4507 con una celda de carga de 100 kN que además cuenta con un horno de calentamiento por radiación modelo E4 Quad Elliptical Heating Chamber, de la Universidad Politécnica de Catalunya, Barcelona, España. La máquina de ensayos lleva acoplado un sistema de mordazas especiales que permite ensayar las probetas a temperaturas elevadas. Adicionalmente, se cuenta con un sistema de inyección de argón a través de tubos capilares que ayudan a mantener una atmósfera inerte y así evitar la pronta oxidación del material de ensayo debido al incremento de la temperatura, el cual también sirve para enfriar lo más rápido posible la zona de fractura una vez terminado el ensayo, tras la ruptura de la probeta, tal como se muestra en la **figura 2.15**. Además, el sistema cuenta con un software especial para controlar la velocidad de deformación constante y coleccionar los datos a las diferentes condiciones de ensayo (ver **figura 2.16**).



Tabla 2.10. Matriz de experimentos para evaluar la ductilidad en caliente de los aceros TWIP.

ACERO TWIP	CONDICIÓN DE SOLIDIFICACIÓN	TEMPERATURAS DE ENSAYO, °C	VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN, s ⁻¹	TOTAL DE ENSAYOS
TW-S/M	Vs-1 = MM	700, 800, 900, 1000, 1100	0.001	10
	Vs-2 = MA			
TW-Ti	Vs-1 = MM			10
	Vs-2 = MA			
TW-Ti/B	Vs-1 = MM			10
	Vs-2 = MA			
TW-V	Vs-1 = MM			10
	Vs-2 = MA			
TW-Nb	Vs-1 = MM			10
	Vs-2 = MA			
TW-Mo	Vs-1 = MM			10
	Vs-2 = MA			
TOTAL				60

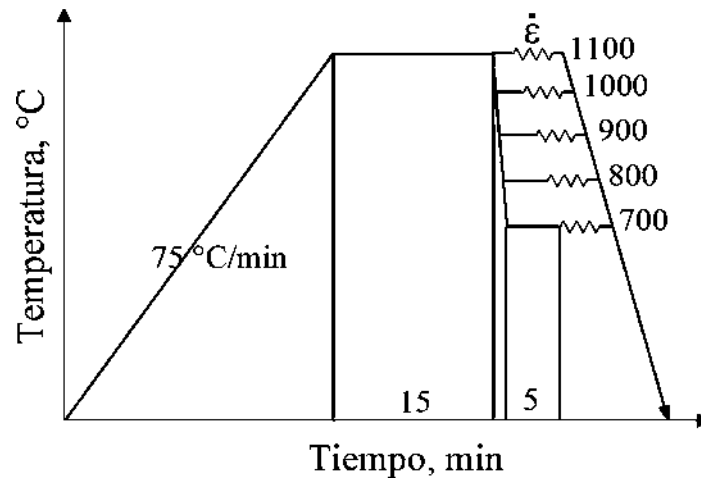


Figura 2.14. Ciclo térmico para los ensayos de tracción en caliente.

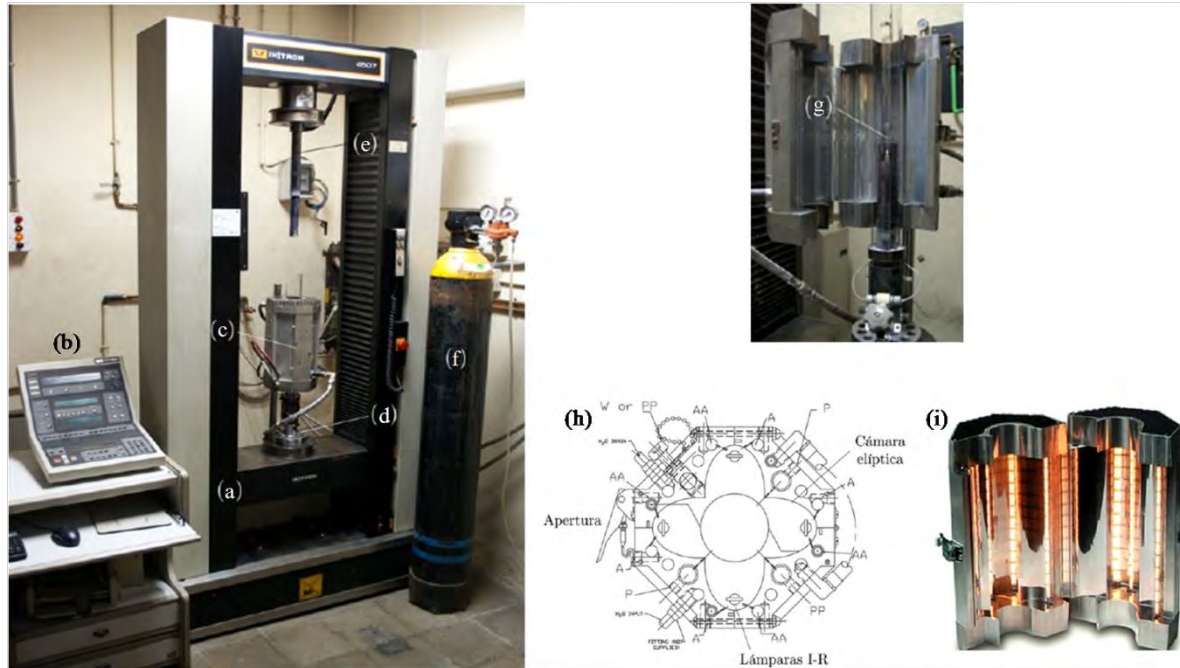


Figura 2.15. a) Máquina universal de ensayos INSTRON modelo 4507, b) Consola de operación, c) Consola de control, d) Mordaza inferior, e) Mordaza superior, f) Suministro de gas Ar, g) Probeta de tracción, h) Vista superior del diseño del horno de radiación de cámaras elípticas y i) Horno en funcionamiento.

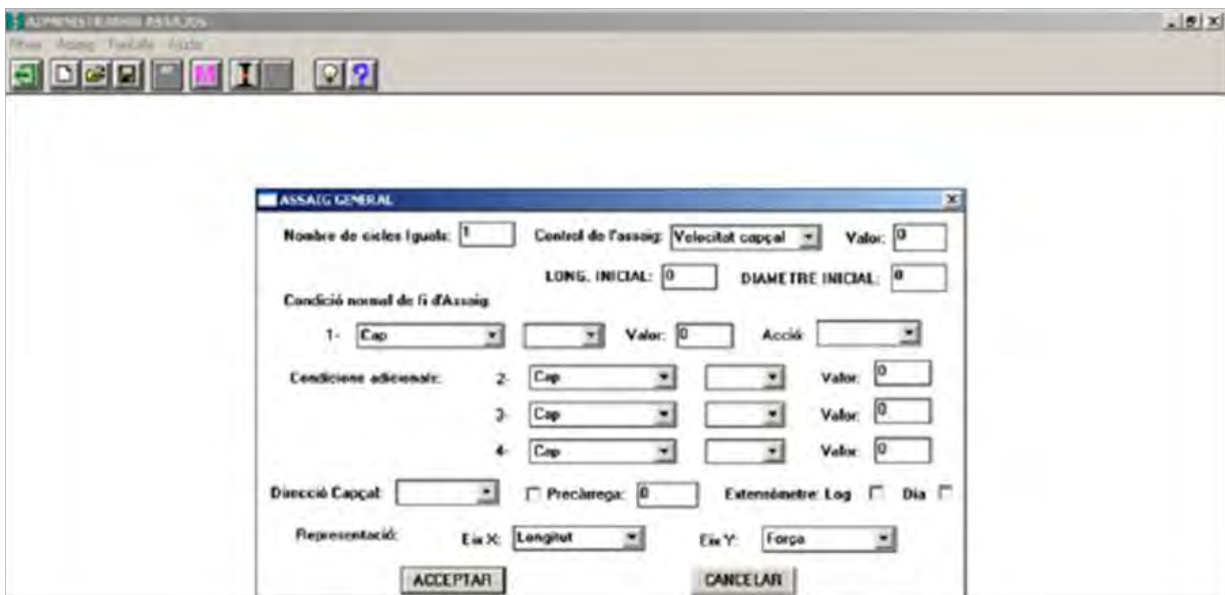


Figura 2.16. Captura del editor de procedimientos de la máquina INSTRON modelo 4507.

2.5 Fractografía.

Tras la ruptura de las probetas ensayadas en tracción en caliente, se realizó el corte transversal de cada probeta a una distancia de 10 mm desde la superficie de fractura. Posteriormente se llevó a cabo una minuciosa limpieza en ultrasonido usando etanol de alta pureza. Finalmente, las superficies de fractura se examinaron en un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL modelo 6400 operado a un voltaje de 15 kV, el cual está acoplado a un espectrómetro de energía dispersiva (EDS), perteneciente a la Universidad Politécnica de Cataluña (ver **figura 2.17**); con la finalidad de determinar el tipo de falla asociada con los mecanismos de formación de microgrietas.



Figura 2.17. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6400.

2.6 Caracterización microestructural en la condición de deformación.

2.6.1 Microscopía óptica (LOM) y electrónica de barrido (MEB).

Tras la realización del estudio fractográfico, a la sección transversal se le realizó cuidadosamente un corte longitudinal (dirección de aplicación de carga) con disco de diamante a la mitad del diámetro de la superficie de fractura utilizando una cortadora marca STRUERS modelo Secotom-10, ajustando una velocidad de avance baja de 0.010 mm/s a 5000 rpm y refrigerada, con la finalidad de evitar alterar térmica y superficialmente (soldar cavidades por arranque de material) cada probeta debido a la

acción de corte (ver **figura 2.18**). Una de las mitades obtenidas se embutió en baquelita y se preparó metalográficamente hasta obtener una superficie pulida a espejo. Posteriormente, para revelar la microestructura las muestras fueron atacadas químicamente con una solución acuosa compuesta de 50 ml de CrO_3 y 25 ml de HCl aforada al 25%, mediante inmersión por 10 segundos a temperatura ambiente. Así, se obtuvieron micrografías de la superficie de fractura a 50, 100 y 200 aumentos, en un microscopio óptico invertido NIPON EIPHOT 300. Para determinar la naturaleza química y tamaño de las partículas de segunda fases alojadas en las cavidades, se hizo uso de un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL 6400 operado a 15 kV acoplado con un espectrómetro de energía dispersiva (EDS); ambos equipos pertenecientes al IIM-UMSNH.

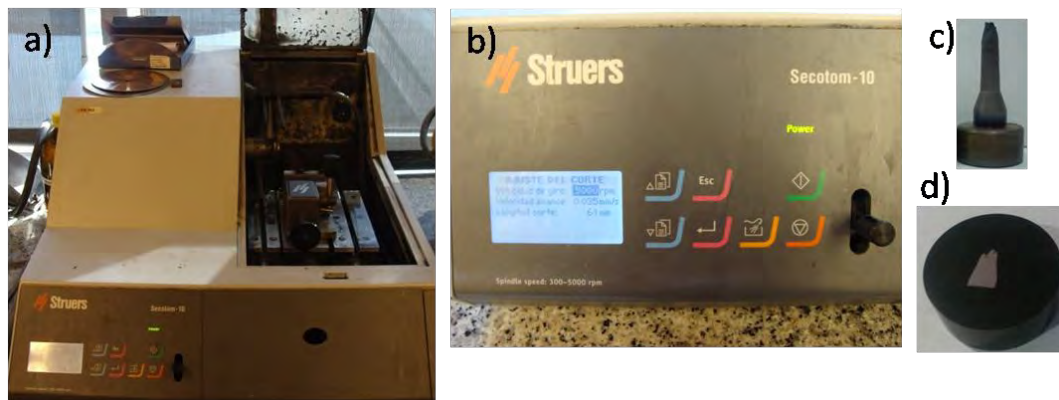


Figura 2.18. a) Cortadora para disco de diamante marca Struers modelo Secotom-10, b) Ampliación del ajuste de los parámetros de operación de la cortadora, c) Vista frontal de la mitad de una probeta ensayada a tracción en caliente y d) Acondicionamiento en baquelita de un espécimen para su análisis microscópico.

2.7 Estudio de cavitación.

El estudio de cavitación se llevó a cabo a partir de las probetas fracturadas en tracción en caliente. Tras el seguimiento de la metodología mostrada en la anterior sección anterior 2.6, la mitad restante fue también embutida en baquelita y preparada metalográficamente hasta obtener una superficie pulida a espejo. Después se limpiaron en ultrasonido con etanol de alta pureza y se secaron con aire caliente. Posteriormente, se tomaron 20 micrografías en un microscopio óptico a 200 aumentos a medio radio de la probeta. El arreglo para el análisis se realizó sobre dos secciones longitudinales, las cuales a su vez fueron divididas en diez campos, que abarcan una longitud aproximada de 5 mm,

partiendo del frente de fractura, de acuerdo al esquema mostrado en la **figura 2.19**. El tipo, forma y distribución de cavidades se determinó usando el software de libre acceso SigmaScan Pro versión 5.0, en el cual se midió directamente el diámetro mayor, el diámetro de Feret y área de cavidades por cada mm^2 , como se muestra en la **figura 2.20**. La forma en cómo se llevó a cabo la el estudio de cavitación se presenta en la **Tabla 2.11**, tomando como referencia aquellos casos en los cuales se observó baja y alta ductilidad en caliente.

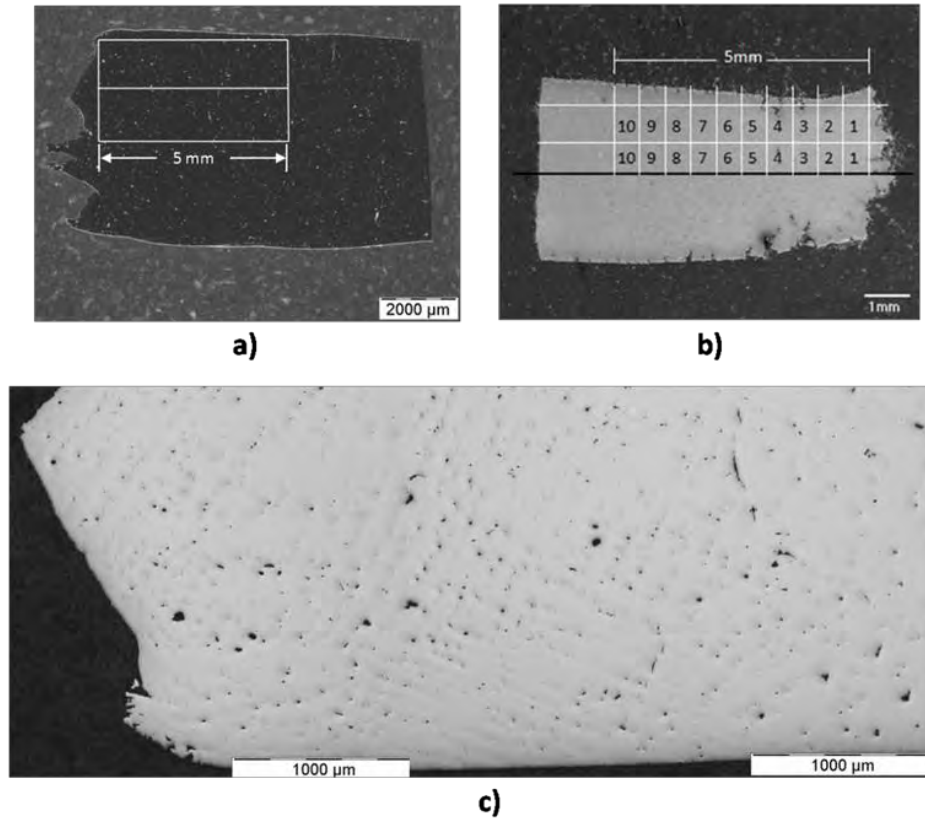


Figura 2.19. a) Área de interés, b) Arreglo para el conteo de cavidades y c) Visualización de huecos en la superficie de estudio.



Tabla 2.11. Condiciones experimentales para el estudio de cavitación en los aceros diferentes aceros
TWIP.

ACERO TWIP	CONDICIÓN	TEMPERATURA, °C	NÚMERO DE ANÁLISIS
TW-REF	MM	700, 800 y 1100	6
	MA		
TW-Ti	MM	700, 800 y 1100	6
	MA		
TW-Ti/B	MM	700, 900 y 1100	6
	MA		
TW-V	MM	700, 900 y 1100	6
	MA		
TW-Nb	MM	700, 800 y 1100	6
	MA		
TW-Mo	MM	700, 900 y 1100	6
	MA		
TOTAL			36

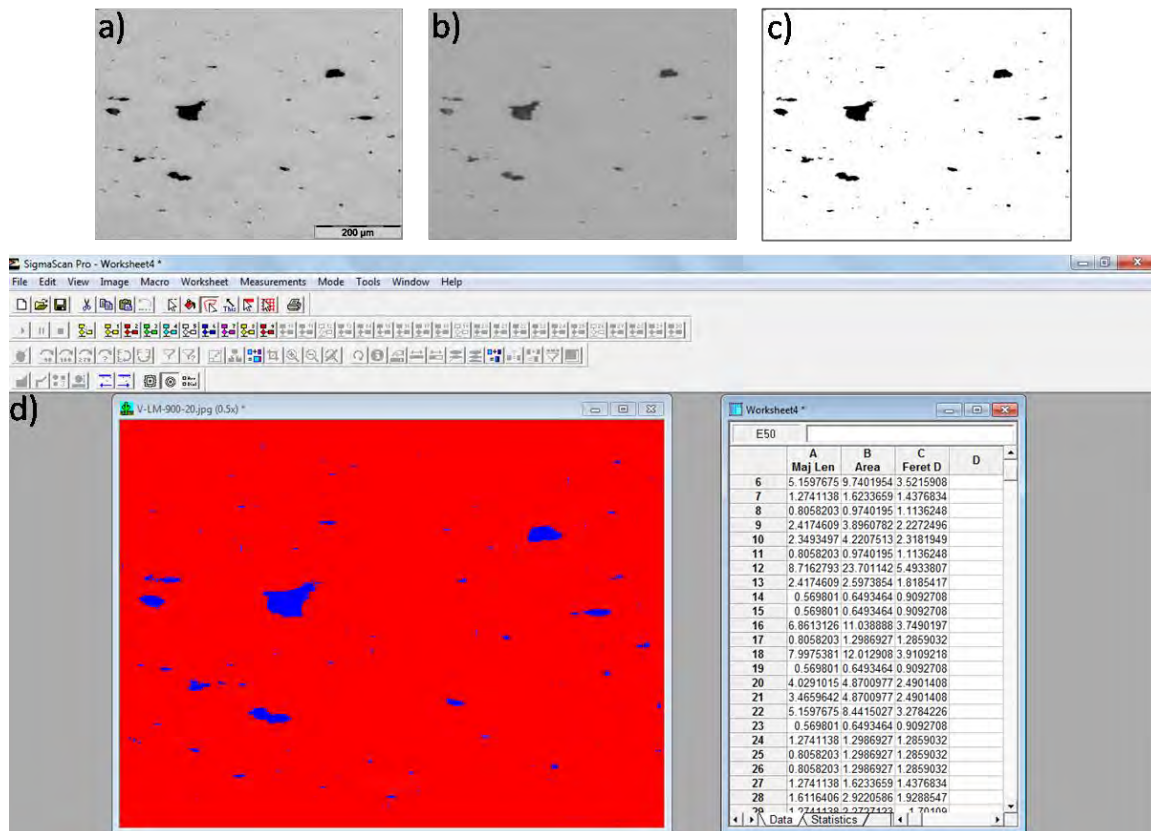


Figura 2.20. Análisis de imágenes: a) Micrografía de un campo de estudio con cota, b) Micrografía del mismo campo de estudio sin cota, c) Preparación de la micrografía para el análisis de imagen y d) Captura de imagen del editor SigmaScan Pro 5.

2.8 Caracterización microestructural por difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).

La mayoría de las aleaciones comerciales son policristalinas, agregados cristalinos, los cuales están distribuidos en el espacio formando una distribución no aleatoria, llamada textura. El origen de esta textura se encuentra en la estructura cristalina de los materiales y de la relación directa entre granos adyacentes. Las propiedades físicas de un material pueden ser divididas en no dependientes de la textura (como por ejemplo, la densidad) y en dependientes de la textura (como por ejemplo, la magnetización, la conductividad térmica y la rigidez). Si el material desarrolla una textura, se forma una orientación cristalográfica preferencial con respecto del sistema de orientación de la muestra, así, el material posee anisotropía en propiedades que son función de su orientación cristalográfica preferencial. Por lo tanto, una textura se puede desarrollar en cualquier etapa del procesamiento, desde la colada hasta el laminado en frío y posterior tratamiento térmico, siendo esto función del tipo



de material y de la ruta termomecánica seleccionada. Entonces, la formación de una textura y su desarrollo son esenciales para comprender las propiedades físicas y mejorar los parámetros de procesamiento [81,171].

La técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) y su aplicación en la Microscopía de Imagen por Orientación (OIM), son herramientas adecuadas para el análisis de microestructuras y su caracterización cristalográfica [172,173]. El CTM de Manresa, España, dispone de un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FE-SEM), marca Zeiss modelo Ultra Plus, acoplado con un detector de microanálisis EDX, marca OXFORD INSTRUMENTS, modelo X-Max y un detector EBSD/OIM marca HKL (ver figura 2.21a), que permite interpretar los patrones de difracción o líneas de Kikuchi (ver figura 2.21b), generados por los electrones retrodispersados de un punto de la superficie de análisis, obteniendo así la orientación de cada punto analizado.

Para determinar el desarrollo de texturas locales por efecto de la deformación impuesta durante los ensayos de tracción en caliente, las probetas preparadas para el estudio de cavitación se seccionaron longitudinalmente (corte con disco de diamante) hasta obtener una lámina de aproximadamente 2 mm de espesor y se volvieron a embutir en baquelita. Después, éstas se sometieron a una preparación superficial exhaustiva usando una suspensión de sílica coloidal con partículas abrasivas de 40 nm por un lapso de 2 horas. Posteriormente, las probetas se desmontaron de la baquelita, se pegaron en accesorios especiales para manejo en MEB y se corrigió la superficie de estudio tras un pulido con la misma suspensión por 20 minutos más (ver figura 2.22). Inmediatamente después las superficies preparadas se lavaron con bastante agua y etanol de alta pureza y se limpiaron con baño ultrasónico por 5 minutos y secado con aire caliente, con la finalidad de eliminar contaminación en las superficies por residuos de la misma suspensión así como del agua y etanol de limpieza. Finalmente, éstas se pintaron con plata para asegurar la conductividad y se dejaron secar en un desecador durante 2 horas aproximadamente previo a su introducción en el MEB. Los requerimientos para la técnica de EBSD son los siguientes: 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 igual o mayor a 60°, 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) La paquetería para la adquisición de datos y análisis de los mismos.



Así, una vez preparada correctamente la muestra, ésta se introduce en el MEB y se gira la plataforma hasta los 75° con respecto a la pantalla de fósforo, en el cual se forman los patrones o líneas de Kikuchi. La cámara capta la señal, que es procesada y enviada al ordenador (equipo de cómputo). Todo esto es en tiempo real, obteniéndose en cada momento el siguiente conjunto de parámetros para cada punto del barrido: tres ángulos de Euler (definen la orientación cristalina de cada punto respecto a un sistema de referencia externo), CI o índice de confianza (determina el grado de fiabilidad en la determinación de la orientación cristalográfica de cada punto), IQ o calidad de la imagen (mide la calidad del patrón de difracción obtenido del punto considerado, por comparación con un patrón teórico), la posición espacial del punto (X,Y) y la fase. Además, existen mapas tales como los mapas de calidad de imagen de la zona barrida que proporcionan una imagen en tono de grises, en la que a cada punto del barrido se le asigna un tono de gris dependiendo de lo alejado que esté al patrón real de difracción de dicho punto respecto al patrón teórico. De esta forma, las zonas más distorsionadas del material, como pueden ser los límites de grano, aparecerán en tonos más oscuros (la difracción en el límite de grano presentará una distorsión, pues se superponen los patrones de uno y otro grano). Los mapas de calidad de imagen se corresponden bastante bien a las imágenes obtenidas por microscopía óptica, en cuanto a la microestructura (revelado de los límites de grano) se refiere. Los mapas de figuras de polos inversos (IPF) son una proyección en 2D referida al sistema de referencia asociado al cristal, de la densidad de polos cristalinos coincidentes con una dirección particular prominente del sistema de referencia externo (por ejemplo, la dirección de laminación o la normal al plano de laminación en una chapa laminada). Así, se registra la densidad de polos de los planos $\{hkl\}$, paralelos a una superficie dada en la muestra, sobre un triángulo característico del sistema cristalino del material. Se conoce como figura de polo inversa porque es la normal a la superficie que barre el triángulo de orientaciones en busca de aquellas que representan la textura [164]. Para describir plenamente texturas cristalográficas es necesaria una representación en un espacio tridimensional. Esta representación se hace por medio de mapas o diagramas de distribución de orientación (ODFs) [174]. El espacio tridimensional para representar la textura (conocido como espacio de Euler) es definido por tres ángulos (φ_1 , ϕ , φ_2 o ángulos de Euler). Estos ángulos constituyen tres rotaciones consecutivas que aplicadas a los ejes [100], [010] y [001] de la estructura cristalina del grano la hacen coincidir con los ejes DL (dirección longitudinal), DT (dirección transversal) y DN (dirección normal) de la muestra respectivamente, en cada caso que sea seleccionado como sistema coordinado de las direcciones de laminación o de ensayo de tracción como en el presente trabajo (ver **figura 2.23**). Cada uno de esos ángulos varía entre cero y noventa

grados. Las ODFs son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de φ_2 constantes y, su interpretación se hace a través de ábacos.

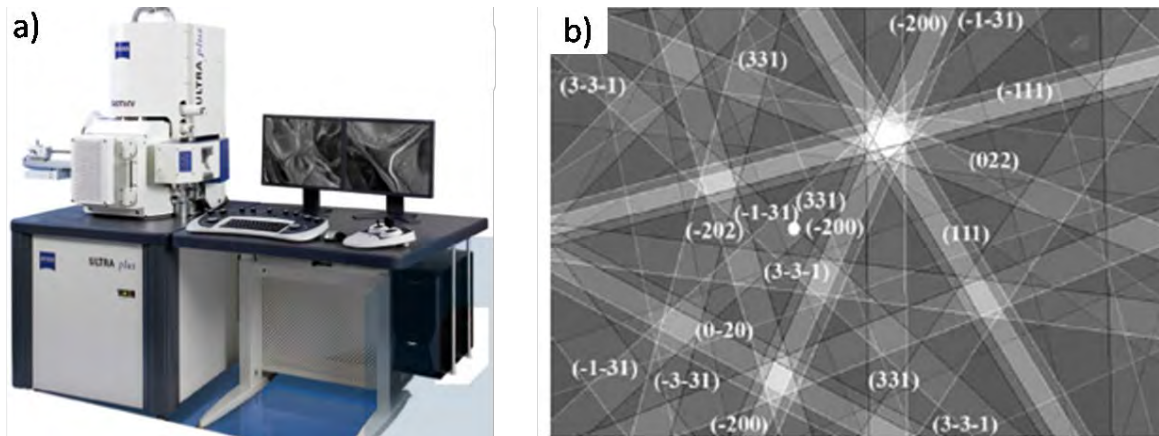


Figura 2.21. a) Microscopio electrónico de barrido acoplado con detector EBSD marca HKL, b) Detección de las bandas más intensas e indexado de los patrones de difracción de Kikuchi en un acero TWIP [175].

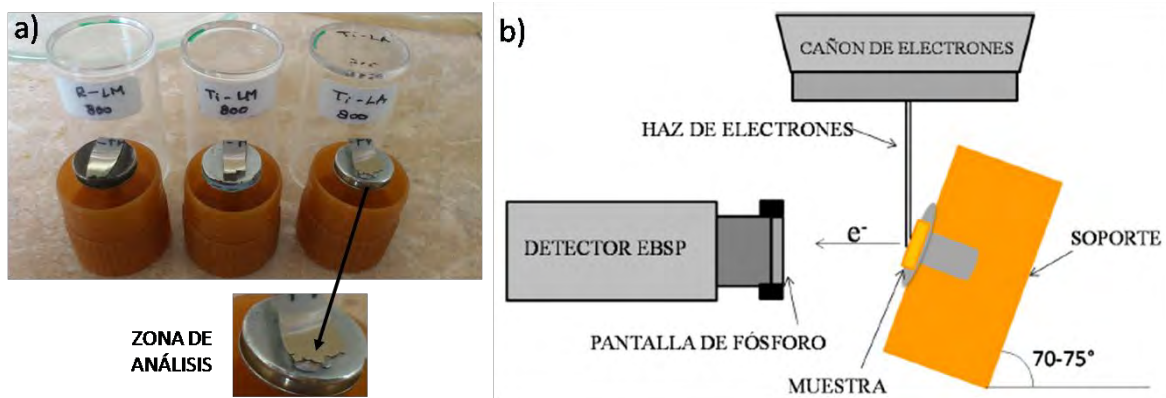


Figura 2.22. a) Montaje de las diferentes probetas de acero TWIP para pulido fino y b) Representación esquemática del montaje de la muestra en MEB para análisis EBSD [164].

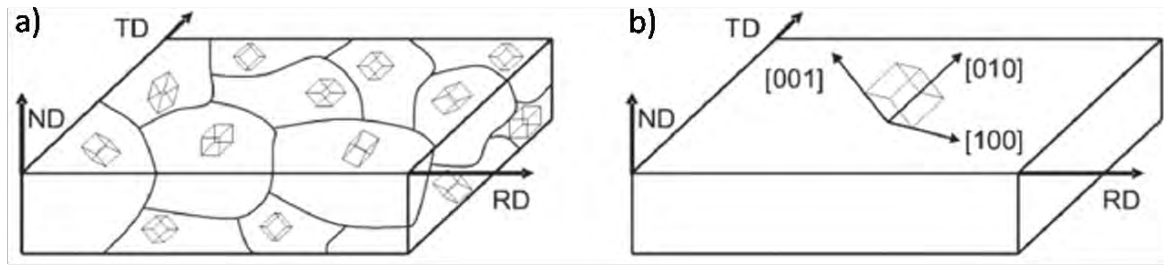


Figura 2.23. Representación esquemática de: a) Microestructura de un material policristalino mostrando las diferentes orientaciones de cada cristal y b) Marco de referencia de la muestra [176].

Las condiciones de operación utilizadas en este trabajo se resumen en la **Tabla 2.12**.

Tabla 2.12. Parámetros utilizados en el estudio de EBSD.

PARÁMETRO	VALOR
Voltaje	15 kV
Corriente	1×10^{-9} A
Vacío	9.6×10^{-5} Pa
Apertura del objetivo	30 μ m
Ángulo de inclinación	70°
Distancia de trabajo	20 mm
Tamaño de paso	7 μ m
Tamaño del mapa de bits	700 x 525
No. de puntos	≈ 367500

Para la adquisición, manipulación y análisis de los datos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) se utilizó la paquetería comercial Oxford Instruments HKL Channel 5, 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 determinación de la fracción recristalizada y deformada en un material, mediante el empleo de sus programas asociados tales como Project Manager, Tango, Salsa y Mambo. La exactitud de las medidas de desorientación de límites de grano permite identificar desorientaciones de ángulo pequeño entre 0.5 a 2° con fiabilidad. Antes de realizar cualquier cálculo, los datos obtenidos deben de ser sometidos a un proceso de limpieza y filtrado, utilizando la aplicación de reducción de ruido estándar. Para esto se fija como ángulo crítico



de desorientación de límite de grano el valor de $\Theta=15^\circ$. Posteriormente se eliminan los pixeles individuales, ya que el EBSD los toma como datos erróneos, luego se procede a limpiar las zonas no indexadas.

Las condiciones experimentales para llevar a cabo los ensayos de EBSD partieron de los resultados obtenidos en los ensayos de tracción en caliente, referente a la reducción de área transversal. De esta manera, se tomó como criterio realizar el estudio de EBSD en aquellas condiciones donde se obtuvo la peor ductilidad en caliente a la más baja temperatura de ensayo (700 °C), la mejor ductilidad en caliente a temperaturas intermedias (800-900 °C), y la peor ductilidad a la más alta temperatura de ensayo (1100 °C), con la finalidad de visualizar y caracterizar la posible formación de texturas, tanto de recristalización como de deformación. Tales condiciones de ensayo se resumen en la **Tabla 2.13**.

Tabla 2.13. Condiciones de ensayo para el estudio de EBSD en los aceros diferentes aceros TWIP.

ACERO TWIP	CONDICIÓN	TEMPERATURA, °C	NÚMERO DE ENSAYOS
TW-REF	MM	700, 800 y 1100	6
	MA		
TW-Ti	MM	700, 800 y 1100	6
	MA		
TW-Ti/B	MM	700, 900 y 1100	6
	MA		
TW-V	MM	700, 900 y 1100	6
	MA		
TW-Nb	MM	700, 800 y 1100	6
	MA		
TW-Mo	MM	700, 900 y 1100	6
	MA		
TOTAL			36

2.9 Caracterización de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión (MET).

La extracción en réplicas de carbono es una técnica de caracterización no destructiva 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 [177].



Como última parte experimental en este trabajo de investigación, se llevo a cabo una caracterización de partículas de segunda fase (precipitados y/o inclusiones no metálicas) mediante microscopia electrónica de transmisión (MET), empleando la técnica de extracción por replica de carbono. Para este caso, las probetas que fueron utilizadas para la caracterización MEB-EBSD, se limpiaron con la intención de eliminar la plata de recubrimiento, después se prepararon metalográficamente hasta obtener una superficie pulida a espejo y se atacaron con una solución de nital al 5% por 20 segundos con la finalidad de disolver parte de la matriz metálica de los aceros TWIP donde se alojan las partículas de segunda fase. En seguida, se realizó una deposición en vacío de carbono por un lapso de 8.5 segundos en un equipo de recubrimiento Cressington Carbon Cotaer modelo 108 carbon/A, con accesorio de evaporador de grafito perteneciente al IIM-UMSNH. El sistema emplea bajo voltaje y alta corriente entre electrodos, de los cuales se extrae el carbono para hacer el depósito. Cuando se aplica corriente entre los electrodos, éstos se queman rápidamente y el carbono se evapora como parte del proceso. Dicha evaporación lleva los átomos de carbono a depositarse sobre la muestra, gracias también a la acción del vacío, dando por resultado, películas de carbono. El espesor de la película de carbono depende principalmente del tiempo, la densidad de corriente y de la distancia que existe entre los electrodos y la muestra a recubrir [178]. En este caso, las condiciones de operación fueron las siguientes: 1) Vacío de 50 millitorrs 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 rayó la probeta en forma cuadrículada con una navaja. Con la finalidad de ayudar a remover la película de carbono, la probeta se volvió a atacar con nital al 12% por 12 segundos; aunque el tiempo que tarda en desprenderse la película de carbono es variable debido al espesor de la misma. En seguida, 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 MET.

En la **figura 2.24** se muestra la secuencia llevada a cabo para la obtención de especímenes de réplica de carbono. La determinación de la naturaleza química de las partículas de segunda fase se llevó a cabo mediante análisis puntual con EDS e imágenes de alta resolución, utilizando un microscopio electrónico de transmisión marca PHILIPS TECNAI F20 que trabaja a 200 kV con platina de inclinación de $\pm 30^\circ$ y análisis mediante campo claro y campo oscuro. Por otro lado, para determinar los parámetros de red de los precipitados analizados, se llevo a cabo la técnica de alta resolución (HRTEM). El post-procesamiento de la información obtenida mediante HRTEM se realizó empleando

la paquetería comercial de análisis microscópico GATAN-TEM para los patrones de difracción obtenidos en cada análisis de precipitados y, mediante la transformada rápida de Fourier, FFT (Fast Fourier Transformation, por sus siglas en inglés) fue posible realizar las mediciones interplanares.

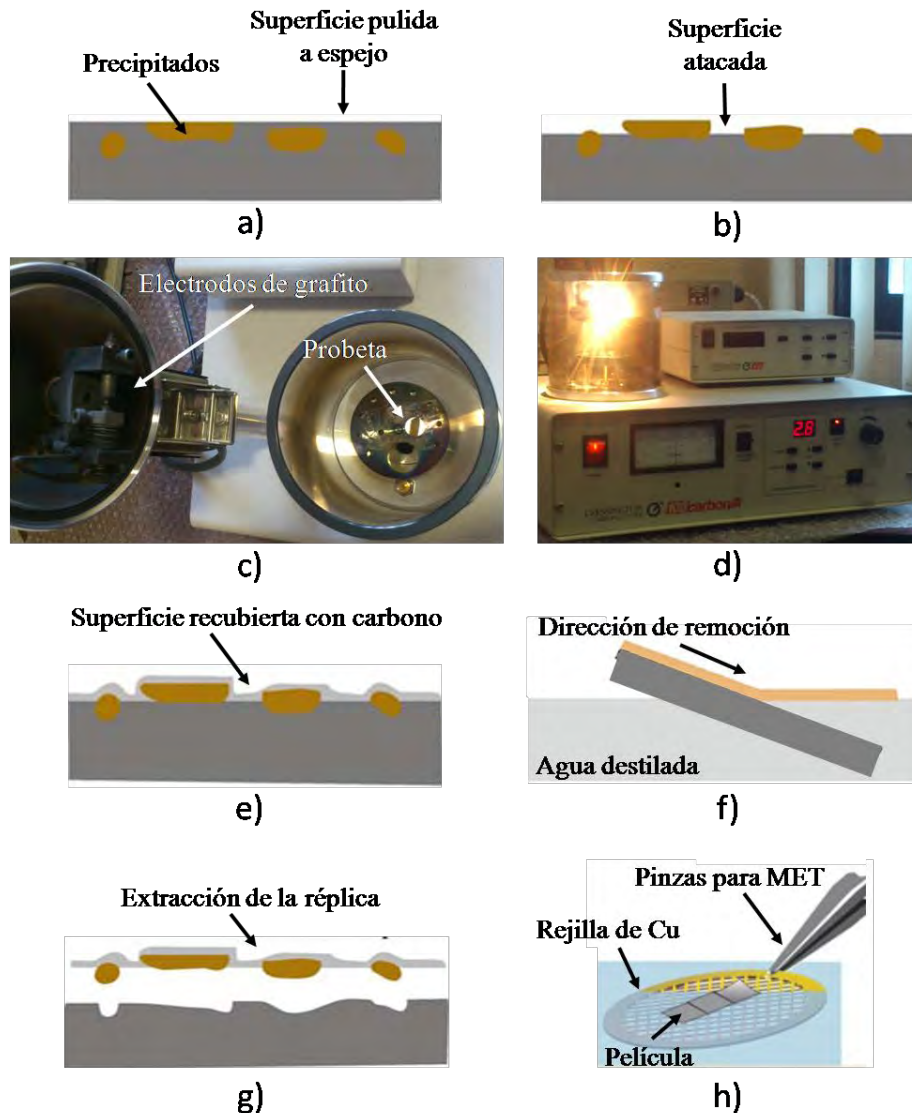


Figura 2.24. Extracción de especímenes por réplica de carbono para MET: a) Preparación a espejo de la superficie, b) Efecto del ataque y exposición de partículas, c) y d) Equipo de recubrimiento de carbono, e) Superficie recubierta con carbono, f) y g) Remoción de película de carbono en agua destilada y h) Recuperación de las películas en rejillas de Cu.

Capítulo III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN



CAPITULO III

Resultados y discusión.

3.1. Análisis químico de los aceros TWIP.

La composición química resultante de los aceros TWIP bajo estudio se muestra en la **Tabla 3.1**, la cual se determinó usando la técnica de espectrometría de chispa y empleando dos patrones de calibración, uno para aceros con alto contenido de manganeso, HMS (High Manganese Steel, por sus siglas en inglés) y otro para aceros de baja aleación, LAS (Low Alloy Steel, por sus siglas en inglés). Lo anterior debido a la discrepancia entre los valores en por ciento en peso de ciertos elementos de la aleación. Se aprecia que los valores de los elementos de la aleación base (Fe-Mn-C-Al-Si) están muy cercanos al propuesto en el diseño de los aceros. Situación similar pasa con el contenido final de los elementos microaleantes en los aceros TWIP.

Tabla 3.1. Análisis de composición química en aceros TWIP por espectrometría de chispa (% en peso).

Acero TWIP	Mn	C	Si	Al	Ti	B	V	Nb	Mo	N	Fe
TW-Ref	21	0.54	1.33	1.6	-	-	-	-	-	-	Bal.
					-	-	-	-	-	0.012	Bal.
TW-Ti	22	0.56	1.24	1.8	+	-	-	-	-	-	Bal.
					0.0216	-	-	-	-	0.012	Bal.
TW-Ti/B	23	0.54	1.26	1.5	+	nsd	-	-	-	-	Bal.
					0.014	>0.018	-	-	-	0.012	Bal.
TW-V	21	0.56	1.3	1.46	-	-	0.11	-	-	-	Bal.
					-	-	0.098	-	-	0.012	Bal.
TW-Nb	20	0.45	1.29	1.45	-	-	-	+	-	-	Bal.
					-	-	-	0.083	-	0.012	Bal.
TW-Mo	22	0.62	1.43	1.49	-	-	-	-	0.318	-	Bal.
					-	-	-	-	0.298	0.012	Bal.

Nomenclatura: "+" no existía patrón.

"nsd" no se pudo determinar.

3.2. Predicción de fases presentes en los aceros TWIP.

La **figura 3.1** muestra los cálculos de las transformaciones de fase llevados a cabo mediante el uso del programa de cálculos termodinámicos FactSage®, los cuales se realizaron una vez que se determinó la



composición química real de los aceros TWIP. Se puede observar claramente un comportamiento similar y constante para la existencia de las fases líquida y sólida para el total de los aceros TWIP, localizadas a 1400 y 1313 °C, respectivamente. De igual manera, para todos los aceros TWIP se identifica la fase austenítica (FCC) en el estado sólido. En el caso del AlN, la existencia de este compuesto, desde el estado líquido, se identifica a aproximadamente 1521 °C y permanece constante hasta más bajas temperaturas para todos los aceros TWIP debido a la gran afinidad química entre el Al y el N presente. En el caso del acero TWIP microaleado con Ti, el diagrama de la **figura 3.1b** muestra la formación del compuesto Ti(C,N) a 1330 °C, el cual requiere N para su formación y compite junto con el Al a altas temperaturas. Por debajo de 996 °C todo el Ti disponible forma el compuesto puro TiC. Sin embargo, el Ti(C,N) podría estar presente a cualquier temperatura mientras que la partición del N a partir del Ti(C,N) en AlN sea lenta. Para el caso del acero TWIP microaleado con Ti/B (**figura 3.1c**), a 1300 °C comienza a formarse Ti(C,N), comprendida entre el inicio y el final de la solidificación, posteriormente por debajo de 938 °C se encuentra estable el TiC puro. Así mismo, debido al contenido de Ti, se observa un comportamiento similar al mostrado en el acero TWIP microaleado con Ti, iniciándose la formación de Ti(C,N) a 1290 °C de acuerdo a la partición del N con el AlN; además, se observa la formación del compuesto M_2B antes de que dé por finalizada la solidificación a 1230 °C, que permanecerá constante a más baja temperatura. Además, a 938 °C inicia la formación del TiC puro durante el enfriamiento. De acuerdo a estos cálculos termodinámicos, el diagrama mostrado en la **figura 3.1d** indica la formación de VC a 942 °C para el acero TWIP microaleado con V. En este caso no se observa la formación de la fase VN ya que no existe N disponible en solución sólida, habiéndose consumido todo en la formación del AlN desde el estado líquido. Para el caso del acero TWIP microaleado con Nb (**figura 3.1e**), se observa un comportamiento similar al del TW-V, donde se forma sólo NbC a 1329 °C, que permanece constante a más baja temperatura. Finalmente, el acero TWIP microaleado con Mo sólo muestra la formación del compuesto M_7C_3 a 761 °C (**figura 3.1f**) comparado con el TW-REF. Además, otra característica importante es que al microalea con Mo las líneas de liquidus y solidus se desplazan hacia la izquierda, lo cual indica una disminución en el punto de fusión. En términos generales, estos diagramas permiten la predicción de las fases y compuestos formados durante la fabricación de los aceros TWIP, así como de las temperaturas a las cuales pueden precipitar o disolver dichos compuestos.

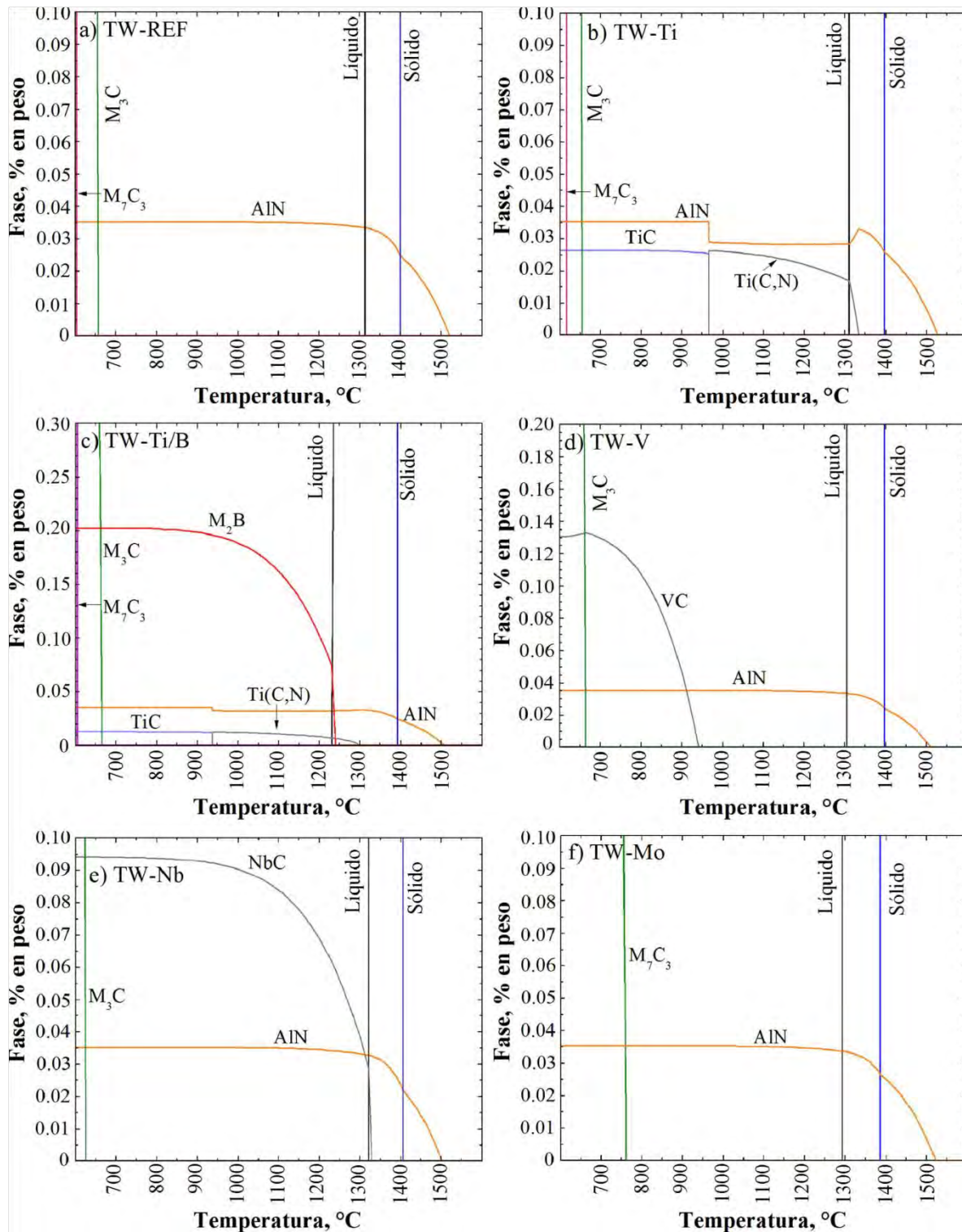


Figura 3.1. Diagramas de fase en equilibrio predictivos de transformaciones calculados mediante FactSage®: a) TW-REF, b) TW-Ti, c) TW-Ti/B, d) TW-V, e) TW-Nb y f) TW-Mo.

3.3. Curvas de solidificación simuladas numéricamente.

Las curvas de enfriamiento presentadas en la **figura 3.2 a-b** muestran el cambio de fase simulado numéricamente a través del programa comercial ANSYS®, para las condiciones descritas en la sección 2.1.3. El post-procesamiento de los resultados se simplifica en la obtención de las curvas de enfriamiento para cada condición de solidificación. Para la condición de enfriamiento rápido, correspondiente al molde metálico (MM), se obtuvo una velocidad de enfriamiento de 0.023 K/s (**figura 3.2a**) y, para el molde en arena (MA), se obtuvo un valor de 0.1 K/s (**figura 3.2b**). Cabe resaltar que la velocidad de enfriamiento del acero TWIP en el rango bifásico líquido-sólido, es muy semejante a la reportada para las condiciones de colada continua de planchón convencional [179] (con un valor de 0.03 K/s y simulado de 0.023 K/s) y planchón delgado [180] (con un valor de 0.5 K/s y simulado de 0.6 K/s). Por lo tanto, se establece que el acero TWIP solidificado en MM se aproxima a las condiciones para planchón delgado (40-60 mm de espesor) y el acero TWIP solidificado en MA se aproxima a las condiciones para planchón convencional (230 mm de espesor). De esta manera, el análisis de estos resultados estableció la ruta de la fabricación experimental de los diferentes aceros TWIP propuestos para el desarrollo del presente trabajo de investigación.

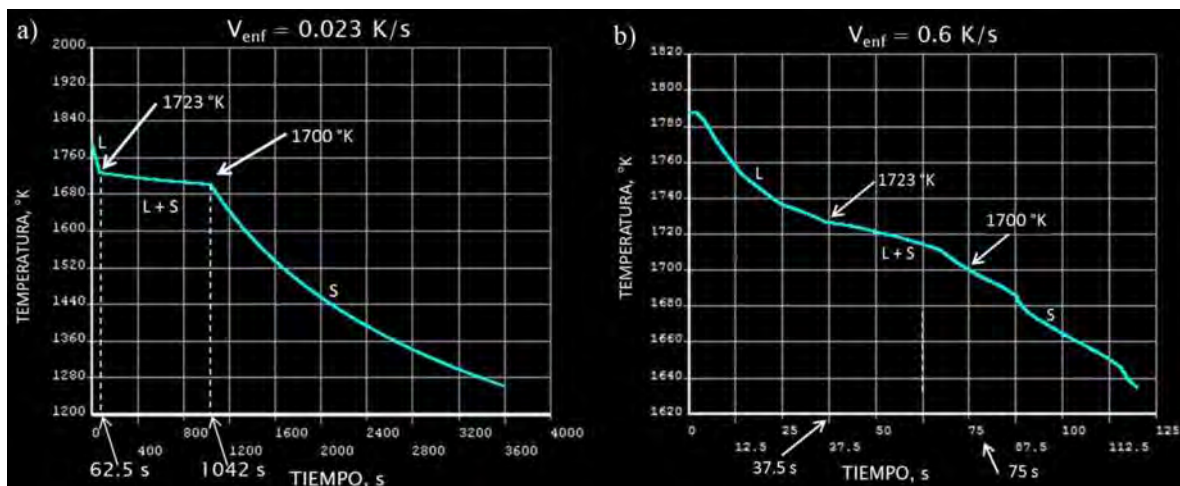


Figura 3.2. Curvas de enfriamiento simuladas en ANSYS® representando la velocidad de enfriamiento del acero TWIP en: a) Molde en arena (MA) y b) Molde metálico (MM).



3.4 Estudio estructural de los aceros TWIP.

En la **figura 3.3 a-b** se muestran los patrones de difracción para los aceros TWIP de referencia y microaleados (Ti, Ti/B, V, Nb y Mo) en la condición de colada para las condiciones de solidificación en MM y MA. En la mayoría de los casos estudiados, la identificación de los picos de difracción corrobora la fase austenítica estable a temperatura ambiente, asegurándose su estabilidad a temperatura ambiente bajo la presente composición química. En el caso de los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM), los aceros de referencia y microaleados con Ti/B y Nb presentan débilmente la fase ferrítica (α_{bcc}) en un ángulo de $2\theta=116^\circ$ correspondiente al plano cristalino γ (013) y, en el acero TWIP microaleado con Nb solidificado en molde de arena (MA), se observa también la presencia de dicha fase en el mismo ángulo de difracción. De manera general, se pueden presentar reacciones peculiares de transformación de fase ($\gamma_{fcc} \rightarrow \epsilon_{hcp} \rightarrow \alpha_{bcc}$) derivadas de la misma composición química, debido a que los elementos soluto logran modificar las distancias interplanares al entrar en solución sólida como elementos sustitucionales o intersticiales y por ende modifican la energía interna de la red, con lo cual puntualmente se modifica la energía de falla de apilamiento (EFA). La obtención de estos patrones de difracción ha permitido al grupo de investigación del departamento de metalurgia mecánica del IIM de la UMSNH fabricar aceros TWIP con la composición química base anteriormente citada.

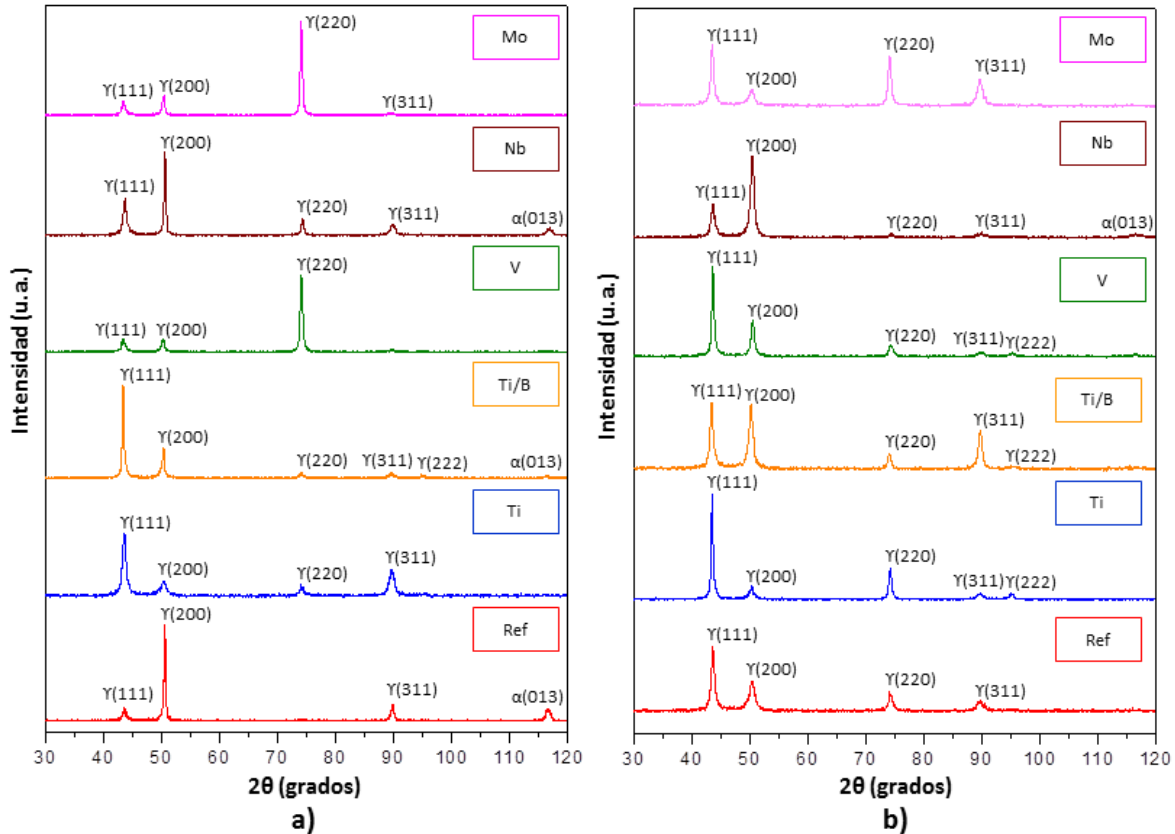


Figura 3.3. Patrones de difracción en aceros TWIP: a) Solidificados en MM y b) Solidificados en MA.

3.5 Caracterización metalográfica de aceros TWIP en condición de colada.

La forma de crecimiento de un sólido en un líquido depende del gradiente de temperatura delante de la interfase L-S. De la teoría de solidificación [181] 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 L-S, 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 sobreenfriado y éste tenderá a crecer aún más hacia el interior consumiendo al líquido remanente. Este avance es lo que se llama crecimiento dendrítico.

En las figuras 3.4 a 3.9 se muestran las estructuras de solidificación de los diferentes aceros TWIP para las dos condiciones de solidificación (MM y MA), obtenidos a través de un macroataque químico.



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 bastos y una zona al centro del lingote de granos equiaxiales. La forma de actuar del reactivo permite visualizar (a simple vista) muy a detalle el patrón de solidificación, actuando sobre los límites de los granos dendríticos, es decir, las regiones ricas en Fe quedan al descubierto y entre los límites queda remanente una mancha oscura (relieve más profundo) que ayuda a contrastar la estructura. El uso de moldes que propician una solidificación rápida o más lenta, se ve reflejado en el desarrollo de la estructura durante la solidificación de los aceros TWIP. Las regiones ricas en Fe forman los granos, ya sean dendríticos columnares o equiaxiales, y las regiones oscuras corresponden a las regiones interdendríticas ricas en elemento soluto por efecto del enfriamiento constitucional en forma de microsegregaciones, además de la presencia de otras impurezas (inclusiones) y defectos de solidificación (microporosidades).

La solidificación de la austenita se da por un proceso heterogéneo. Partiendo del equilibrio, la morfología de la austenita es muy cercana a una forma regular poliedral-esférica que consiste de muchos planos de cristal que tiene una pequeña energía interfacial [182]. Ahora bien, en el estado de no-equilibrio, debido a la diferencia de soluto existente en el frente de cristalización, el gradiente de soluto en las caras o esquinas del poliedro es relativamente grande y la velocidad de difusión de soluto es rápida. Por lo tanto, la velocidad de crecimiento en estos sitios es más rápida que en la cara de un plano, de tal manera que el poliedro crece en una morfología tipo estrella que después ramifica hasta formar dendritas. 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 consiste de planos (001) que favorecen la formación de una dendrítica por la proyección de protuberancias, formándose en la dirección [100] 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. Si bien es sabido que tanto el C y Mn ayudan a estabilizar la austenita y, que en efecto, mediante análisis de difracción de rayos-X se corroboró dicha fase (ver **figura 3.3**). Por un lado, el efecto del Al en los aceros TW-REF propicia una distribución más desordenada de dendritas en la condición MA y creciendo más al interior del lingote de manera encontrada y obstruyéndose unas con otras y, además, la zona central del lingote muestra dendritas del tipo columnar y equiaxial, en comparación con su condición MM, donde las estructuras son más regulares (ver **figura 3.4**).

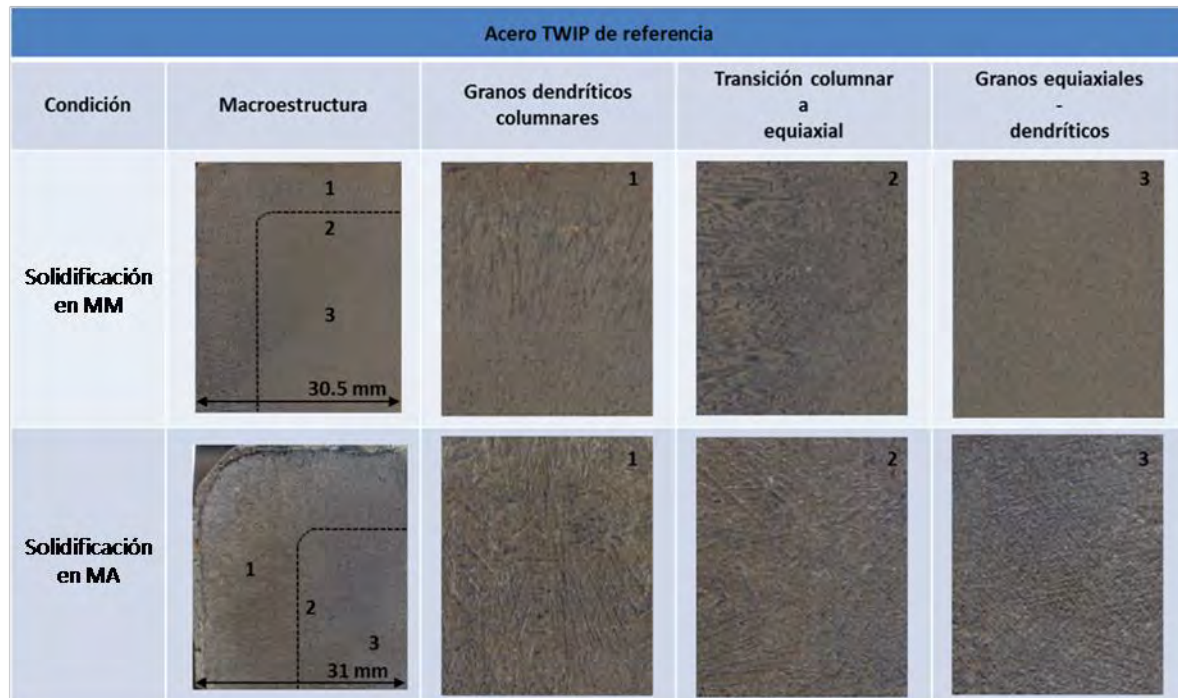


Figura 3.4. Estructura de solidificación en el acero TWIP de referencia: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

Por otro lado, al microaleaar el acero TWIP con Ti se genera un refinamiento de las dendritas (efecto refinamiento de grano) y, por lo tanto, un incremento en la densidad de éstas (mayor nucleación de granos austeníticos dendríticos, **figura 3.5**), observándose dendritas columnares finas con ejes primarios más cortos y granos columnares-equiaxiales en la zona central del lingote, siendo más significativo este comportamiento en la condición MM. Más representativa es la presencia del B en estos aceros TWIP, ya que conjuntamente con el Ti, el B promueve la formación de dendritas secundarias, lo cual se aprecia claramente en la **figura 3.6**, y siendo más representativo este efecto en el acero TW-Ti/B en la condición MM, además que también se hace más notoria la reducción del espaciamiento interdendrítico. Características muy similares se encuentran en los patrones de solidificación en los aceros TWIP microaleados con V, Nb y Mo; existe mayor cantidad de dendritas secundarias más finas (**figuras 3.7, 3.8 y 3.9**), pero contrariamente al efecto del Ti y B, se observa en la condición MA un pequeño incremento en las distancias interdendríticas. Así mismo, es muy importante no dejar de lado la relación que existe entre el efecto característico de cada elemento de aleación y microaleación sobre la solidificación de los aceros TWIP con la fluctuación de la temperatura y el mismo movimiento del metal líquido, ya que por efectos convectivos se puede presentar el desprendimiento de dendritas, creándose nuevos sitios de nucleación. A lo largo de las

imágenes mostradas en las **figuras 3.4 a 3.9** se presenta una sección de la zona de transición de granos columnares a equiaxiales (TCE) y, que en general, en la mayoría de los aceros TWIP se puede distinguir claramente, donde su amplitud repercutirá en el comportamiento mecánico de cada acero en condición de colada.




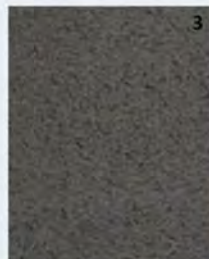
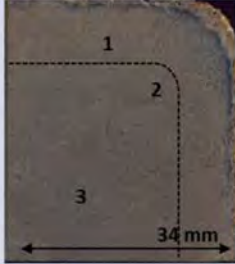



Acero TWIP microaleado con Ti				
Condición	Macroestructura	Granos dendríticos columnares	Transición columnar a equiaxial	Granos equiaxiales - dendríticos
Solidificación en MM				
Solidificación en MA				

Figura 3.5. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Ti: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

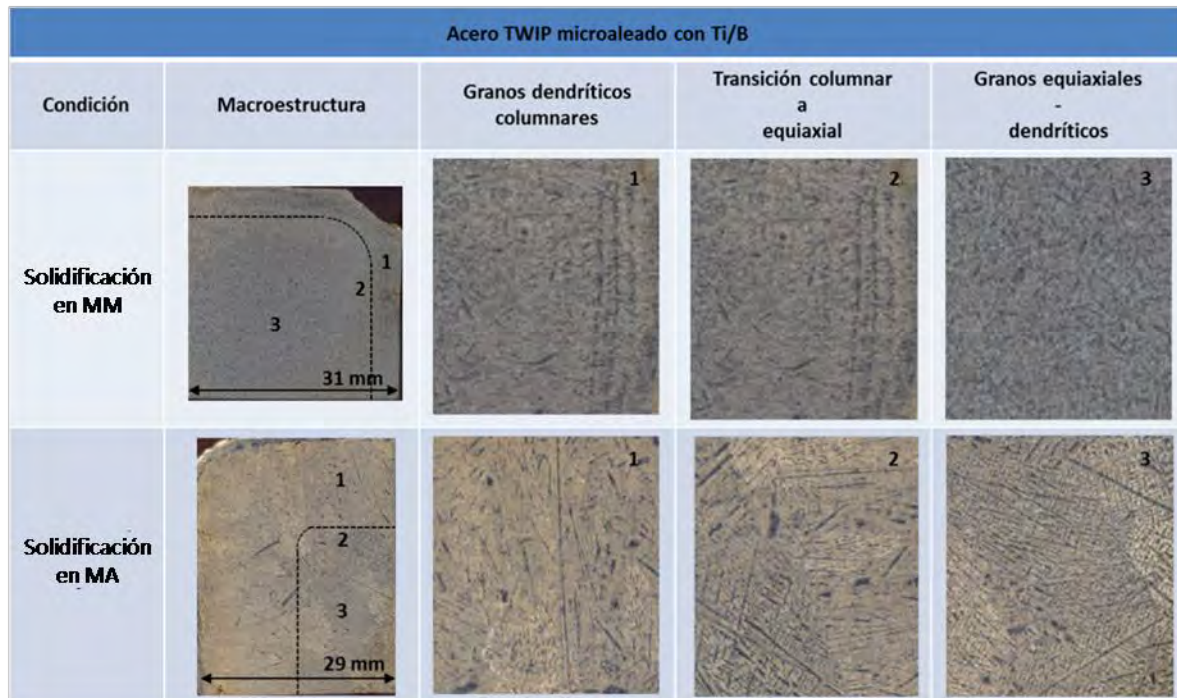


Figura 3.5. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Ti/B: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

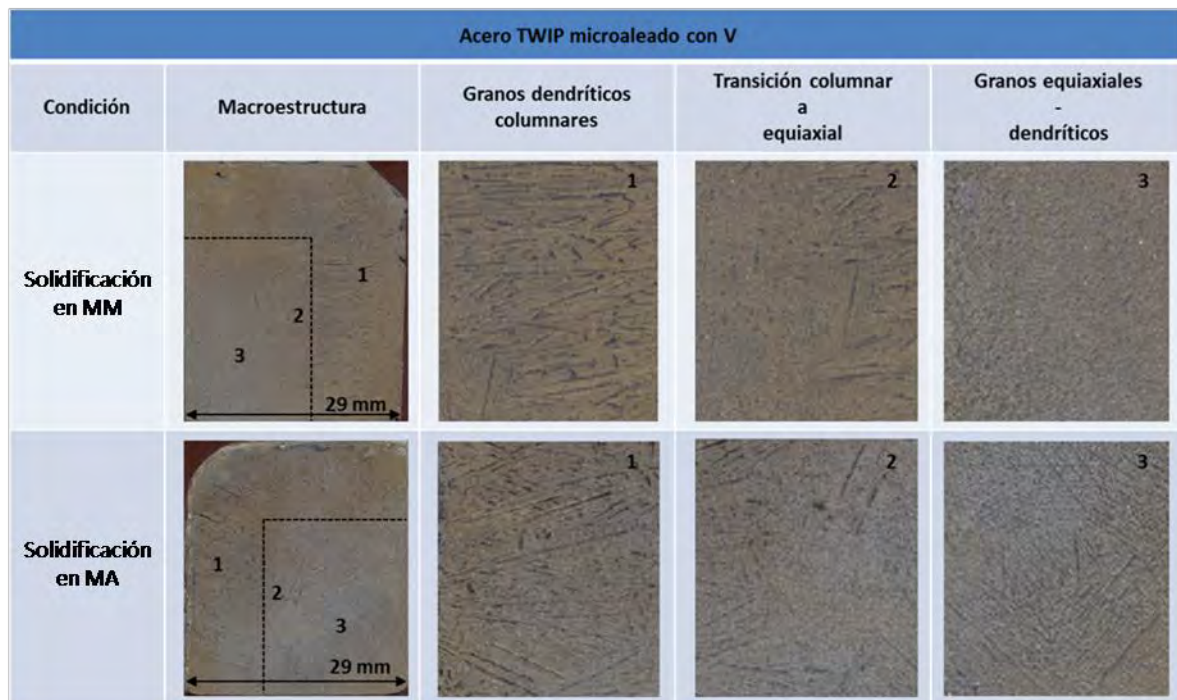


Figura 3.5. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con V: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.




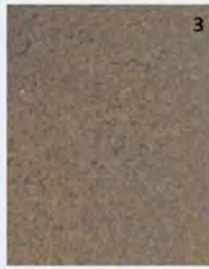




Acero TWIP microaleado con Nb				
Condición	Macroestructura	Granos dendríticos columnares	Transición columnar a equiaxial	Granos equiaxiales - dendríticos
Solidificación en MM				
Solidificación en MA				

Figura 3.5. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Nb: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

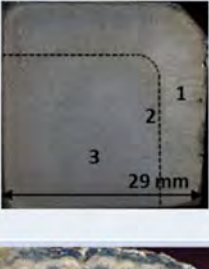



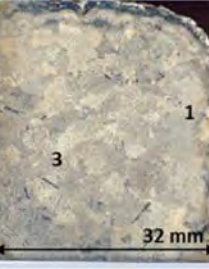


Acero TWIP microaleado con Mo				
Condición	Macroestructura	Granos dendríticos columnares	Transición columnar a equiaxial	Granos equiaxiales - dendríticos
Solidificación en MM				
Solidificación en MA			No se aprecia	

Figura 3.5. Estructura de solidificación en el acero TWIP microaleado con Mo: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

Al realizar un análisis mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) en el interior del rechupe en una mazarota de un acero TW-REF en la condición MM, se evidencia que las dendritas siguen direcciones preferenciales de crecimiento. La **figuras 3.10 a-c** muestran la morfología tridimensional de las dendritas. Los brazos secundarios están perfectamente orientados a un ángulo de 90° respecto del esqueleto dendrítico primario en la dirección [100]. Además, es evidente que sobre la superficie de la dendrita mostrada en la **figura 3.10c**, lo que propiamente se conoce como espacio interdendrítico, se han acumulado partículas de segunda fase. Esto se debe al alto contenido de elementos de aleación aunado a las condiciones termodinámicas y cinéticas para formar compuestos estables; tal es el caso del AlN que fue identificado mediante un análisis químico puntual por EDS (ver **figura 3.10d**).

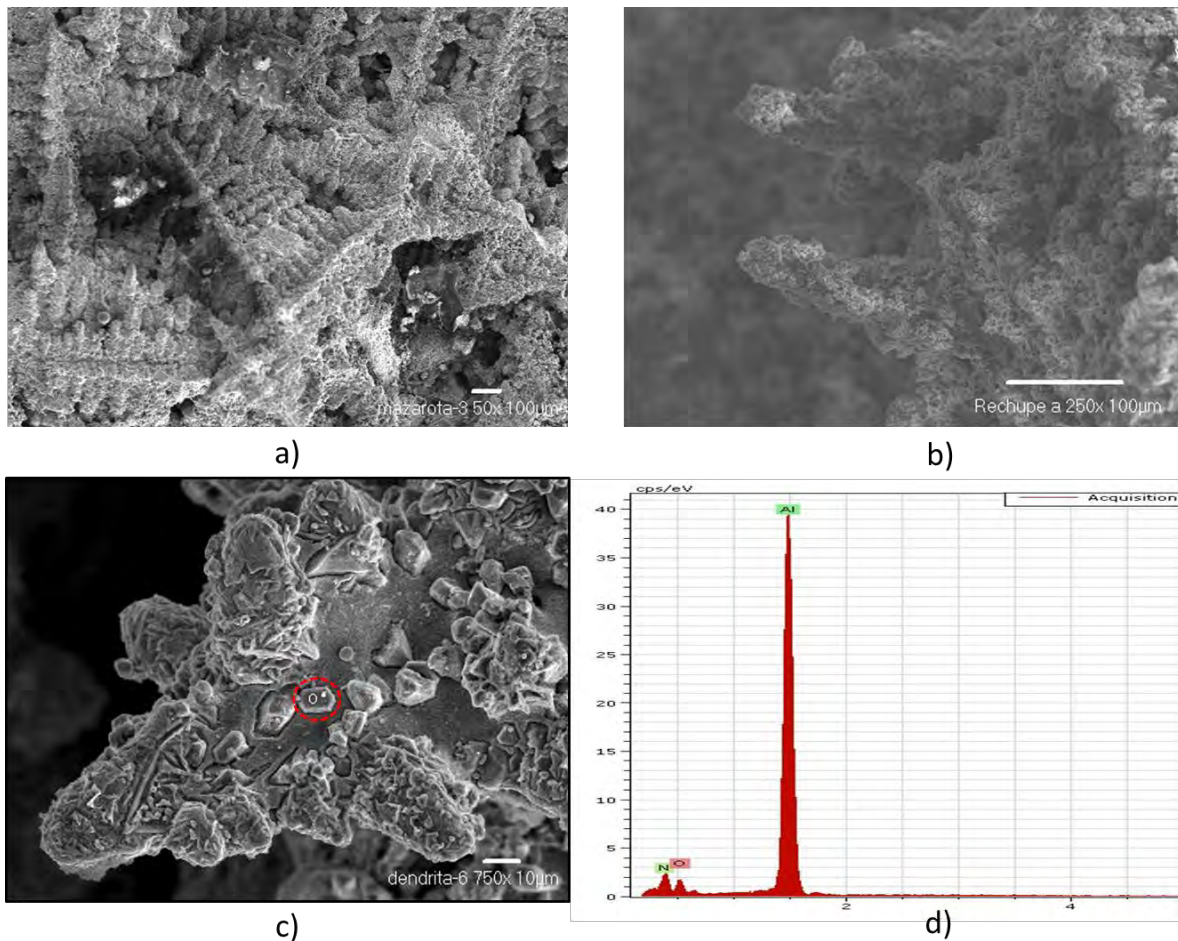


Figura 3.10. a), b) y c) Morfología del crecimiento dendrítico en un rechupe del acero TWIP de referencia y d) Patrón de microanálisis químico cualitativo de una partícula de segunda fase.



3.6 Efecto del grado de segregación en los aceros TWIP.

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 TWIP, 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. En la **figura 3.11 a-d** se muestra la caracterización por MEB realizada en el acero TW-REF en la condición MM a través de un barrido en línea. A lo largo de las dos zonas de prueba marcadas con los números **(1)** y **(2)** se presenta una distribución localizada de los elementos soluto sobre el cuerpo del grano dendrítico y el espaciado interdendrítico. En la **figura 3.11 c-d** se observa claramente cómo se eleva la concentración de los elementos Al y Si, siendo de hecho, la señal del Si mucho más fuerte. Este incremento puede dar origen a la formación de productos de segunda fase, tales como partículas precipitadas como las mostradas en la **figura 3.10c**, que pueden llegar a ser una fuente importante de debilitamiento del límite de grano por la formación de microgrietas/microcavidades. Además, la concentración localizada de elementos soluto puede propiciar que se generen las condiciones idóneas para una transformación martensítica, aspecto que cambiaría el mecanismo de deformación en los aceros con alto contenido de Mn. Es por ello que muchos investigadores en el campo de los aceros TWIP recurren a realizar tratamientos de homogenización con la finalidad de asegurar mejores resultados en sus experimentos.

En la **figura 3.12a** se presenta el arreglo donde se realizaron análisis puntuales sobre el crecimiento dendrítico para el mismo acero TW-REF en la condición MM. Los microanálisis que se realizaron en los números **(1)** y **(4)** mostrados en la **figura 3.12** muestran un incremento sustancial en el contenido de Si en el espacio interdendrítico (sitios oscuros en la micrografía) en comparación con el Al, sin embargo, aparentemente estos lugares no parecen tener relación ya que la posición **(4)** corresponde a una partícula alojada en el límite de grano. Aún así, estos microanálisis revelan que las zonas oscuras constituyen ser sitios de mayor concentración de Si. Por el contrario, en la posición **(2)**, que representa ser el cuerpo de una dendrita (zona clara), revela que los elementos Al y Si están presentes más homogéneamente, cargándose ligeramente hacia el Al. En la posición **(3)** se encontró alojada una partícula de AlN en el límite de grano dendrítico, situación que indica condiciones no favorables para el procesamiento en caliente de los aceros TWIP, por su fuerte tendencia a la fragilización en caliente. De la información obtenida en las posiciones **(1)** y **(2)** se corrobora el impacto

e importancia que ha tenido esta caracterización mediante MEB, identificando al Si como el elemento más altamente segregado. Así mismo, en la **Tabla 3.2** se muestran los contenidos (% en peso) de la lectura de los elementos identificados en cada una de las posiciones de microanálisis.

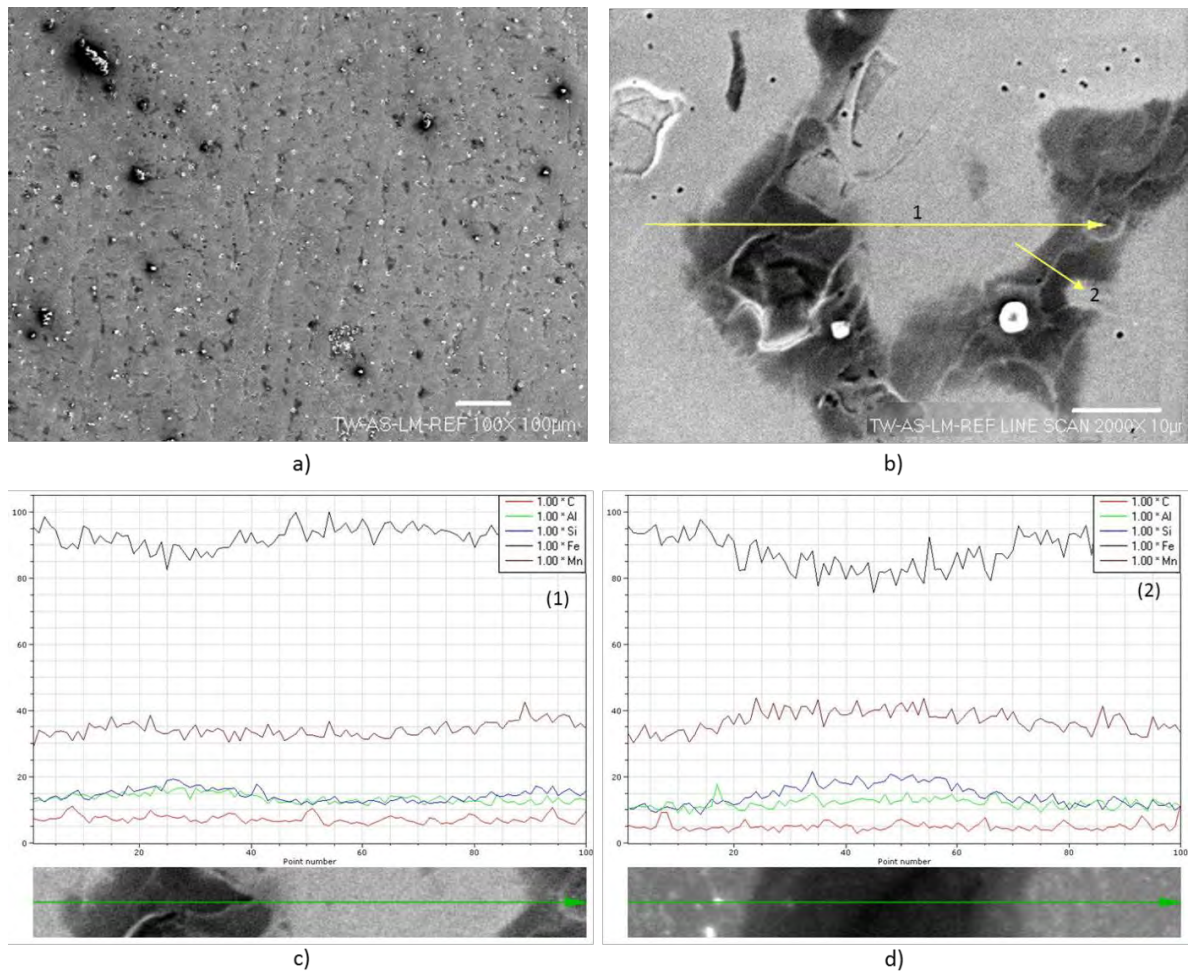


Figura 3.11. Barridos en línea y análisis puntuales en un acero TWIP de referencia en la condición MM. Ataque con Nital al 10%.

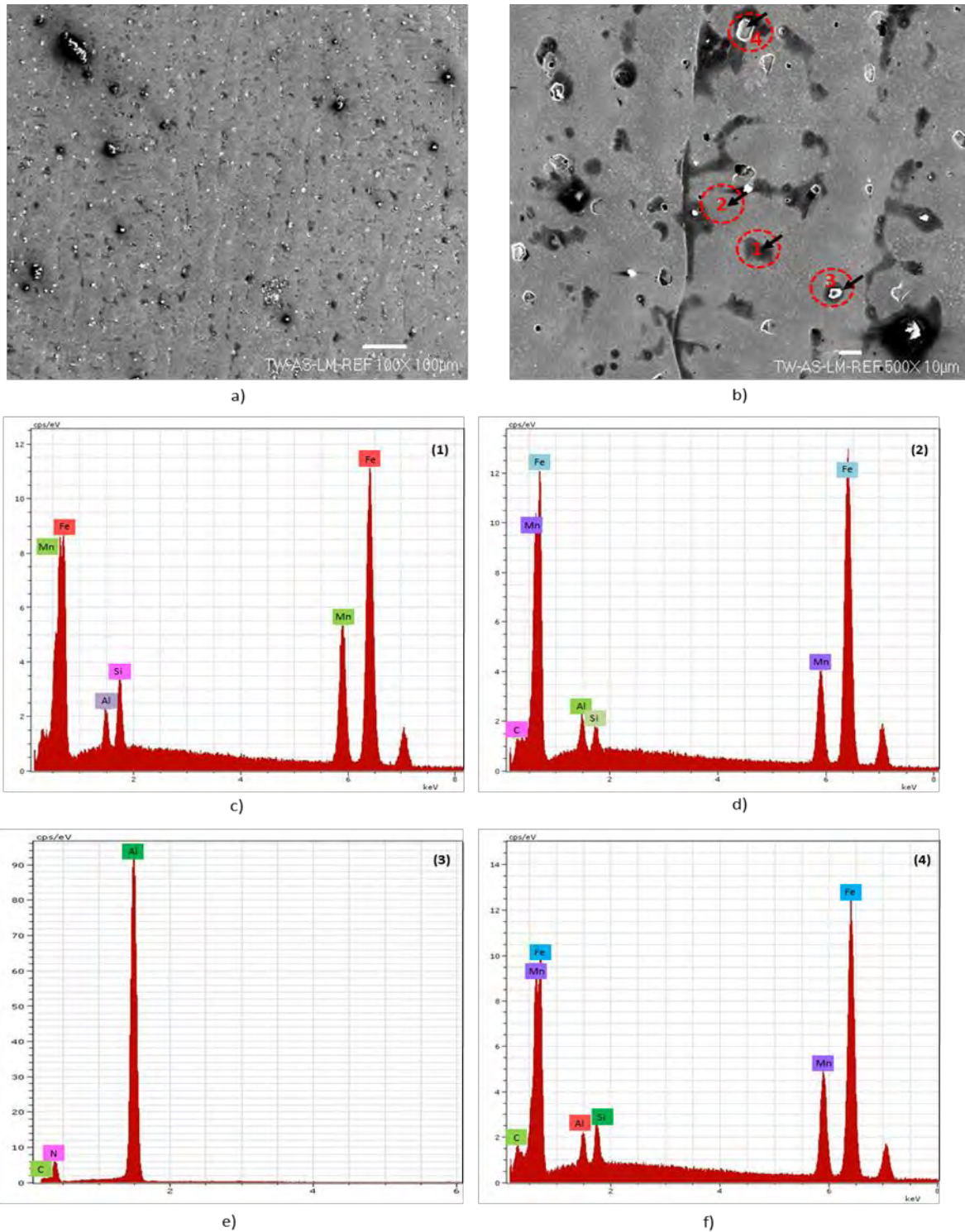


Figura 3.12. Microanálisis en un acero TW-REF en la condición MM: a) Estructura de colada, b) Posiciones de microanálisis, c) a f) Patrones de microanálisis.



Tabla 3.2. Variación de la composición química en las zonas de microanálisis (% en peso).

ELEMENTO	ZONA DE MICROANÁLISIS			
	1	2	3	4
Carbono	-	1.3	2.7	1.8
Aluminio	1.8	1.6	53.2	1.5
Silicio	2.9	1	-	1.8
Manganeso	26.5	18.2	-	22.2
Nitrogeno	-	-	44	-
Hierro	68.7	77.6	-	72.3

La variación en la composición química de una estructura segregada entre los centros y bordes de los granos dendríticos depende fuertemente de la velocidad de enfriamiento, de la separación entre las curvas solidus y liquidus y, de la composición inicial de la aleación. Por lo tanto, es correcto afirmar que el gradiente de concentración química se incrementa con la velocidad de enfriamiento y con el aumento de la separación de las líneas solidus y liquidus [183], tal y como se corrobora en los presentes aceros TWIP.

En las **figura 3.13** y **figura 3.14** se muestran los resultados de los mapeos químicos realizados a lo largo de un área en la condición de colada para cada acero TWIP (REF, Ti, Ti/B, V, Nb y Mo). Se observa que los elementos C y Al se encuentran distribuidos más uniformemente a lo largo de la matriz austenítica. Por el contrario, los elementos Mn y Si se concentran en los límites de grano dendríticos, donde su concentración ayuda a delimitar la morfología de las dendritas además de que la concentración de Fe baja. La condición de enfriamiento MA propicia un tamaño de dendrita más burda, mientras que la condición MM desarrolla una estructura dendrítica más fina. De igual manera, se realizaron análisis puntuales, arreglo mostrado en la **figura 3.15** y, posteriormente se graficaron los valores de la composición química con la finalidad de obtener un perfil de concentración de elementos soluto (ver **Tabla 3.3** y **Tabla 3.4**). En general, para ambas condiciones de solidificación, se observa que en las zonas de análisis marcadas con los números **(2)**, **(3)** y **(4)** se presenta la máxima concentración de Mn y Si mostrando una tendencia de curvas hacia arriba (segregación positiva) y, en el caso contrario, el Fe en esas zonas presenta una mínima concentración mostrando una tendencia de curvas hacia abajo (segregación negativa). Es importante resaltar que para el acero TWIP microaleado con Nb en la condición MM, la segregación del Mn disminuye más homogéneamente a lo largo de las cinco zonas de análisis puntual, mientras que la del Si aumenta y la del Fe también disminuye.

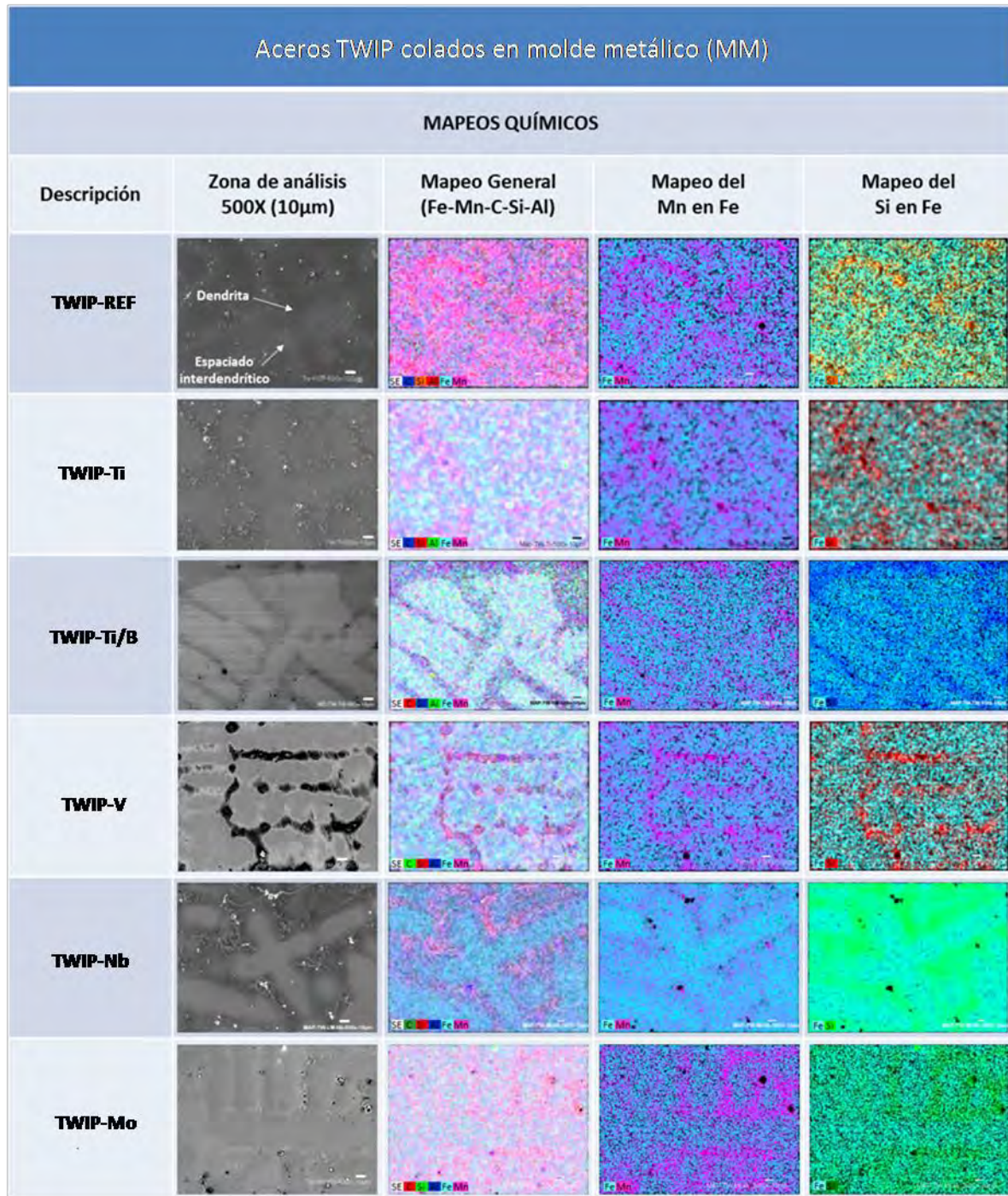


Figura 3.13. Mapeos de concentración química de los elementos de la aleación base de aceros TWIP en la condición MM.

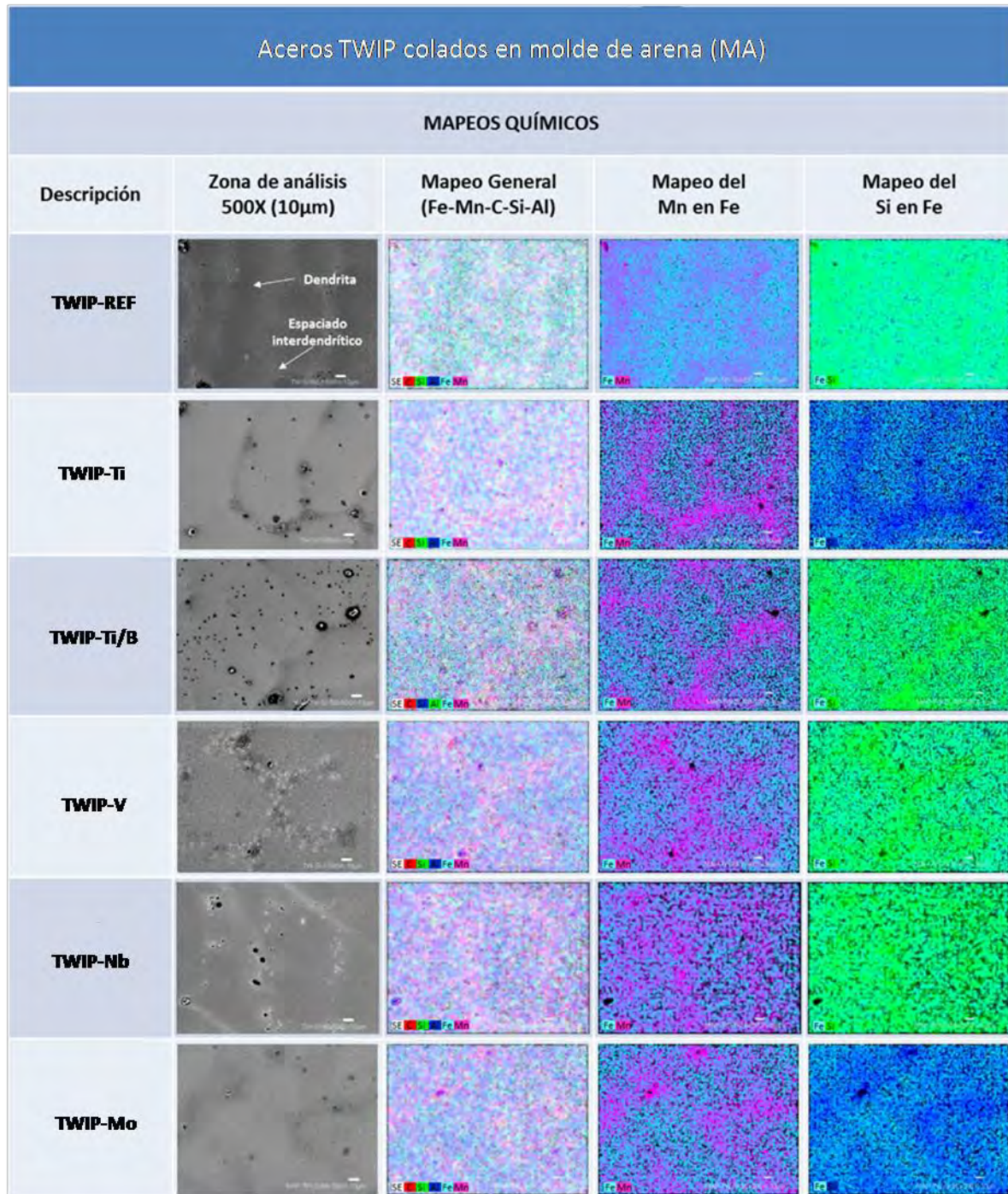


Figura 3.14. Mapeos de concentración química de los elementos de la aleación base de aceros TWIP en la condición MA.

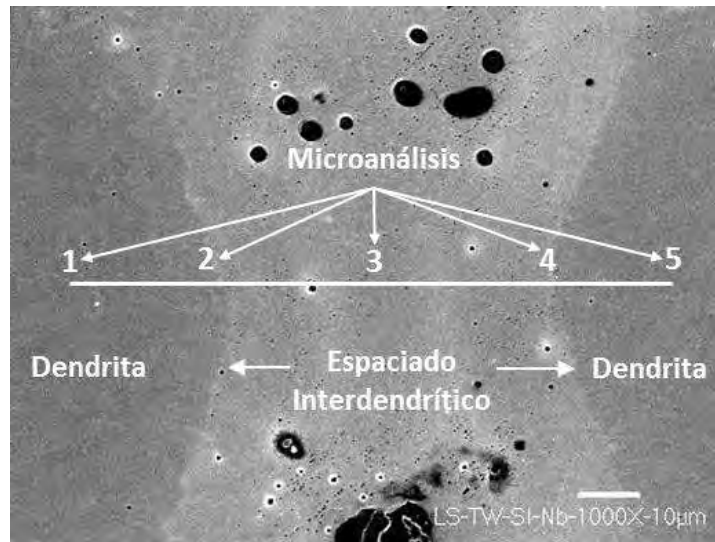


Figura 3.15. Zona de análisis puntual en aceros TWIP solidificados en MM y MA.

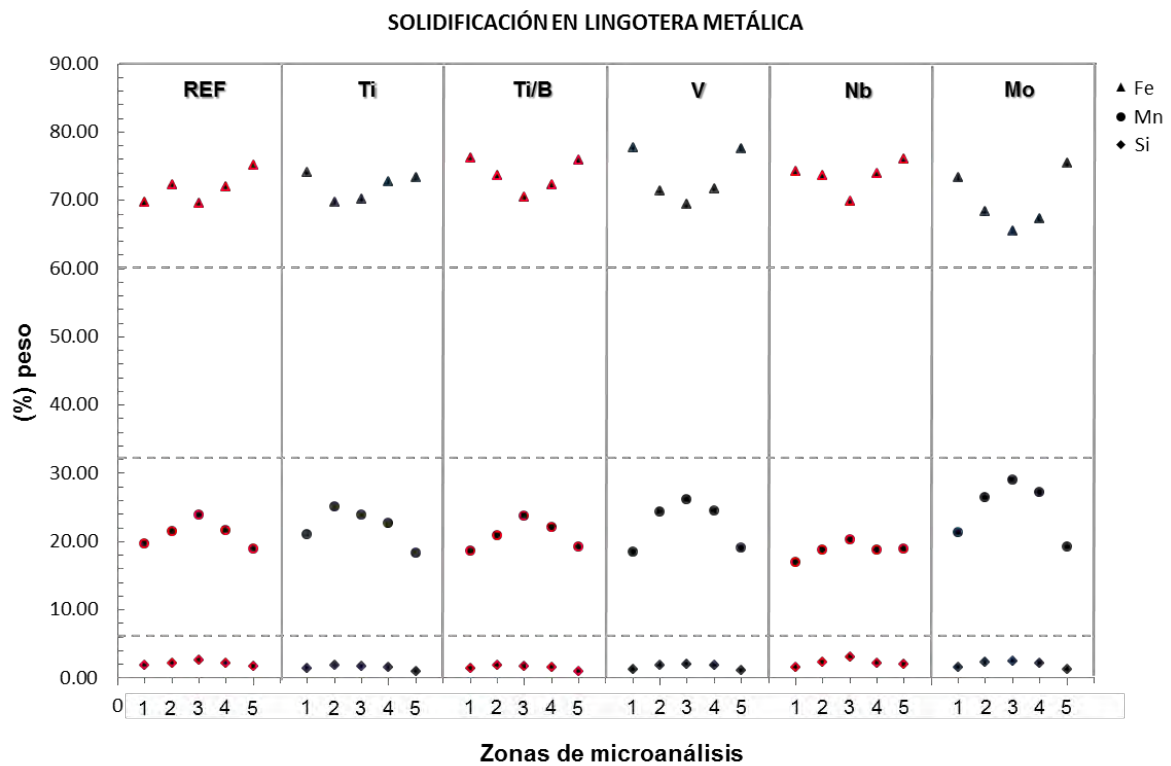


Figura 3.16. Perfil de segregación de los elementos Mn y Si en comparación con el Fe para aceros TWIP en la condición MM.

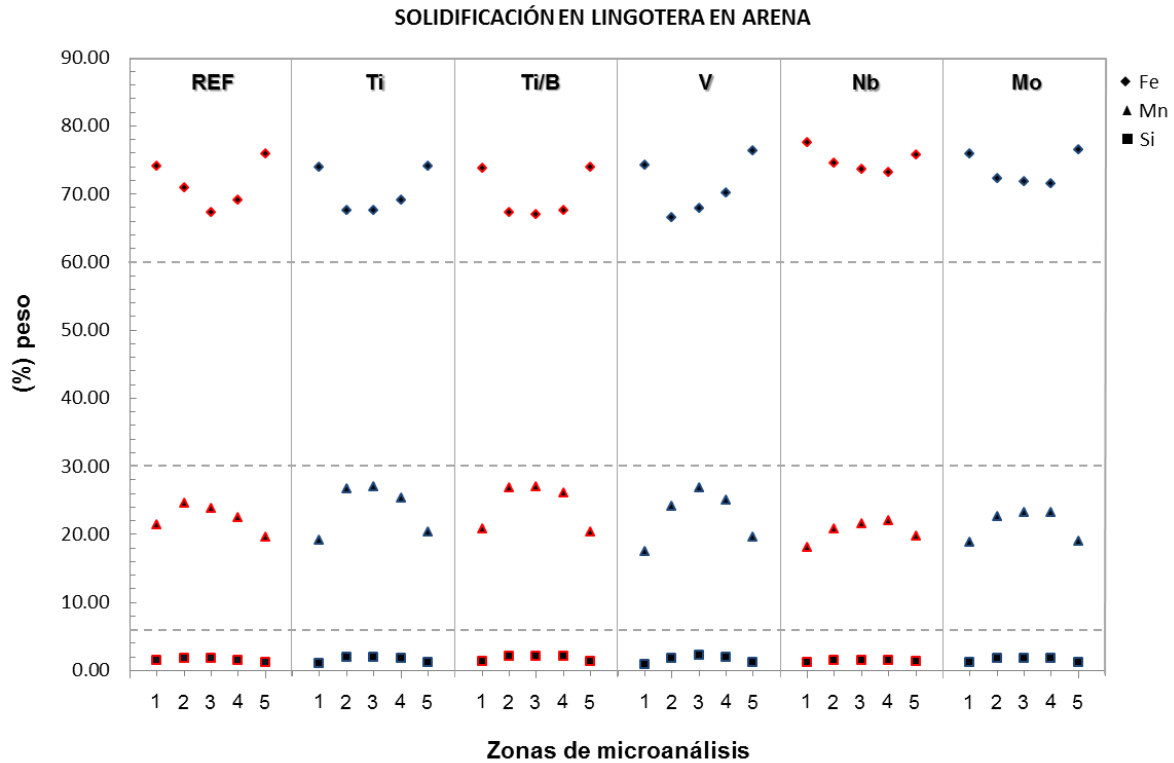


Figura 3.17. Perfil de segregación de los elementos Mn y Si en comparación con el Fe para aceros TWIP en la condición MA.

En las **figuras 3.18 a 3.22** se presenta la caracterización del tipo de partícula encontrada en los aceros TWIP en la condición de colada, junto con su espectro de composición química (MEB-EDS). El enfoque seguido fue el de localizar los precipitados asociados a los diferentes elementos microaleantes (Ti, B, V, Nb y Mo). De los resultados obtenidos en los diferentes aceros TWIP, estas partículas o compuestos son el resultado de fenómenos de segregación que se suscitan durante la solidificación. Una manera de afirmar que existen partículas precipitadas consistió en identificar puntos brillantes y porosidades marcadas que se asocian al alojamiento de precipitados en forma de colonias, tanto dentro de las dendritas como en los espaciados interdendríticos. Un dato importante observado del presente análisis es que los precipitados presentan morfologías facetadas (por ejemplo, tipo poligonal). En general, los AlN tienen un tamaño aproximado a 5 μm , las partículas complejas encontradas en el acero TWIP microaleado con Ti presentan aproximadamente un tamaño de 1 μm , los VC presentan un tamaño por debajo de 1 μm , los NbC entre 1 y 1.5 μm y, finalmente, los MoC un tamaño de aproximadamente 100 nm. Por el contrario, no fue posible localizar los compuestos asociados al B. Así mismo, cabe resaltar que la incidencia de estas partículas sobre todo en los límites

de grano o en los espaciados interdendríticos podría disminuir la ductilidad en caliente, al fomentar la nucleación y propagación de grietas, tal y como se discute más adelante.

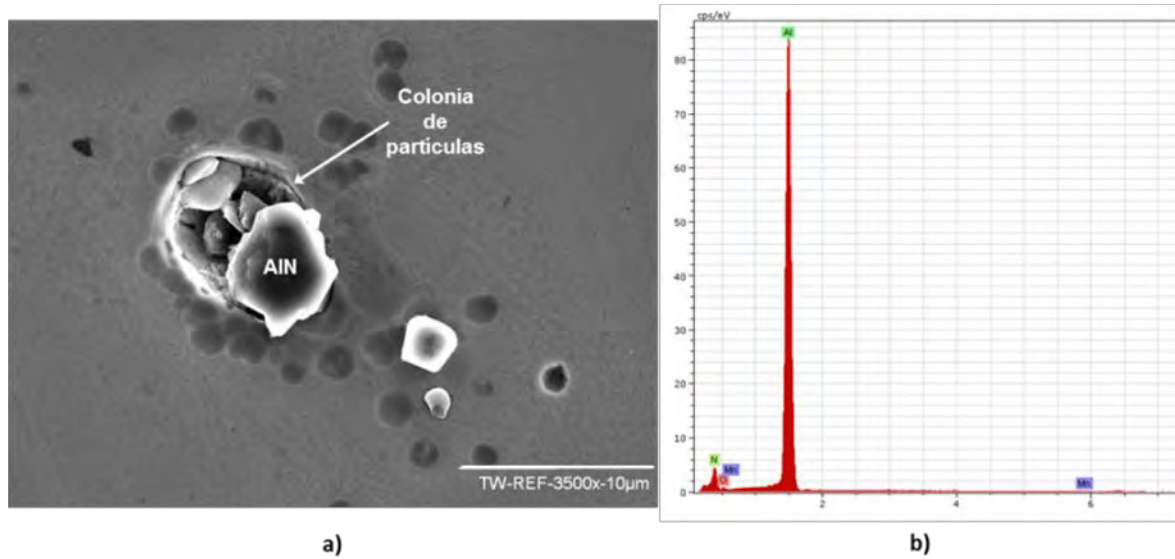


Figura 3.18. Colonia de partículas de AlN alojadas en el espaciado interdendrítico en el acero TWIP de referencia solidificado en MM.

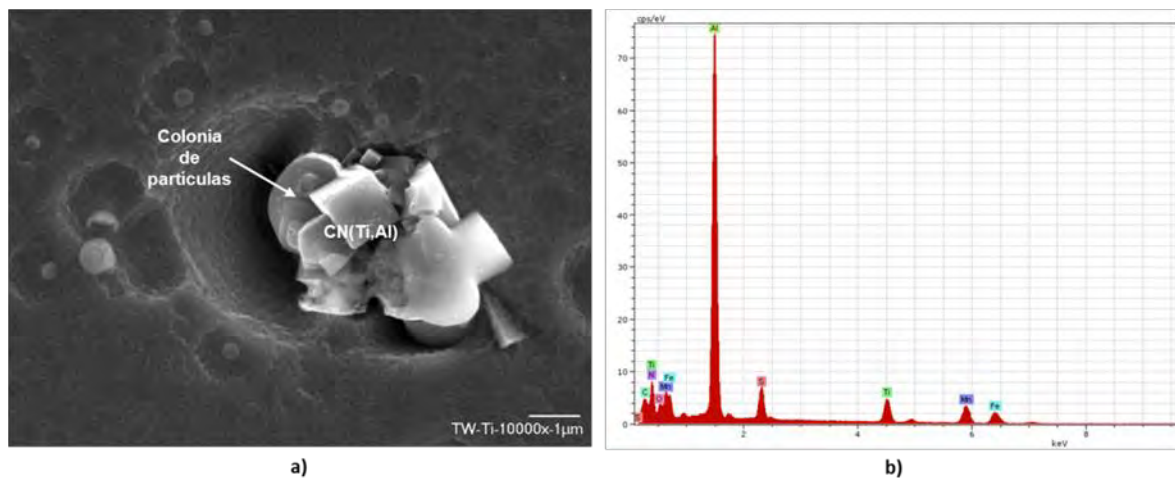


Figura 3.19. Partículas complejas del tipo CN(Ti,Al) alojadas en el espaciado interdendrítico en el acero TWIP microaleado con Ti solidificado en MM.

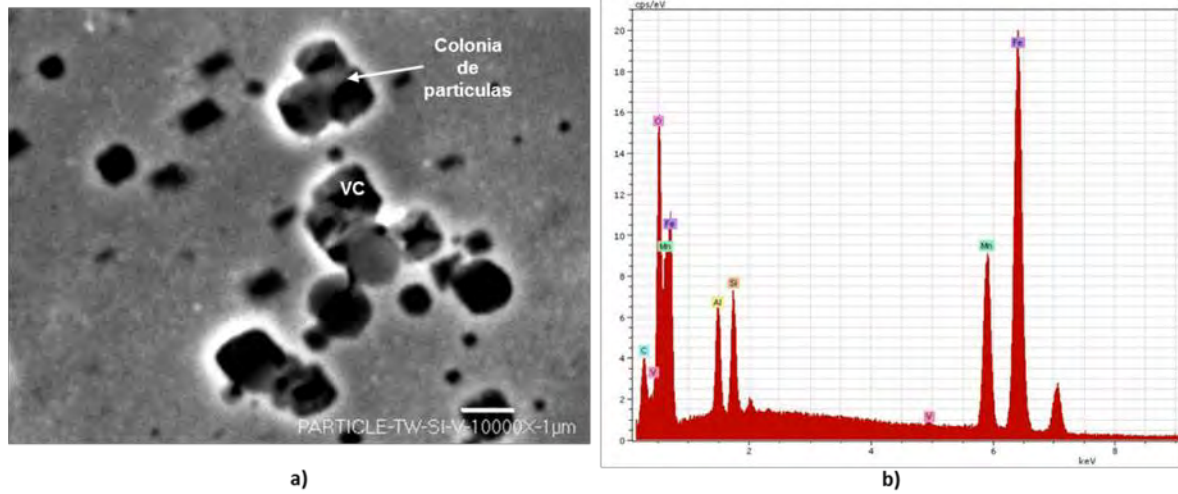


Figura 3.20. Colonia de partículas precipitadas en el acero TWIP microaleado con V solidificado en MA.

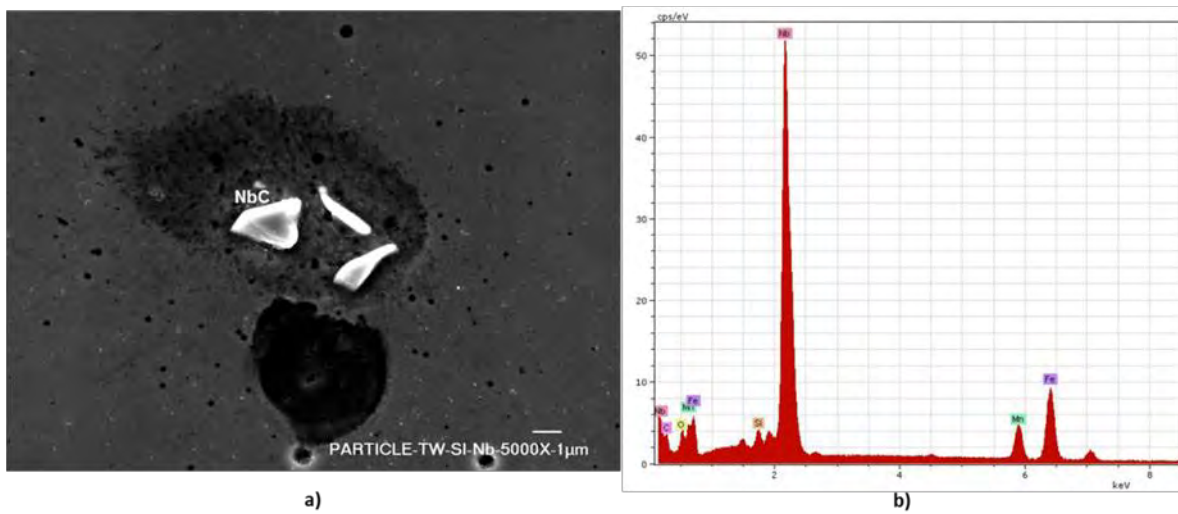


Figura 3.21. Partículas precipitadas de NbC en el acero TWIP microaleado con Nb solidificado en MA.

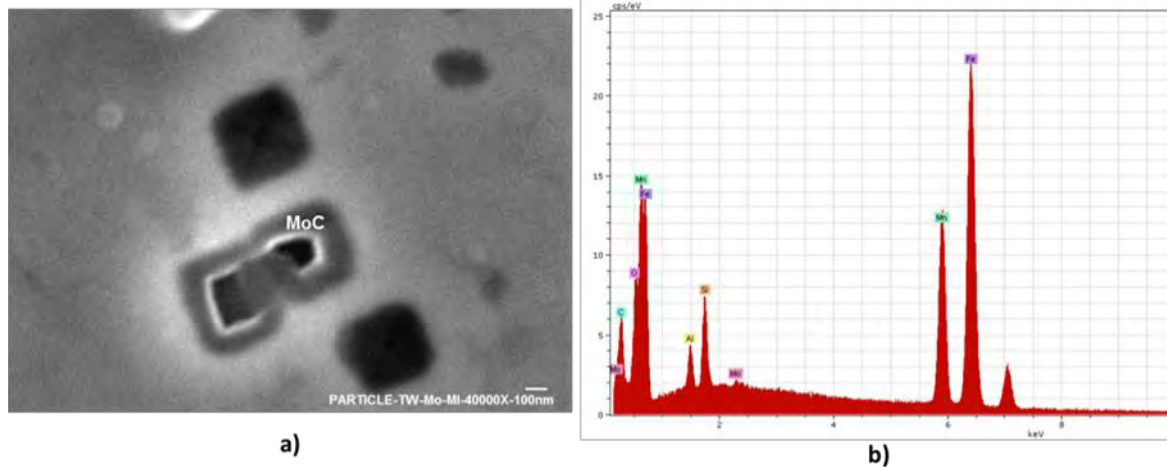


Figura 3.22. Partículas precipitadas de MoC en el acero TWIP microaleado con Mo solidificado en MM.

3.7 Ensayos de tracción en caliente en los aceros TWIP.

3.7.1 Curvas de fluencia en caliente ($\sigma - \varepsilon$).

Las curvas de esfuerzo-deformación verdaderas, para los aceros TWIP en la condición MM y MA, se muestran en las **figuras 3.23 y 3.24**. Los resultados indican que la resistencia disminuye conforme la temperatura aumenta, observándose valores cercanos a los 250 MPa a 700 °C y valores cercanos a los 30 MPa a 1100 °C. De esta manera, el conformado en caliente a altas temperaturas supone menor resistencia al flujo plástico y, por lo tanto, en general se presentan grandes deformaciones a muy bajos esfuerzos de deformación. Sin embargo, es evidente que para los ensayos a la temperatura más alta (1100 °C) el alargamiento total a la fractura es limitada, alcanzándose deformaciones máximas de hasta un 25%, a excepción del acero TWIP microaleado con Ti/B, con un valor de aproximadamente 30% de alargamiento. En general, la relación existente entre la resistencia máxima y el alargamiento total hasta la fractura, se ve influenciada al aumentar la temperatura de ensayo, dando pauta para visualizar las condiciones en las cuales la ductilidad en caliente será buena. Hamada y colaboradores [8] han reportado valores de resistencia máxima de aceros TWIP 6C22Mn, en la condición de tratamiento termodinámico de laminación en caliente y solubilizado a 1250 °C, de hasta 400 MPa a bajas temperaturas de ensayo, donde el alargamiento total a la fractura muestra un incremento de aproximadamente 60% hasta los 1200 °C. También mostraron el efecto de alear el acero TWIP con Al, incrementándose aún más la resistencia máxima a altas temperaturas (>1000 °C), debido a un

endurecimiento por solución sólida. Por su parte, Baradaran y colaboradores [13] obtuvieron resultados muy similares a los obtenidos en el presente trabajo de investigación a 800 y 900 °C en aceros TWIP 30Mn-2.5Al-0.6Si-0.17C.

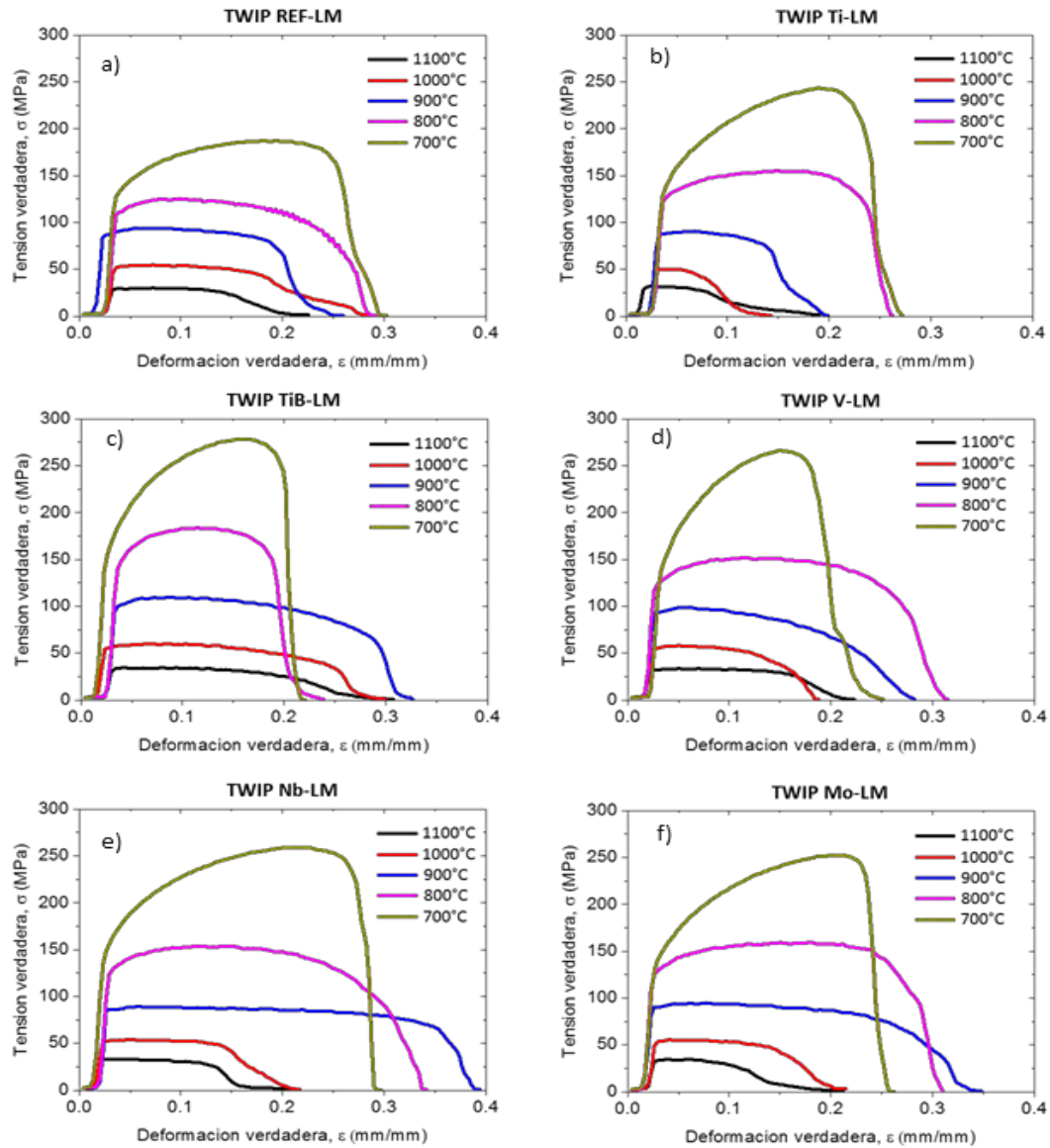


Figura 3.23. Curvas experimentales esfuerzo-deformación verdadera obtenidas en los aceros TWIP en la condición MM.

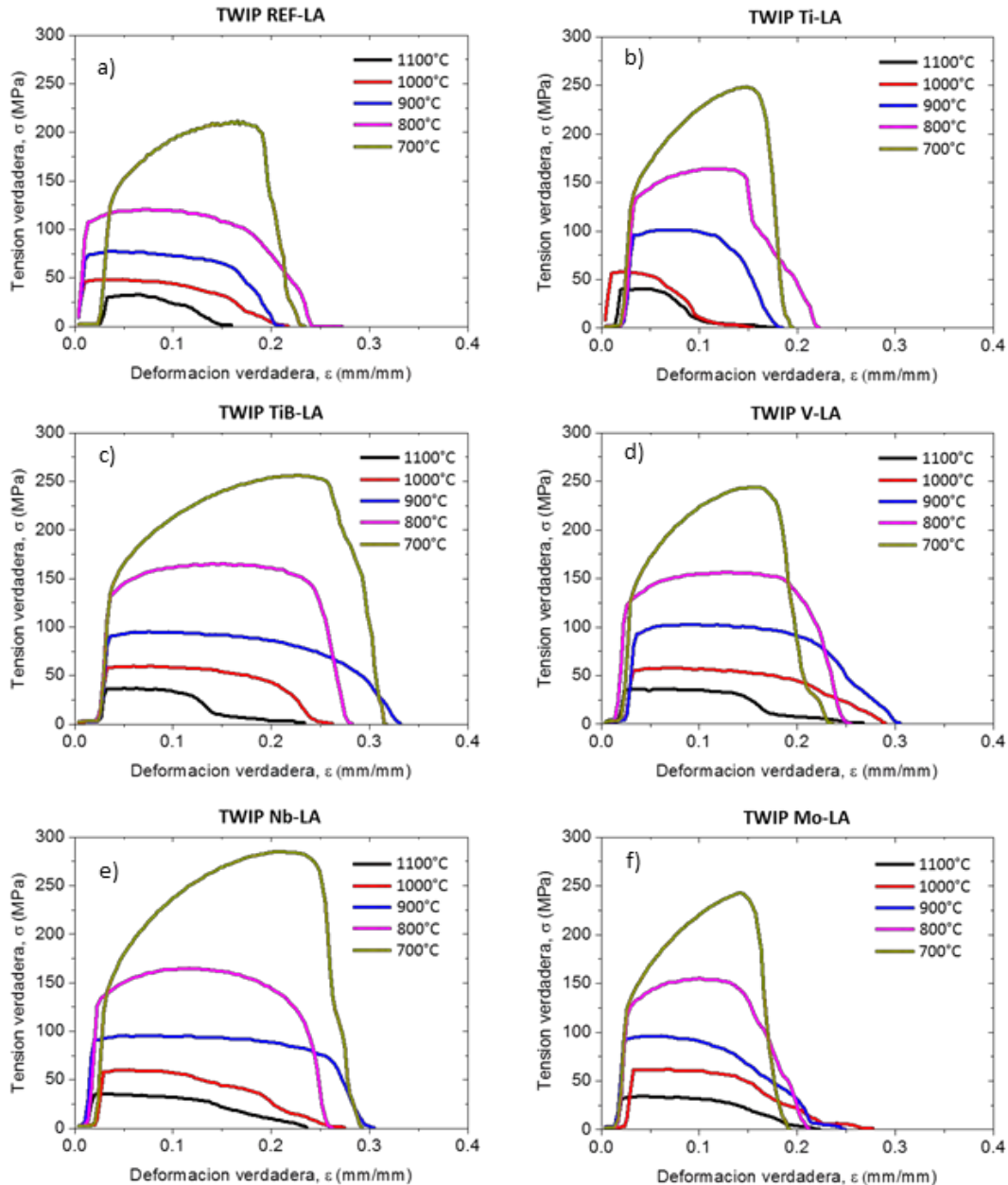


Figura 3.24. Curvas experimentales esfuerzo-deformación verdadera obtenidas en los aceros TWIP en la condición MA.

Es bien sabido que durante la deformación plástica en caliente, el cuidadoso control de los parámetros de procesamiento tales como la velocidad de deformación, temperatura y deformación son de gran importancia ya que tienen una influencia muy importante sobre los mecanismos de deformación, evolución microestructural y consecuentemente sobre las propiedades mecánicas [184]. A la temperatura de 700 °C las curvas muestran un pico máximo, donde el mecanismo que lo



origina se explica en términos del endurecimiento que toma lugar inmediatamente después de alcanzar la transición al estado plástico, debido al incremento de la densidad de dislocaciones, para que posteriormente, una vez alcanzado el estado de saturación, tome lugar el mecanismo de restauración dinámica (DRV). Al incrementarse la temperatura, se produce la generación de nuevos sistemas de deslizamiento y la operación de otros mecanismos de deformación como el deslizamiento de los límites de grano que son responsables del comportamiento de las curvas obtenidas a temperaturas más elevadas (ver **figuras 3.23 y 3.24**). El alargamiento observado en el rango de temperaturas de 700 a 900 °C puede ser asociado con el inicio de la DRX [89], ya que la mayoría de estas curvas muestran un cambio de pendiente por la caída del esfuerzo máximo y donde adicionalmente se mejora la ductilidad. En este sentido, la **figura 3.25 (a-b)** muestra el esfuerzo pico (σ_p) versus temperatura de ensayo (T), en las dos condiciones de solidificación. A partir de estas curvas se que al descender la temperatura se evidencia el aumento de los σ_p de acuerdo a la premisa de no poder progresar la DRX. Además, a bajas temperaturas existe un fuerte efecto de la composición química, de acuerdo al elemento microaleante, sobre la máxima resistencia de los diferentes aceros TWIP y, conforme aumenta la temperatura el esfuerzo pico tienden a igualarse. El aumento del esfuerzo pico 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) [185], y a más altas temperaturas se presenta un efecto debilitante debido a un proceso difusivo que propiamente es controlado por el trepado de dislocaciones.

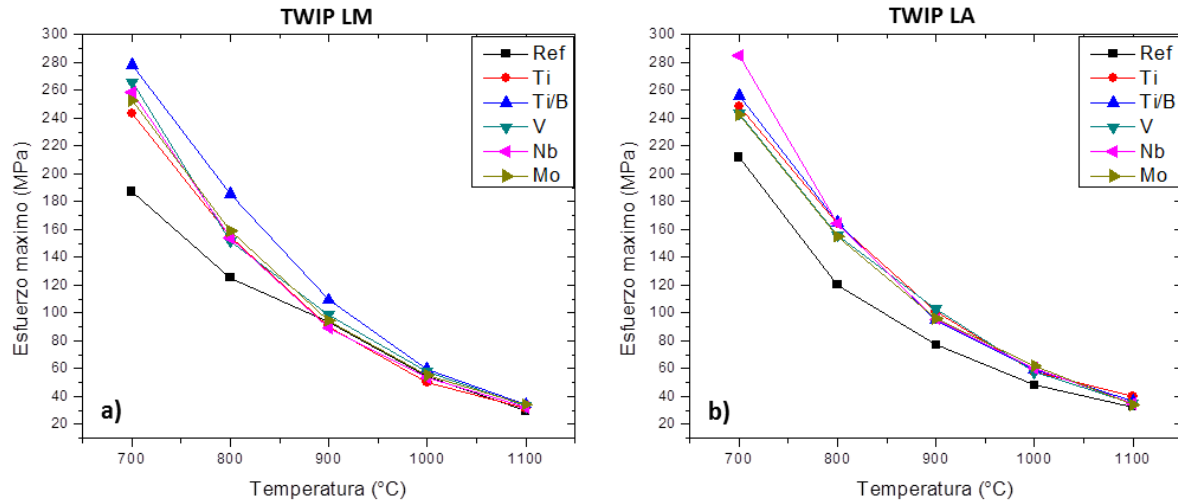


Figura 3.25. Comportamiento del esfuerzo pico alcanzado en los aceros TWIP en las dos condiciones de solidificación: a) Solidificados en MM y b) Solidificados en MA.

El incremento de la resistencia a la más baja temperatura de deformación (700 °C) también se asocia al mismo efecto del elemento microaleante, ya que todos los aceros TWIP microaleados con respecto del acero TWIP de referencia presentan mayor resistencia, comportamiento que puede ser atribuido a la formación de precipitados, tal y como se observa en la **figura 3.1**, y lo cual coincide con los resultados presentados por Reyes-Calderón y colaboradores [186] en aceros TWIP microaleados deformados bajo compresión en caliente. Lo anterior obedece tanto para la condición de solidificación rápida (MM) y solidificación lenta (MA). El acero TW-Ti/B solidificado en molde metálico (MM) es el que presenta el mayor valor de resistencia, con un valor de 280 MPa. De hecho, se puede observar que en el rango de 800-900 °C este mismo acero sigue mostrando valores superiores de resistencia en comparación con el resto de los aceros TWIP microaleados y solidificados en la misma condición y, por arriba de los 1000 °C las resistencia cae y tiende a igualarse. Por otro lado, el acero TWIP-Nb solidificado en molde de arena (MA) muestra un valor de 290 MPa a la temperatura más baja de ensayo, sin embargo, al incrementarse la temperatura de ensayo esta resistencia disminuye y, donde en general, para el resto de los aceros TWIP, el comportamiento tiende a ser el mismo, es decir, se observa la que los valores de resistencia se igualan.



3.7.2 Curvas de ductilidad en caliente (% de RA vs temperatura).

En la **figura 3.26 a-f** se muestran las curvas de ductilidad en caliente para los aceros TWIP ensayados en la condición de colada y solidificados en MM y MA, respectivamente. La primera característica que muestran estas curvas es un comportamiento que difiere al reportado para la mayoría de los aceros convencionales al carbono y microaleados [128], donde el valle de ductilidad cae a temperaturas intermedias y aumenta a bajas y altas temperatura de ensayo donde, de acuerdo a los estudios realizados por Mintz [187], un valor conservativo de 60% puede ser usado para evitar el agrietamiento en caliente en aceros bajo condiciones de tracción en caliente. Sin embargo, este valor de ductilidad en caliente puede modificarse por efecto de la composición química, ciclo térmico y velocidad de deformación, y del propio acondicionamiento de la microestructura antes del ensayo. En el presente estudio, las curvas muestran un incremento de la ductilidad a temperaturas intermedias de ensayo (800-900 °C), una moderada ductilidad a la más baja temperatura (700 °C) y baja ductilidad a la más alta temperatura de ensayo (1100 °C). Así mismo, es evidente que los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) presentan mayores valores de RA que los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA), en dicho rango intermedio de temperaturas, a excepción del TW-Ti/B y TW-Nb solidificados en MA.

El acero TW-REF (**figura 3.26a**) en ambas condiciones de solidificación (MM y MA) y ensayado a 700 °C muestra valores de hasta el 22 y 40% de RA, respectivamente; a temperaturas intermedias (800 °C) alcanzan valores de hasta 60 y 42% de RA, respectivamente, y a la temperatura más alta de ensayo (1100 °C) se obtuvieron valores de 13.5 y 19% de RA, respectivamente. En el caso del acero TWIP microaleado con Ti (**figura 3.26b**), las curvas de ductilidad muestran que a la temperatura más baja de ensayo (700 °C) se alcanzaron valores de 29.5 y 28% de RA, respectivamente; a temperaturas intermedias (800 °C) se obtuvieron valores de 35 y 21% de RA, respectivamente, y para la temperatura más alta de ensayo se alcanzaron valores de 8 y 13.5% de RA, respectivamente. En lo que corresponde para el acero TWIP microaleado con Ti/B (**figura 3.26c**) ensayado a 700 °C se obtuvieron valores de 32 y 57% de RA, respectivamente; a temperaturas intermedias (900 °C) se alcanzaron valores de 50 y 82% de RA, respectivamente, y a la temperatura más alta de ensayo (1100 °C) se obtuvieron valores de 26 y 37.5% de RA, respectivamente. Por otro lado, para el acero TWIP microaleado con V (**figura 3.26d**), a 700 °C se obtuvieron valores de 36 y 38% de RA, respectivamente; a temperaturas intermedias de ensayo (900 °C) se alcanzaron valores de 87 y 73% de RA,



respectivamente, y a la temperatura más alta de ensayo (1100 °C) se obtuvieron valores de 22.5 y 18% de RA, respectivamente. En el caso del acero TWIP microaleado con Nb (**figura 3.26e**), a 700 °C se obtuvieron valores de 30.5 y 54% de RA; a 800 °C se obtuvieron valores de 73 y 62% de RA y, a 1100 °C se alcanzaron valores de 40 y 32% de RA. Finalmente, para el acero TWIP microaleado con Mo (**figura 3.26f**), a 700 °C se alcanzaron valores de 28 y 39% de RA, respectivamente; a 900 °C se obtuvieron valores de 58 y 71.5% de RA, respectivamente, y a la temperatura más alta de ensayo (1100 °C) se alcanzaron valores de 24 y 32% de RA, respectivamente. Para poder explicar el comportamiento descrito por estos aceros TWIP en caliente, muchos fenómenos metalúrgicos necesitan ser tomados en cuenta. La presencia de partículas precipitadas, donde su tamaño, distribución y fracción volumétrica, juegan un papel muy importante. Por la naturaleza química de estos aceros TWIP, los precipitados que se forman pueden actuar como inhibidores de la movilidad de los límites de grano, creándose fuertes concentraciones de tensiones y dificultándose los procesos de recristalización; como consecuencia, a medida que aumenta la deformación se forman grietas intergranulares que conducen a la caída de la ductilidad.

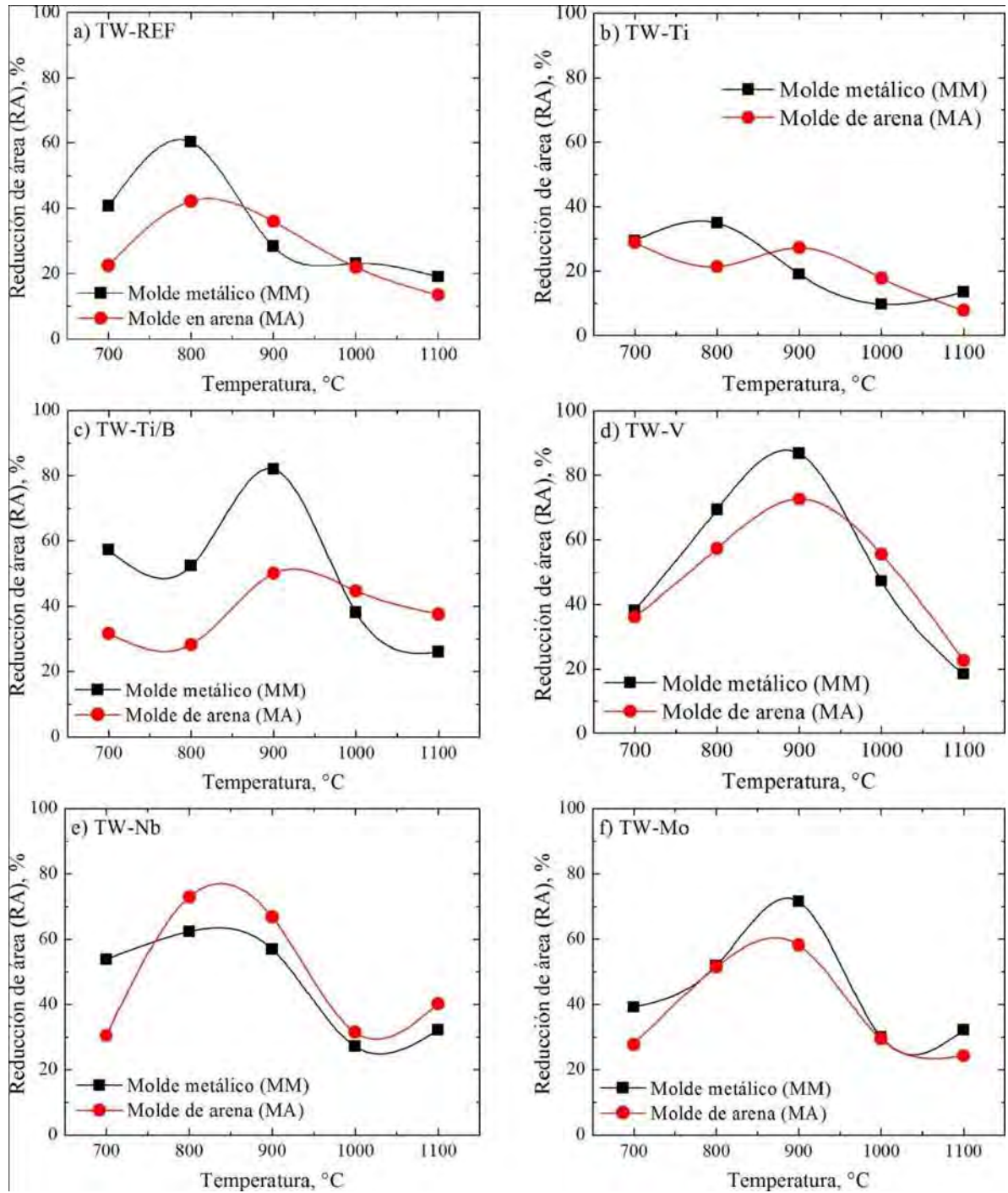


Figura 3.26. Comportamiento de la ductilidad en caliente para los diferentes aceros TWIP en las dos condiciones de solidificación.

De acuerdo a la información obtenida del análisis termodinámico de formación de segundas fases en los diferentes aceros TWIP (ver **figura 3.1**), se anticipa que debido a la formación del AlN y a su estabilidad en un amplio rango de temperaturas aunado a otras fases estables, se espera que haya



una baja o moderada ductilidad a bajas temperaturas de ensayo (en el caso particular a 700 °C, ver **figura 3.26**), debido a que el AlN permanece constante sin disolverse, lo cual es muy perjudicial para la ductilidad en caliente, ya que este compuesto precipita muy finamente en los límites de grano de la austenita, inhibiéndose adicionalmente la recristalización dinámica y activándose la nucleación y crecimiento de cavidades, fenómeno acompañado del deslizamiento de los límites de grano [8].

En la **figura 3.27 a-f** se muestra la fracción volumétrica de los precipitados formados en función de la temperatura. Como es de esperarse, a temperaturas más bajas, la presencia de precipitados es importante y ayuda a explicar la caída de ductilidad en caliente. Para el caso particular del AlN en el acero TWIP de referencia (**figura 3.27a**), este compuesto inicia a formarse desde el estado líquido a 1521 °C, y la fracción en peso de esta fase se incrementa mientras avanza la solidificación; a 1313 °C la solidificación termina y la fracción volumétrica de este compuesto es de $3.34e^{-02}$, permaneciendo constante mientras la temperatura disminuye. Para el caso del acero TWIP microaleado con Ti (**figura 3.27b**), una nueva fase aparece, la cual principalmente está formada por compuestos de TiC y Ti(C,N). Así mismo, el AlN comienza a formarse a 1528 °C, antes de que inicie la solidificación, y la fracción en peso de esta fase se incrementa justo antes de que el compuesto Ti(C,N) comience a formarse en la zona bifásica líquido-sólido, antes de que termine la solidificación. A altas temperaturas, la formación del compuesto TiN requiere parte del N que contiene el AlN. A 996 °C el compuesto Ti(C,N) desaparece y el compuesto puro TiC se forma. Así mismo, justo por debajo de 996 °C todo el Ti aparece en forma de TiC y el N que estaba combinado con el este elemento en forma de TiN se reparte con el AlN. Un aspecto muy importante a señalar recae sobre el hecho de que si se limita la formación del compuesto AlN, el Ti(C,N) podría estar presente a cualquier temperatura de procesamiento. En lo que concierne al acero TWIP microaleado con Ti/B (**figura 3.27c**), el compuesto AlN comienza a formarse a los 1508 °C, justo antes de que inicie la solidificación. Otros compuestos comienzan a formarse en el campo bifásico líquido-sólido a 1300 °C, comprendiendo principalmente compuestos de TiN y TiC, los cuales aparecen en forma de compuestos de Ti(C,N). Al continuar con la disminución de la temperatura, a 938 °C el compuesto anterior desaparece para dar inicio a la formación del compuesto puro TiC, ya que todo el N del Ti(C,N) se reparte en la formación y estabilidad del AlN. Una característica muy sobresaliente en este acero TWIP microaleado con Ti/B es la formación del compuesto tipo M_2B , que comienza a formarse a 1240 °C, justo antes de que termine la solidificación, compuesto tipo que está formado principalmente por Fe_2B y Mn_2B , donde la proporción de cada compuesto con respecto a la cantidad total de la fase M_2B es observada



claramente, tendiendo a disminuir el Fe_2B y a aumentar el Mn_2B conforme disminuye la temperatura. Un detalle importante a señalar para esta composición en aceros TWIP, es el ensanchamiento del campo bifásico líquido-sólido, en comparación con el resto de las composiciones químicas, alargándose el rango de solidificación hasta los 1240 °C.

El efecto del B de reducir la temperatura de conformado plástico a alta temperatura en el acero TWIP ya ha sido anteriormente reportado [188]. De acuerdo a los cálculos termodinámicos para el acero TWIP microaleado con V (**figura 3.27d**), además de la presencia del compuesto estable AlN , se observa la formación del compuesto VC a 942 °C. Además, no se observa la formación del compuesto VN debido a que no existe suficiente N en solución sólida después de la formación del AlN ; así, el compuesto VC se forma ya que existe disponible suficiente C para su formación. Por su parte, en el acero TWIP microaleado con Nb (**figura 3.27e**), se identifica la formación del compuesto NbC a 1329 °C. En este caso, no se observa la formación del compuesto NbN debido a que la alta cantidad de Al disponible favorece la formación del compuesto AlN a altas temperaturas, el cual comienza a formarse a 1522 °C, así, tras la formación del AlN no hay suficiente N disponible en forma de solución sólida y, en cambio, se consolida la formación del NbC. Finalmente, para el acero TWIP microaleado con Mo (**figura 3.27f**), la formación del compuesto AlN sucede a 1522 °C, algunos grados más arriba que en el acero TW-REF. Así mismo, la formación de carburos durante el enfriamiento se acelera a 761 °C, en comparación con el acero TW-REF, donde estos carburos inician su formación a 657 °C, observándose también el cambio estequiométrico de la fase M_3C a la fase M_7C_3 , siendo inclusive mayor la fracción volumétrica en el acero TW-Mo que en el acero TW-REF.

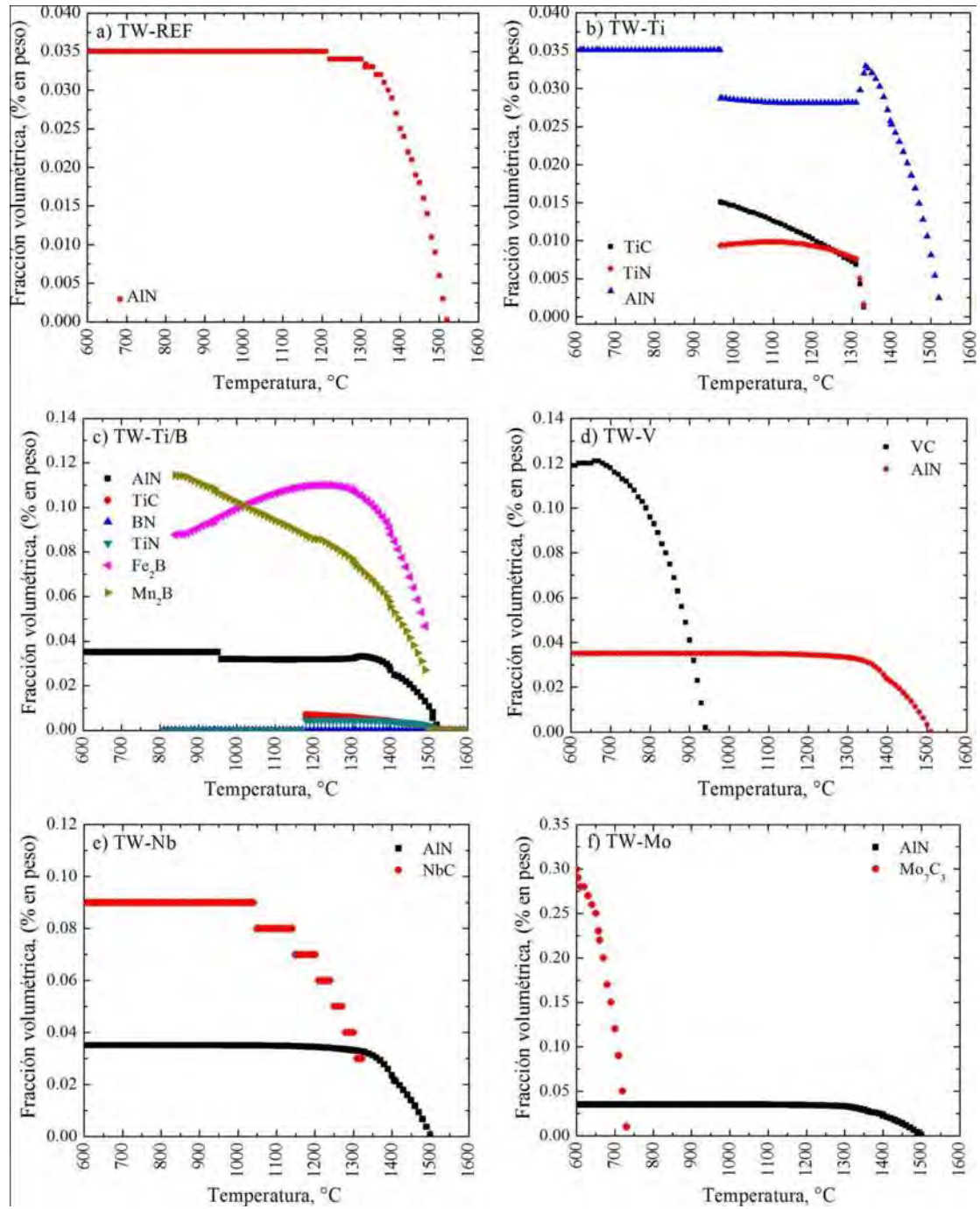


Figura 3.27. Equilibrio termodinámico, en términos de la fracción volumétrica, de los compuestos formados en los diferentes aceros TWIP predichos mediante FactSage[®]: a) TW-REF, b) TW-Ti, c) TW-Ti/B, d) TW-V, e) TW-Nb y f) TW-Mo.



Es bien sabido que los metales y las aleaciones contienen partículas de segundas fases, las cuales pueden tener un efecto marcado sobre la evolución de la microestructura durante la deformación plástica en caliente, pudiendo esto afectar el fenómeno de la recrystalización dinámica. Así, grandes partículas alojadas en los límites de grano pueden actuar como sitios de nucleación para la recrystalización [189] y partículas más finas dispersadas en toda la matriz, normalmente reducen la cinética de la recrystalización con una tendencia mayor en el retardo de la fuerza motriz para la nucleación, que para el crecimiento [190]. En el caso de la mejora de la ductilidad a temperaturas intermedias (800-900 °C), una primera causa de este incremento está relacionada con el fenómeno de la recrystalización dinámica, en el entendido de que partículas más burdas localizadas en los límites de grano propician una baja resistencia de los límites de grano debido a que no existen obstáculos para el libre movimiento de las dislocaciones o debido a que no existen obstáculos para la nucleación y crecimiento de nuevos granos recrystalizados libres de deformación [81]. En este sentido, en tanto se incrementa la temperatura entre 800-900 °C, la ductilidad se ve favorecida por la activación térmica de dos fenómenos simultáneos, una microestructura de granos recrystalizados (granos finos) y el deslizamiento de los límites de grano, lo cual evita la propagación y coalescencia de microgrietas durante el ensayo de tracción. La recrystalización dinámica es promovida por la aplicación de bajas velocidades de deformación y el uso de más altas temperaturas, por lo tanto, la recrystalización dinámica inicia cuando la deformación crítica es alcanzada. En general, a temperaturas intermedias de ensayo, se observan los más altos alargamientos, tal y como se muestra en las **figuras 3.23 y 3.24**, lo cual se asocia con el inicio de la recrystalización dinámica, aunque esto debe de ser tomado con reserva, ya que los ensayos de tracción no representan ser el mejor método para determinarla debido al fenómeno de estricción y a la variación de la velocidad de deformación. Sin embargo, las fluctuaciones observadas en las curvas de fluencia pueden ser una señal de la aparición de este fenómeno [191]. Así mismo, el efecto de los elementos microaleantes sobre el comportamiento de la ductilidad en caliente de estos aceros TWIP en el rango intermedio de temperatura (800-900 °C) se relaciona, por un lado, con el fenómeno de la recrystalización dinámica, ya que el material se ve sometido por un proceso de restauración vía RDX, por ejemplo, en tanto la temperatura de deformación se incrementa [13] y el elemento de microaleación entra en solución sólida dentro de la matriz, por otro lado, con fenómenos de arrastre de soluto por efectos segregativos de no-equilibrio [192], donde la RDX puede ser retardada e inclusive suprimida y, finalmente, en forma de precipitados [193], donde la precipitación y la recrystalización representan ser dos procesos interactivos; si la precipitación ocurre antes o en la etapa inicial de la recrystalización, la DRX es retardada por efecto de



los precipitados y, si la recrystalización se completa antes del inicio de la precipitación, la cinética de precipitación se reduce debido a los pocos sitios de nucleación. Estos efectos de los elementos microaleantes dependen de la naturaleza difusiva y segregativa de sus átomos en la red de la austenita [192,194].

Finalmente, de la información presentada en la **figura 3.26**, se observa una marcada caída de la ductilidad en caliente a la más alta temperatura de ensayo (1100 °C) para el total de los aceros TWIP. De acuerdo a la naturaleza química de los aceros TWIP, el alto contenido de Al favorece la formación del compuesto AlN, tal y como se muestra en las **figuras 3.1 y 3.27**, además del posible efecto del elemento microaleante en cada acero TWIP a más altas temperaturas. Así, la presencia de AlN y otras partículas precipitadas son particularmente perjudiciales para la ductilidad en caliente, ya que se alojan en los límites de grano de la austenita, suprimiéndose por un lado la DRX, y por otro incentivando el crecimiento de microgrietas debido al deslizamiento de los límites de grano. Resultados de esta naturaleza fueron reportados por Kang [12], donde indicaron que la ductilidad en caliente está controlada por el nivel de N disuelto en el acero TWIP. De esta manera, la precipitación de AlN puede causar fragilización y agrietamiento en caliente. Debido al considerable desajuste volumétrico entre los precipitados de AlN y la matriz del acero, la precipitación del AlN en la austenita ocurre preferentemente en los límites de grano [195]. Además, el efecto más significativo del AlN en el acero es en el control del tamaño de grano [196-198], lo que directamente influencia propiedades mecánicas tales como la ductilidad en caliente [199], tenacidad [200], formabilidad [201] o soldabilidad [202]. Debido al procesamiento térmico real que sufren las aleaciones metálicas durante su fabricación, siempre existe una competición entre los elementos de aleación y microaleación para formar diferentes precipitados, tales como los nitruros en los aceros microaleados [203]. Durante el enfriamiento, más precipitados estables se forman y, la formación de éstos cambia la concentración remanente de los elementos disueltos en la matriz, y de ese modo cambia la tardía formación de otros precipitados. De hecho, los precipitados formados previamente pueden generar sitios de nucleación heterogénea y crecimiento para nuevos precipitados de diferente composición, permitiendo esto la formación de precipitados mixtos de estructuras complejas. Un efecto indeseable de la presencia de precipitados a altas temperaturas es la disminución de la ductilidad y la promoción del agrietamiento, tal y como es el caso de los aceros microaleados en la colada continua [204,205]; donde la acumulación de precipitados finos a lo largo de límites de grano débiles causa el fenómeno



llamado fragilización inducida por precipitación, originando cavidades y propagación de grietas debido a la concentración de esfuerzos en los límites de grano [205].

3.8 Resultados de microscopía óptica en la condición de deformación.

Es bien sabido que debido a la mayor capacidad de disipación de calor, las aleaciones metálicas coladas en molde metálico (MM) solidifican más rápidamente pudiéndose refinar así la estructura dendrítica y obteniéndose menor segregación [206]. La contribución de cambios microestructurales aunado a la formación de precipitados puede tener varios efectos sobre las propiedades de los materiales. En las figuras 3.28 a-d a 3.32 a-d se presentan las micrografías de los aceros TWIP ensayados a tracción en caliente en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C) cerca de la zona de fractura para las dos condiciones de solidificación (MM y MA), donde adicionalmente también se muestra una zona alejada de la superficie de fractura (aproximadamente a 5 mm). Claramente se puede observar el efecto de la condición de solidificación sobre el comportamiento a deformación de estos aceros TWIP. De hecho, la condición de máxima temperatura durante el ciclo térmico mostrado en la figura 2.14, no fue suficiente para homogenizar la microestructura, permaneciendo la componente dendrítica de solidificación. Un dato importante a considerar es en relación a la composición química, ya que está bien establecido que tanto el C como el Mn ayudan a estabilizar la fase austenítica. Por lo tanto, tras la deformación plástica en caliente de los aceros TWIP, no se identificó cambio de fase por métodos de microscopía, hablando en el caso particular de la transformación martensítica ϵ . Por otro lado, la estabilidad del acero TWIP durante la deformación puede ser afectada por dos factores [207]. Uno de ellos es el relacionado con su susceptibilidad para formar la fase martensita ϵ y su crecimiento durante la deformación. El otro factor está relacionado con la fracción volumétrica de la martensita ϵ presente antes de iniciar la deformación.

Además, las micrografías de los aceros TWIP en la condición de deformación muestran la conservación de la estructura dendrítica, de lo cual se puede decir que la temperatura máxima de calentamiento de 1100 °C no fue lo suficientemente alta para destruir dicha estructura y por ende eliminar la segregación producida durante la solidificación; donde la orientación de la estructura dendrítica es relevada por la componente de segregación a partir del frente de fractura. Resultados similares fueron reportados por Calvo [208] en su estudio del comportamiento de la ductilidad en caliente de aceros grado construcción al evaluar el efecto de elementos residuales y otras impurezas,



en relación a la presencia de la componente dendrítica que se observa en la caracterización microestructural. Calvo observó que aquellas probetas que fueron calentadas a 1100 °C y después ensayadas aún conservaban la estructura dendrítica, y que en la zona cercana a la superficie de fractura, donde se concentra la deformación debido a la estricción, se presentaban manchas alargadas después del ataque químico que correspondían a espacios interdendríticos, lo cual es un indicativo de zonas previamente segregadas. En consecuencia, estas condiciones son muy favorables para alojar partículas de segunda fase. Se ha reportado en la literatura [209] que el rechazo de ciertos elementos durante el enfriamiento de aceros con alto contenido de Mn permite la formación de carburos que nuclean en los límites de grano y en áreas interdendríticas dentro de los granos de la austenita, que también pueden inducir la transformación de fase. Por lo tanto, entre los diversos factores que afectan la ductilidad en caliente, los ciclos térmicos tienen una influencia significativa en la curva de ductilidad en caliente dada su relación con la microestructura (tamaño de grano), precipitados e inclusiones [210].

De acuerdo al tamaño de grano austenítico revelado por los aceros TWIP en la condición de deformación, los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) presentan un tamaño de grano aproximado de 5 mm y los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) presentan un tamaño de grano de aproximadamente 2 mm. De acuerdo con Mintz y colaboradores [135], el tamaño de grano es un factor importante para controlar el comportamiento de la ductilidad en caliente debido a las siguientes razones: (i) cuando el modo de fractura es intergranular la relación de aspecto de la grieta que controla la concentración de esfuerzos en la punta de la grieta es mayor en aquellos aceros que presentan un tamaño de grano más burdo, (ii) es más difícil que una grieta se propague por efecto del deslizamiento de los límites de grano en los puntos triples en aquellos aceros que presentan un grano fino y, (iii) el incremento del área específica del límite de grano en un acero de grano fino reduce la densidad de precipitados en los límites de grano. Por consiguiente, tamaños de grano fino requieren una deformación crítica menor para la DRX, con lo cual las grietas intergranulares son aisladas.

En este sentido, el tamaño de grano también parece ser un factor importante en promover o suprimir la posible transformación martensítica [207] y, sobre todo, por el hecho de que la DRX permite la formación de granos finos en el acero TWIP, lo cual previene efectivamente la posible transformación.

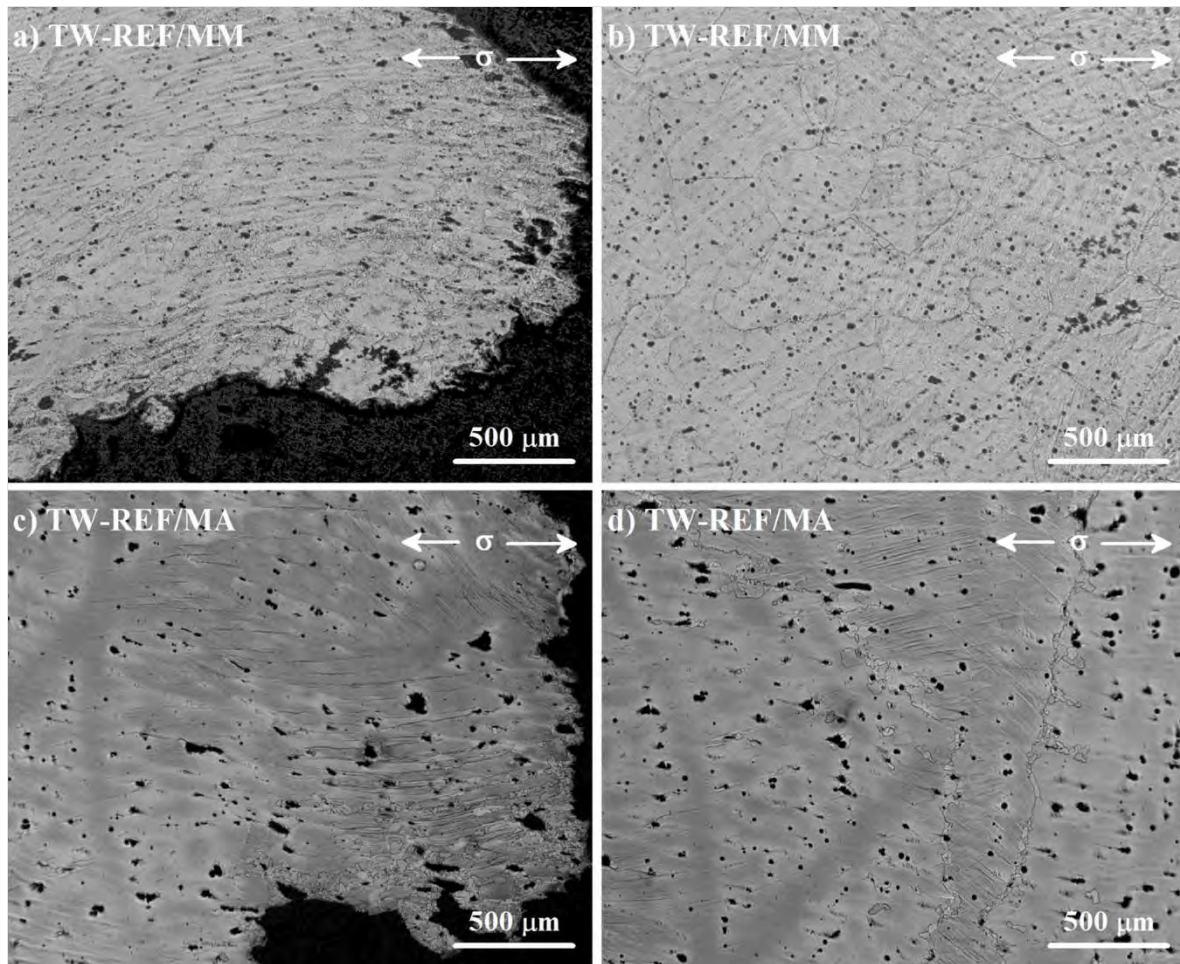


Figura 3.28. Microestructura del acero TW-REF en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

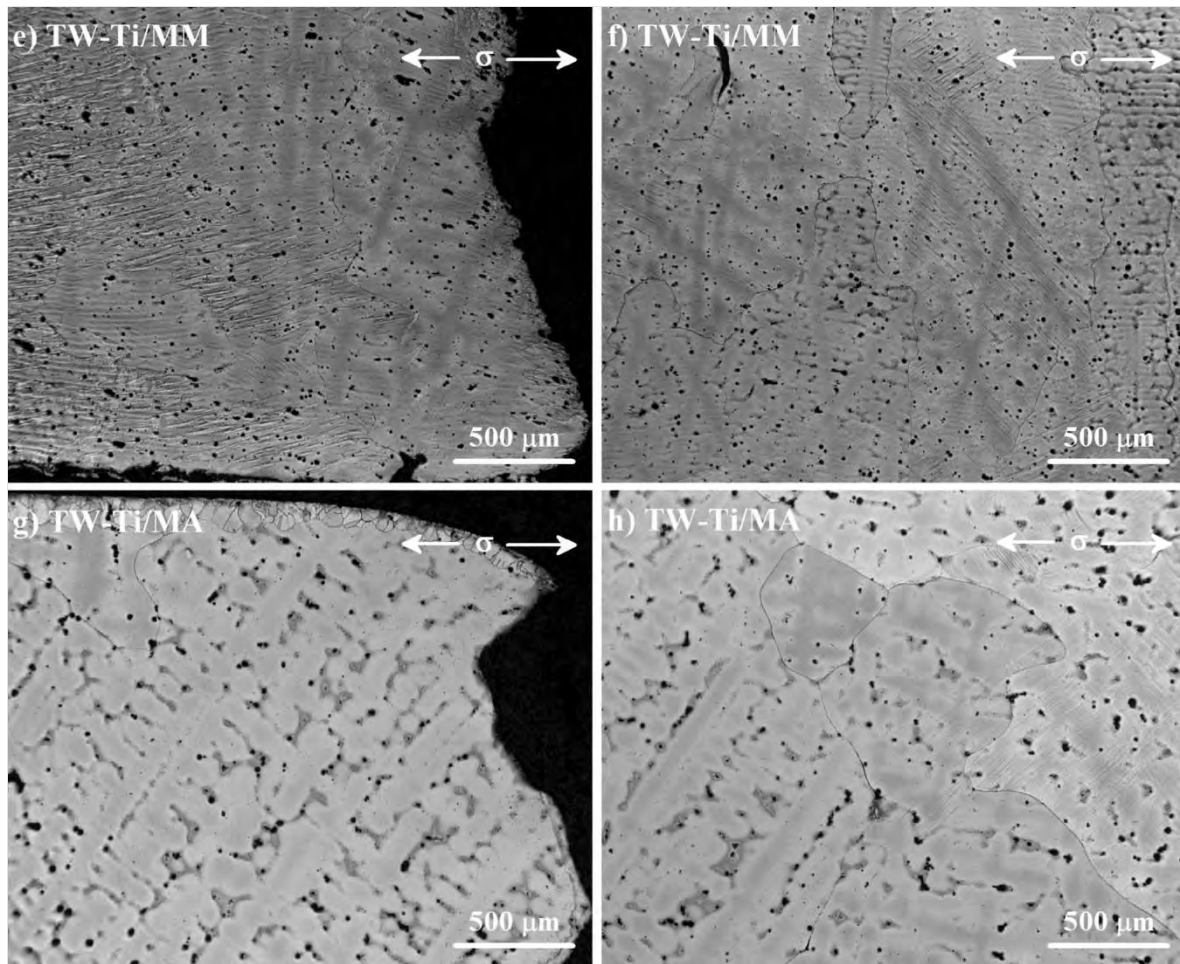


Figura 3.29. Microestructura del acero TW-Ti en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

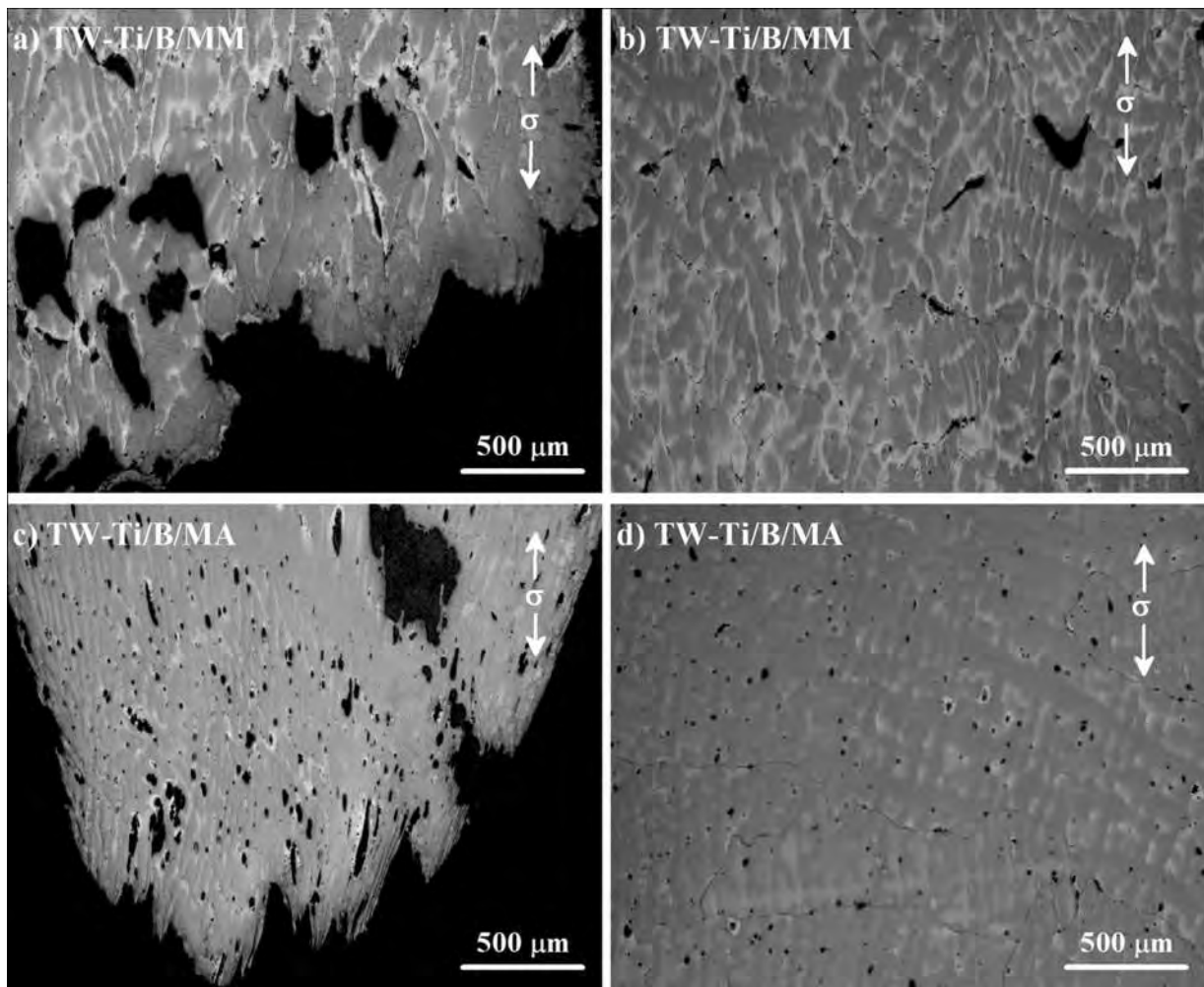


Figura 3.30. Microestructura del acero TW-Ti/B en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

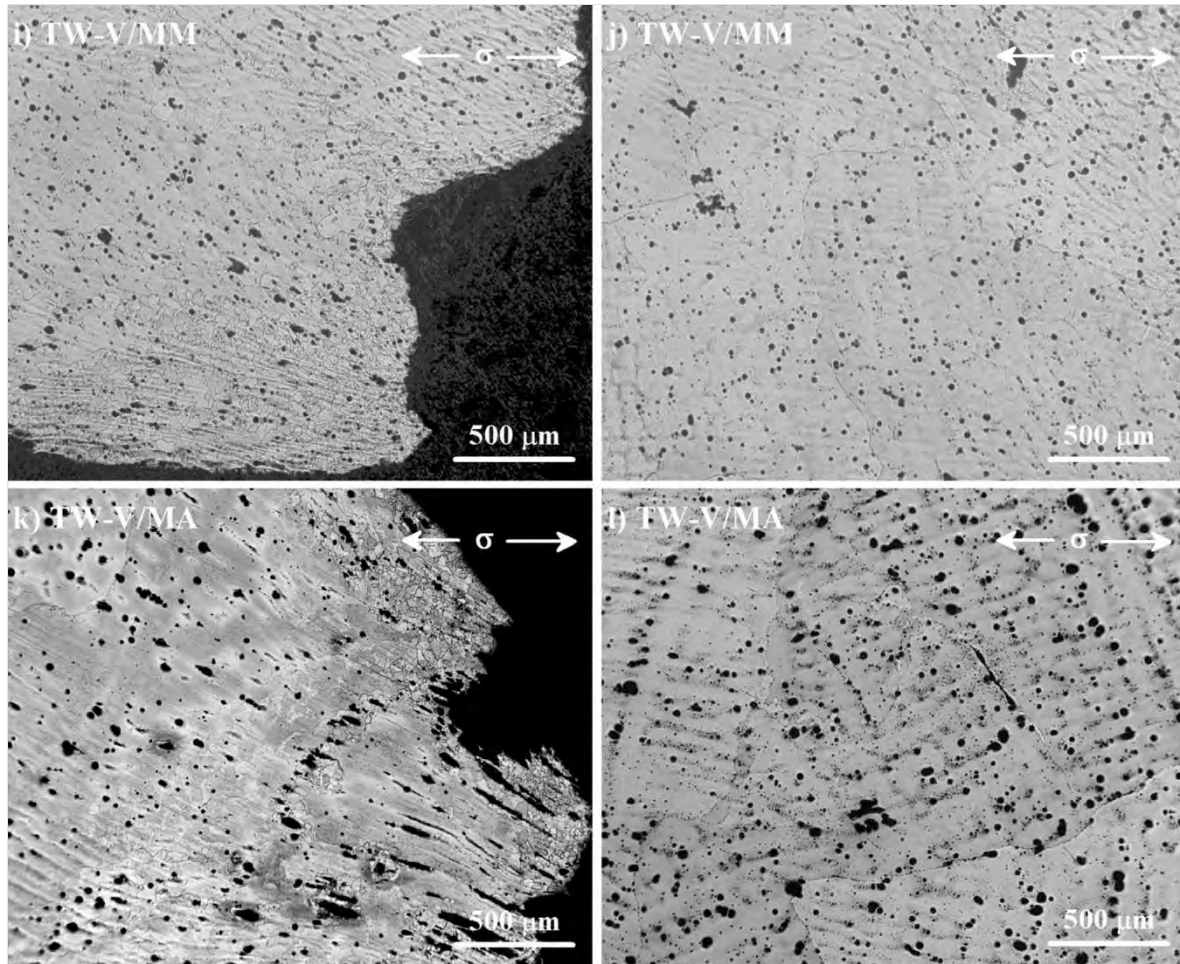


Figura 3.31. Microestructura del acero TW-V en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

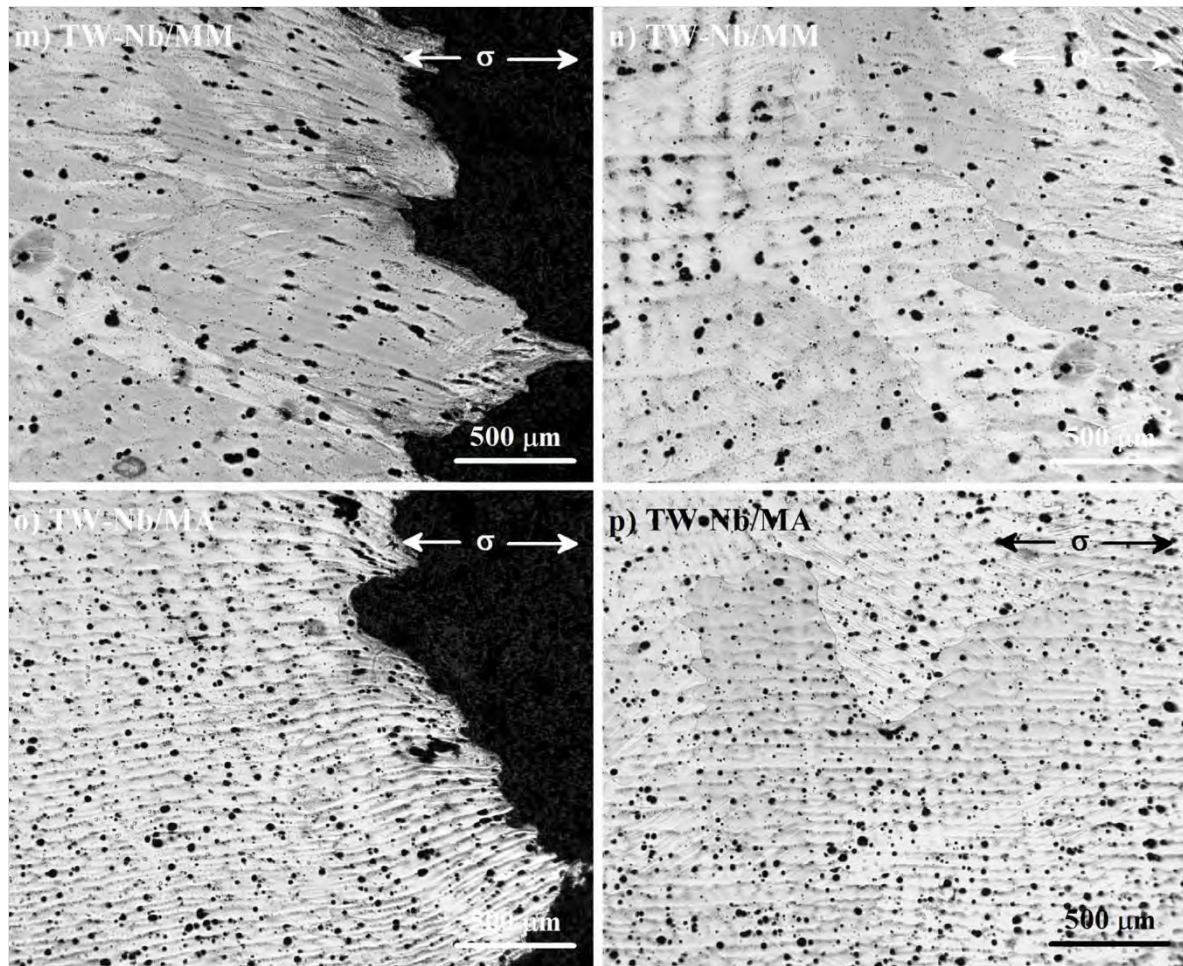


Figura 3.32. Microestructura del acero TW-Nb en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

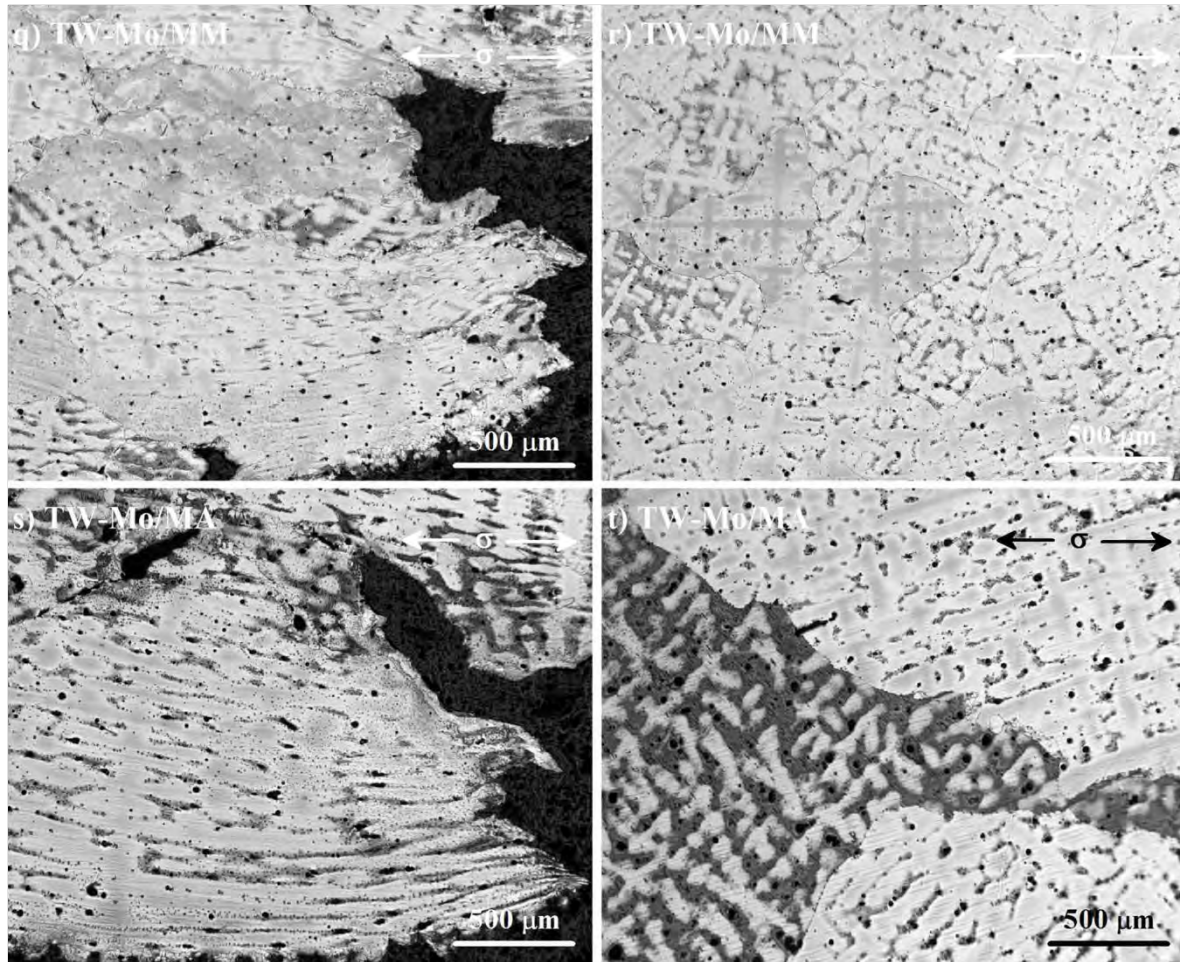


Figura 3.33. Microestructura del acero TW-Mo en la condición de deformación: a) Solidificado en MM y b) Solidificado en MA.

3.9 Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB) en la condición de deformación.

3.9.1 Análisis fractográfico.

Las figuras 3.34 a-f a 3.39 a-f presentan la superficie de fractura de los aceros TWIP ensayados a tracción en caliente hasta la ruptura. Se muestra tanto el carácter macroscópico de la superficie de fractura como el microscópico, detallando los mecanismos involucrados en la falla de los diferentes aceros TWIP. En análisis se presenta tomando en consideración sólo los casos donde se identificó la caída moderada caída de ductilidad a baja temperatura (700 °C), buena ductilidad en caliente a temperaturas intermedias (800-900 °C) y baja ductilidad a alta temperatura (1100 °C), de acuerdo al comportamiento descrito en las curvas de ductilidad (ver figura 3.26).



3.9.1.1 Análisis fractográfico a baja temperatura (700 °C).

La **figura 3.34 a-f** muestra la superficie de fractura para los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) y ensayados a 700 °C. En general, se observa una fractura del tipo frágil caracterizada por el desarrollo de una superficie fibrosa que permite localizar las grietas primarias que originaron la ruptura. La morfología de estas grietas sugiere que la falla se debió a una descohesión intergranular, donde no se aprecia estricción y es difícil visualizar huecos, motivo por el cual el %RA fue bajo (en general, de aproximadamente del 50%), ya que al disminuir la temperatura también disminuye la capacidad del material para deformarse plásticamente a escala microscópica y, por tal motivo, las cavidades se interconectan a partir de diminutas descohesiones granulares que dejan superficies planas con contornos irregulares, revelando la forma poligonal de los granos.

En la **figura 3.35 a-f** se presenta la superficie de fractura para los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA), que mostraron también una moderada ductilidad a baja temperatura. En general, se observan superficies lisas que contienen grietas grandes acompañadas de grietas secundarias, lo cual resulta en una falla del tipo frágil por descohesión de granos y donde la estricción alcanzada fue mínima. La excepción al comportamiento sugerido corresponde al acero TWIP microaleado con Ti/B (**figura 3.35c**), ya que muestra una superficie del tipo mixta (frágil-dúctil) y cierta estricción que, aunque poca, revela la posible absorción de la deformación antes de la falla del acero.

El hecho de considerar dos velocidades de solidificación añade una variable más al análisis fractográfico, ya que el factor tiempo por un lado permite el crecimiento del tamaño de grano austenítico debido al ciclo térmico aplicado durante los ensayos de tracción y, por otro lado, se fomenta la cinética de reacción de especies químicas debido a la microsegregación y posterior precipitación. Por lo tanto, los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) revelan fracturas con un tamaño de grano más burdo en comparación con los solidificados en molde metálico (MM). Rittel y colaboradores [151] estudiaron el comportamiento a tensión en la condición de colada de un acero Hadfield con un tamaño de grano burdo de aproximadamente 1 mm. Observaron que durante la deformación este tipo de aleación presentaba la aparición del fenómeno de “piel de naranja” en la superficie, debido a dicho tamaño de grano. También observaron bandas de deformación y falta de estricción durante los ensayos. Este tipo de fractura también se asocia a la presencia de AlN en los límites de grano, tal y como se describió en la sección 3.6.2. Además, casi todos los campos

observados indican el tipo de fractura intergranular. Este tipo de fractura ocurre después de cierto endurecimiento por deformación (ver **figura 3.25**), que incrementa la magnitud del esfuerzo hasta valores que superan la resistencia del límite de grano [143], generando descohesión granular. Finalmente, cabe mencionar que al bajar la temperatura de ensayo disminuye la capacidad del material para deformarse plásticamente a escala microscópica, por ello no se observan huecos en las facetas, nucleando las cavidades a partir de diminutas descohesiones que dejan pequeñas superficies planas con contornos irregulares.

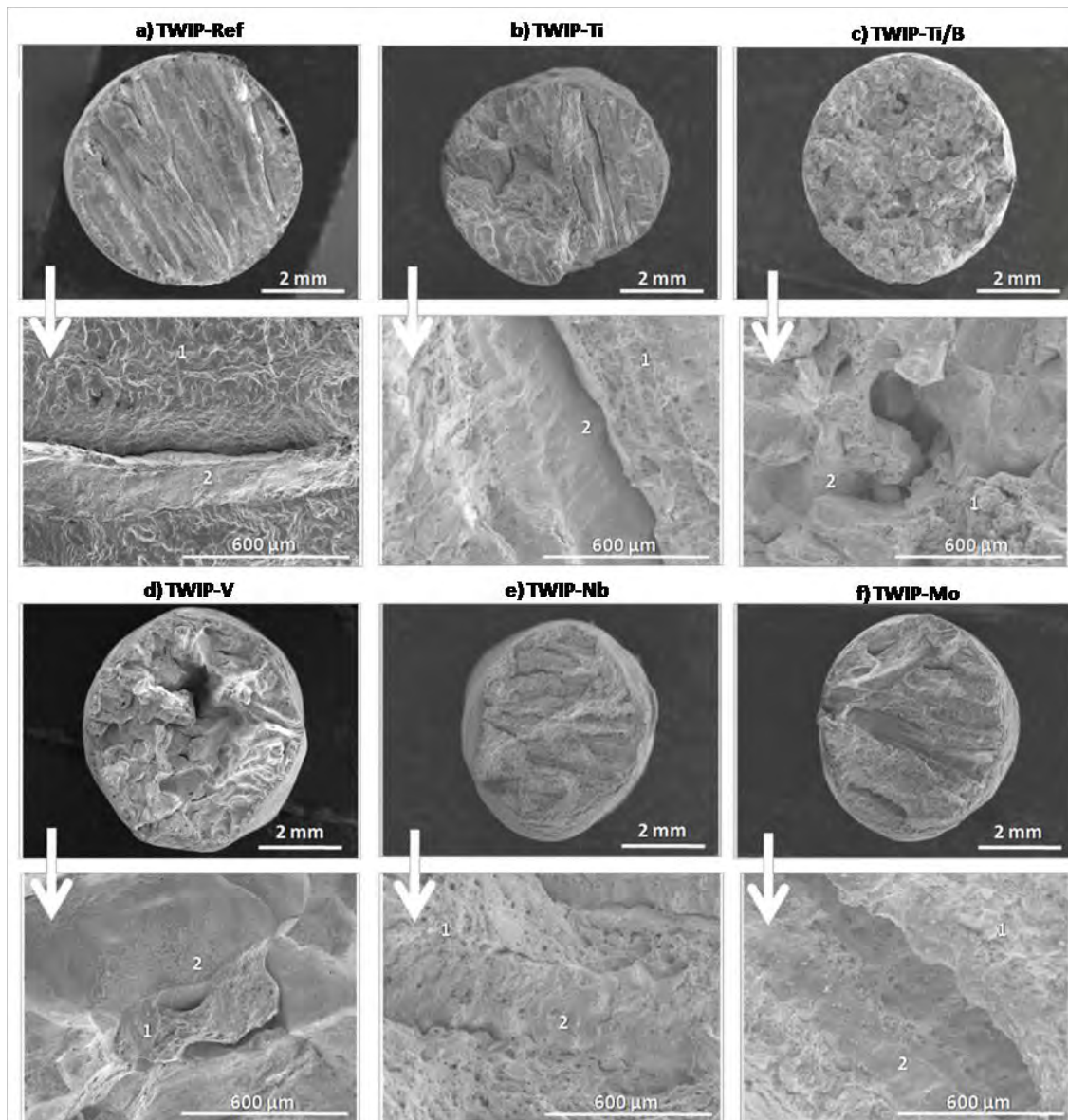


Figura 3.34. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) y ensayados a 700 °C.

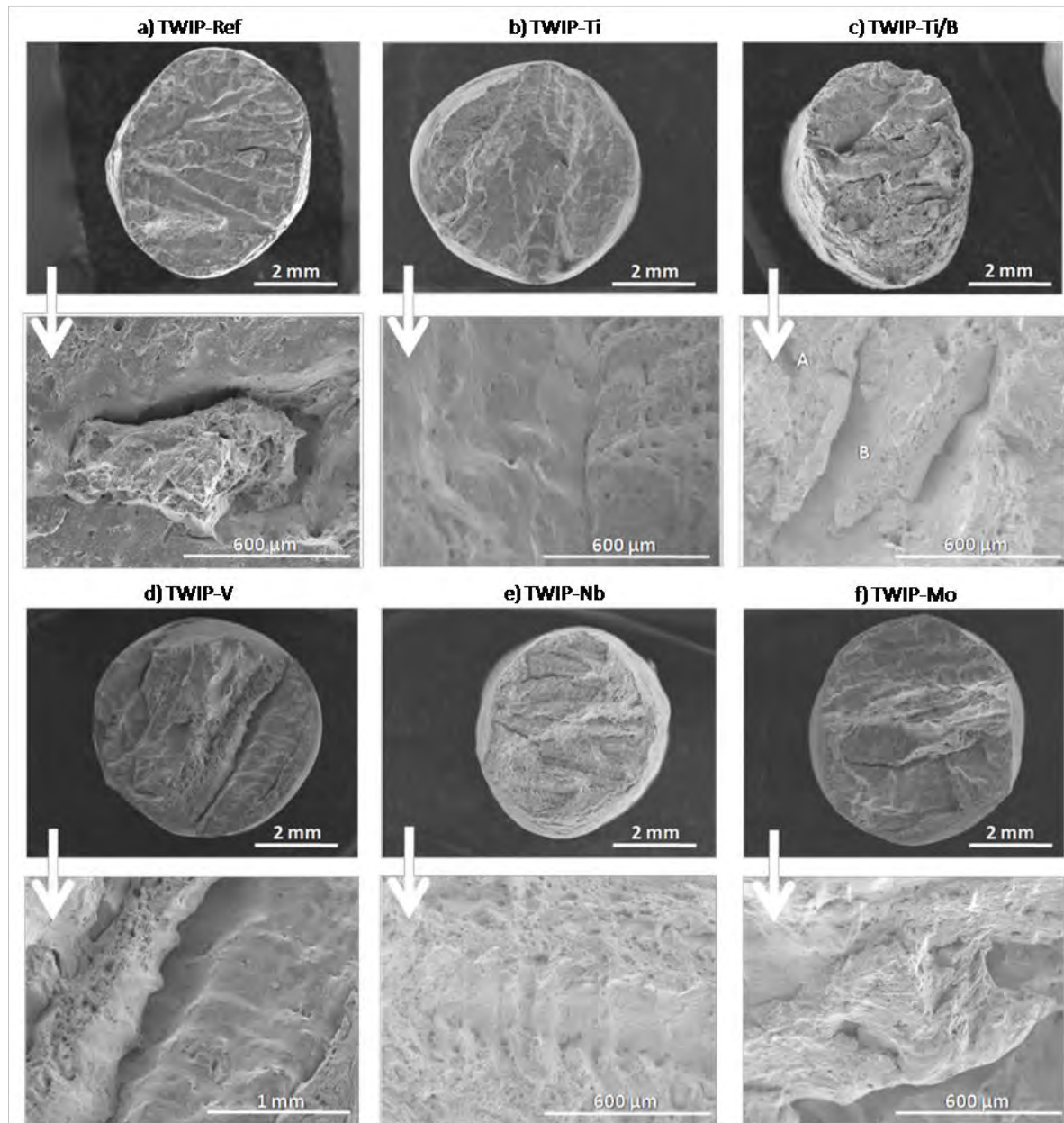


Figura 3.35. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) y ensayados a 700 °C.

3.9.1.2 Análisis fractográfico a temperaturas intermedias (800-900 °C).

La **figura 3.36 a-f** se muestra la superficie de fractura para el total de los aceros TWIP ensayados a temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en molde metálico (MM). El tipo de fractura observado es del carácter dúctil en el total de los aceros TWIP, a excepción del acero TW-Ti, ya que es



muy apreciable la existencia de huecos profundos. Durante el proceso de deformación, a medida que aumenta el alargamiento en el ensayo de tracción, más cavidades coalescen en la zona de estricción, principalmente en los límites de grano, iniciando el proceso en los límites de grano que tienen una orientación preferencial con respecto al eje del esfuerzo aplicado. Así, los sitios de nucleación de cavidades más comunes son las partículas de segunda fase en los límites de grano. La probeta con menor porcentaje de estricción es la correspondiente al TW-Ti en ambas condiciones de solidificación, como ya fue mencionado anteriormente. Este hecho deja esclarecido por un lado que el Ti no está actuando como refinador de grano y, que por otro lado, propicia una fractura más del tipo frágil que dúctil. Una característica muy evidente es la del acero TW-Ti/B, el cual muestra un tamaño de grano más fino y facetado. El caso más representativo de una marcada estricción es el correspondiente al acero TW-V, en el cual se obtuvo un valor de RA superior al 85%, donde la estricción semeja un triángulo conteniendo huecos muy profundos con paredes que indican un material altamente deformado. Este comportamiento ya ha sido descrito por otros autores [210] explicando que huecos pequeños originalmente eran grietas intergranulares, formadas al inicio de la deformación debido al deslizamiento de los límites de grano, subsecuentemente, las grietas se convirtieron en huecos profundos hasta alcanzarse la fractura, fenómeno controlado por la coalescencia entre ellos mismo.

Respecto a los resultados del análisis fractográfico de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA). Estos aceros muestran superficies de fractura del tipo mixto, tanto de fractura dúctil como de frágil. Lo anterior se identifica claramente por las superficies lisas aunado a la presencia de superficies rugosas compuestas de diversos huecos. Es importante hacer énfasis en que la condición de solidificación lenta generó grandes elevaciones en la topología de las superficies de fractura, dejando esclarecido que a mayor tiempo de solidificación, mayor es el tamaño de grano y, por lo tanto, la orientación inicial del grano dará por resultado un tipo de falla.

Por lo tanto, se puede considerar que en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C), los aceros TWIP se comportan más dúctilmente al mostrar estricciones considerables y superficies rugosas contiendo numerosos huecos con un grado apreciable de deformación y, donde dicho huecos se forman por la separación de granos sumamente alargados más una componente de fractura por deslizamiento de planos. Con respecto de los aceros que presentaron mayor reducción de área transversal, las superficies de fractura que presentan mayor población de huecos en superficies

rugosas, la detonación de la DRX por efecto de la presencia de elementos microaleantes (por ejemplo, V o Mo) y de la misma condición de velocidad de deformación (0.001 s^{-1}), origina que las microcavidades que nuclean en las inmediaciones de los precipitados localizados en los límites de grano, aislen la coalescencia y avance de microgrietas, obteniéndose una mejora de ductilidad en caliente.

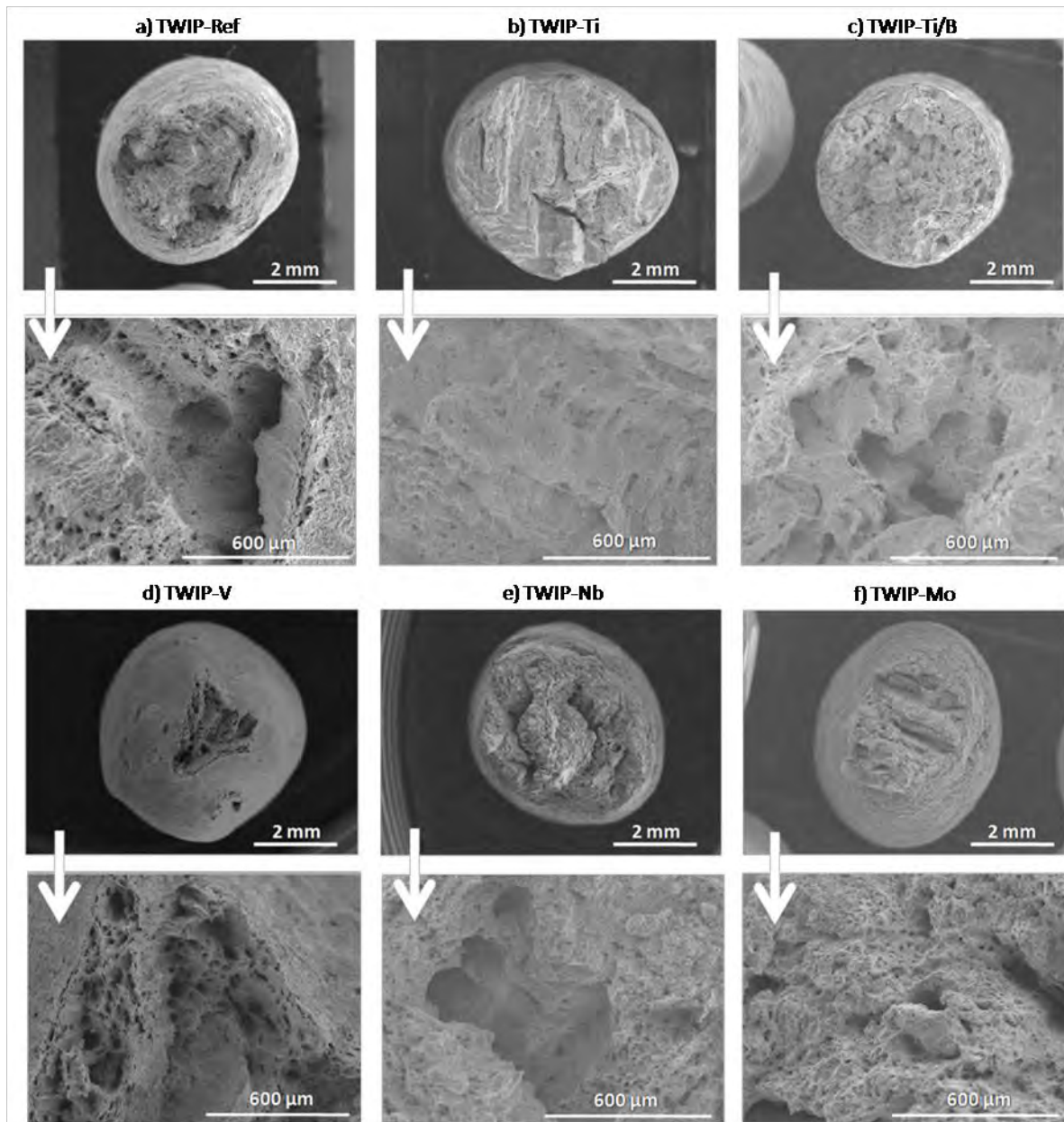


Figura 3.36. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MM) y ensayados a 800-900 °C.

Calvo [208] también discute el comportamiento de la ductilidad en caliente en función del tamaño de grano, de tal manera que aumenta la fragilidad intergranular cuando el tamaño de grano es más burdo y la temperatura de ensayo se incrementa, y si la ductilidad en caliente no mejora al disminuir el tamaño de grano, como se esperaría, entra en juego un segundo mecanismo de fragilización que actúa a nivel interdendrítico; mecanismo que se ajusta al descrito por los presentes aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA), sobre todo se puede observar claramente en el acero TW-Ti y corroborado por la información descrita para la **figura 3.29** de la sección anterior, considerando la componente interdendrítica.

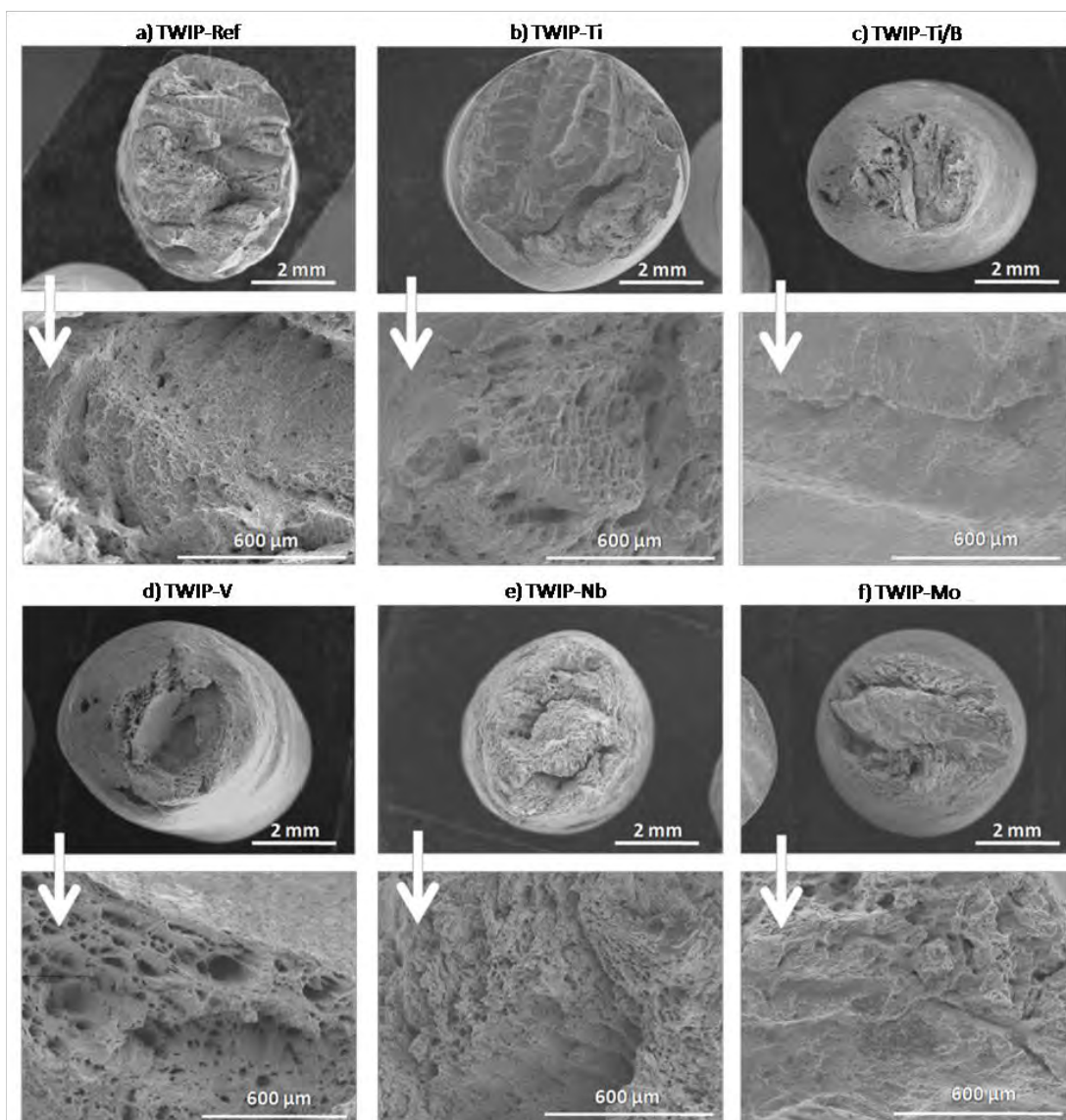


Figura 3.37. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) y ensayados a 800-900 °C.



3.9.1.3 Análisis fractográfico a alta temperatura (1100 °C).

En la **figura 3.38 a-f** se presentan las superficies de fractura obtenidas al ensayar los aceros TWIP a la más alta temperatura de 1100 °C y que presentaron los más bajos valores de ductilidad en caliente. En general, para el total de los aceros TWIP se observan superficies lisas a lo largo del área de fractura, separadas por relieves que indican un tipo de crecimiento dendrítico. Al incrementarse la temperatura de ensayo, las especies químicas segregadas en los límites de grano actúan como debilitadores de éstos y propician un tipo de falla frágil conocido como interdendrítico [211]. Algunos autores [212] han reportado que la segregación de impurezas en los límites de grano baja la energía interfacial de éstos e incrementan la velocidad de formación de grietas por efecto de la nucleación, coalescencia y interconexión de microcavidades. Así, la combinación entre las partículas de segundas fases con la posible segregación generan un severo debilitamiento de los límites interdendríticos y de los propios límites de grano austeníticos, con lo cual la ductilidad se ve reducida notablemente.

Respecto de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA), en la **figura 3.39 a-f** se presentan las superficies de fractura a la más alta temperatura de ensayo. Se puede apreciar que el área de fractura muestra superficies lisas conteniendo grandes grietas que abarcan macroscópicamente, en la mayoría de los casos, el total de la fractura. Estas superficies revelan un tipo de falla por fractura frágil atribuida al anclaje de los límites de grano; acción que obstaculiza el flujo plástico del material, resultando en su debilitamiento. Este anclaje puede estar relacionado con posibles segregaciones de elementos de aleación y microaleación [213], que desde la solidificación se vienen arrastrando y, por la naturaleza energética de los límites de grano, forman compuestos que durante la aplicación de la carga actúan como concentradores de esfuerzos en un medio de nucleación y crecimiento de microcavidades, culminando finalmente en una descohesión intergranular frágil, evidenciándose una nula estricción. Así mismo, mientras elementos soluto segregan entre los límites interdendríticos, bajan localmente la temperatura de solidus y generan el fenómeno conocido como “corto en caliente” (o hot shortness, por su significado en inglés) [214,215]. Esto propicia que se formen grietas internas que permanecen incluso durante el ensayo de tracción y que finalmente desembocan en una descohesión interdendrítica a alta temperatura [208].

Los presentes resultados a alta temperatura indican un comportamiento que se ve afectado por factores que dependen del tamaño de grano, de la formación de precipitados y de la velocidad de

deformación. En términos generales, la ductilidad es cuantitativamente reducida con el incremento de la cantidad de precipitados, lo cual se puede corroborar con los resultados del estudio termodinámico descrito en las secciones 3.2 y 3.6.2; ya que la baja ductilidad del acero está determinada principalmente por la estabilidad de los diferentes precipitados [203] y donde uno de los precipitados más perjudiciales para la ductilidad es el AlN entre otros compuestos como el Nb(C,N), los cuales preferentemente nuclean y crecen como precipitados finos tanto en los límites de grano de la austenita como en las dislocaciones.

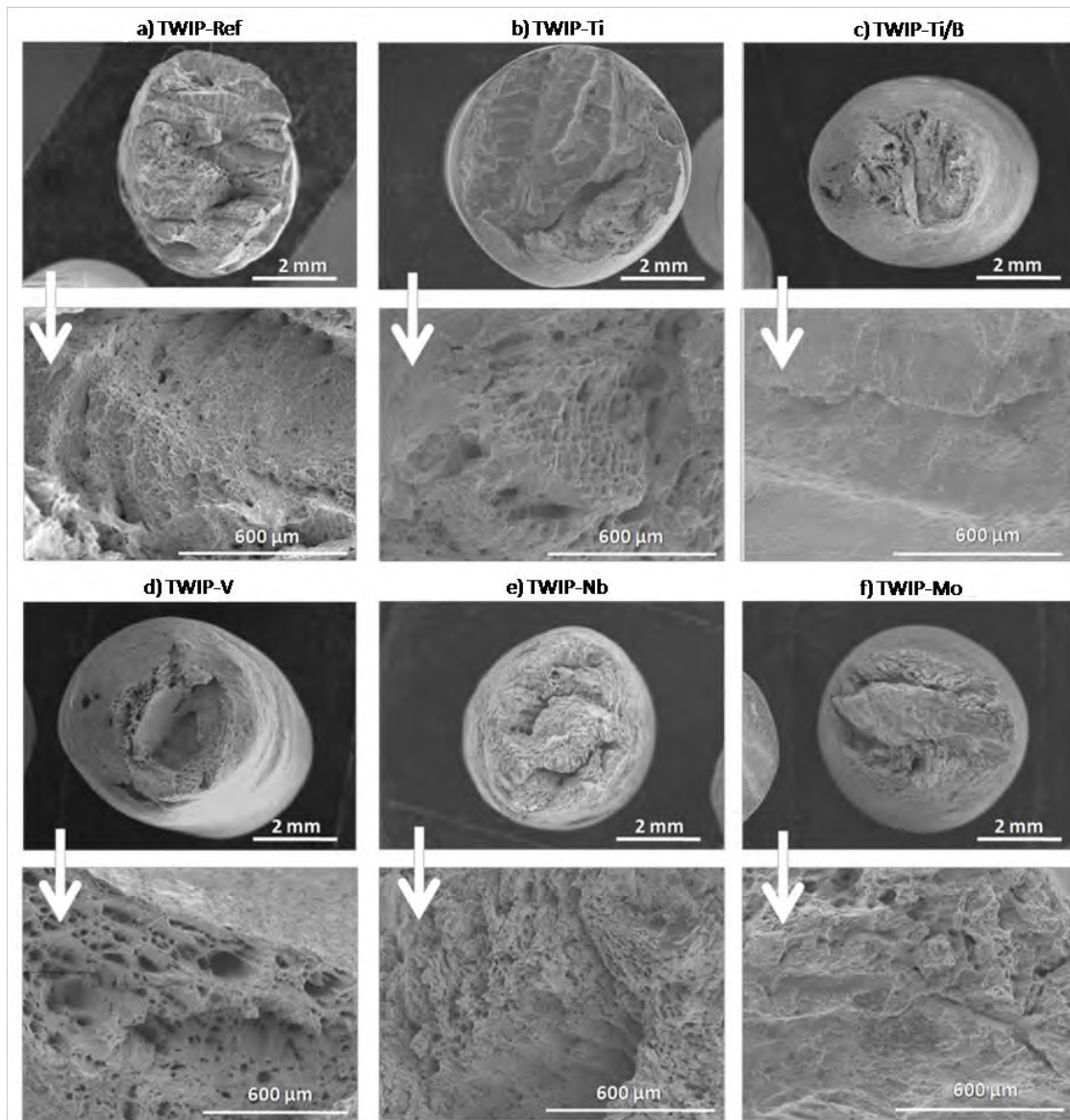


Figura 3.38. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) y ensayados a 1100 °C.

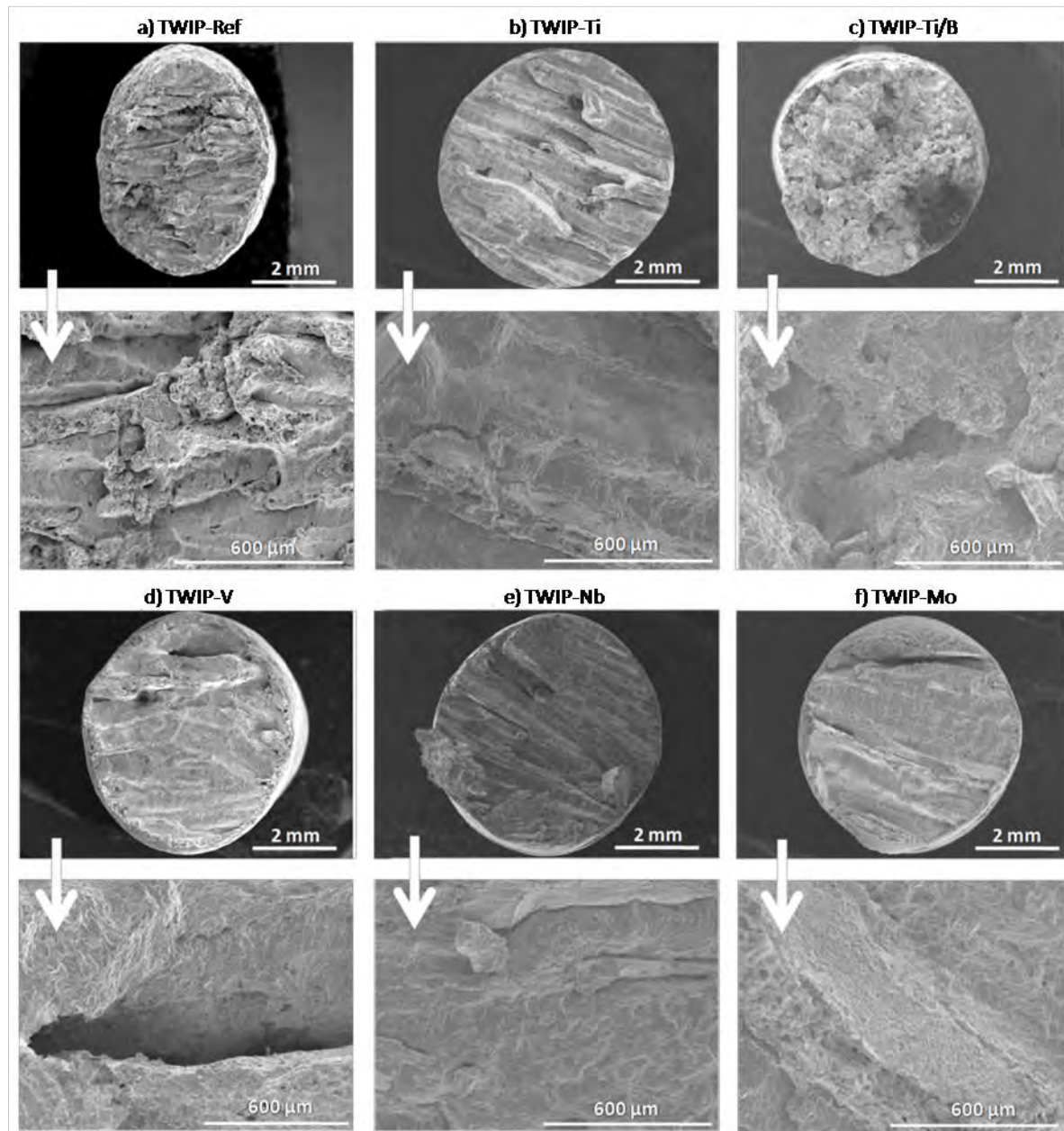


Figura 3.39. Superficies de fractura mediante MEB del total de los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) y ensayados a 1100 °C.

3.9.2 Resultados del estudio de cavitación y caracterización de microgrietas.

En las **figuras 3.40 a-f** y **3.41 a-f** se muestran las micrografías representativas de las superficies de fractura para cada uno de los aceros TWIP ensayados en tracción en caliente que presentaron los mejores valores de ductilidad en caliente en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C),



solidificados tanto en MM como en MA. A partir de estas micrografías se puede observar una gran cantidad de cavidades de diferentes tamaños y morfologías se pueden observar. En el acero TW-Ref, para ambas condiciones de solidificación, predominan las cavidades tipo “r” y “l”. Las cavidades tipo “r” son redondas y se producen más por crecimiento equiaxial que por coalescencia, mientras que las cavidades tipo “l” son alargadas con su eje paralelo al esfuerzo aplicado [216]. En el acero TW-Ti, en ambas condiciones de solidificación, predominan las cavidades tipo “r” y las cavidades tipo “A”, estas últimas producidas por deslizamiento de los límites de grano en las uniones triples [216]. El acero TW-Ti/B, solidificado en molde metálico (MM), presenta cavidades grandes del tipo “w”, las cuales se originan por el deslizamiento de los límites de grano provocado por la descohesión de las uniones triples [217], aunado a la presencia de cavidades tipo “r” y “l”. Por su parte, el acero TW-Ti/B solidificado en molde de arena (MA), presenta cavidades tipo “r”, “w” y “l”. En el caso del acero TW-V, se observan cavidades del tipo “r” y “l” en ambas condiciones de solidificación. Características similares se presentan en los aceros TW-Nb y TW-Mo, en ambas condiciones de solidificación, aunque las cavidades tipo “r” predominan en el acero TW-Mo.

Durante el proceso de deformación, a medida que aumenta el alargamiento en el ensayo de tracción, más cavidades coalescen en la zona de la estricción, principalmente en los límites de grano, iniciándose el proceso en los límites que tienen una orientación preferencial con su eje paralelo con respecto del esfuerzo aplicado [218]. Así, la fractura intergranular durante la deformación plástica en caliente ocurre por la nucleación, crecimiento e interconexión de cavidades [219]. Hamada y colaboradores [8] en su análisis metalográfico en un acero TWIP, encontraron que en el rango de temperaturas comprendido entre los 700-900 °C, se formaban huecos alargados de forma triangular en los límites de grano austenítico, donde el deslizamiento de los límites de grano promueven la formación de cavidades y su subsecuente coalescencia principalmente en los puntos triples. Lo anterior se puede explicar en términos de una disminución del flujo plástico al interior del grano por una relativa baja resistencia del grano austenítico, y consecuentemente el deslizamiento del límite de grano permite la temprana formación de cavidades [156]. Una explicación similar fue dada por Baradaran y colaboradores [13]. En el presente trabajo, el tipo de cavidades descritas por Hamada se presentan en gran cantidad en el acero TW-Ti/B solidificado en MM (**figura 3.39c**) y con menor incidencia en el acero TW-Ti/B solidificado en MA (**figura 3.40c**). Las condiciones que favorecieron la formación de cavidades tipo “w” en el acero TW-Ti/B-MM se asocian a un mayor esfuerzo pico, de aproximadamente 110 MPa, en comparación con el resto de los aceros TWIP en ambas condiciones



de solidificación, lo cual impide la relajación de los esfuerzos acumulados en los puntos triples. La presencia de partículas de segunda fase y escalones en los límites de grano limitan el deslizamiento de éstos y, por lo tanto, la formación de cavidades tipo “w”, pero no afecta la formación de cavidades tipo “r”. Es por ello que éstas últimas se distribuye en grandes cantidades a lo largo de los límites de grano, tal y como se muestra en la **figura 3.42 a-d**.

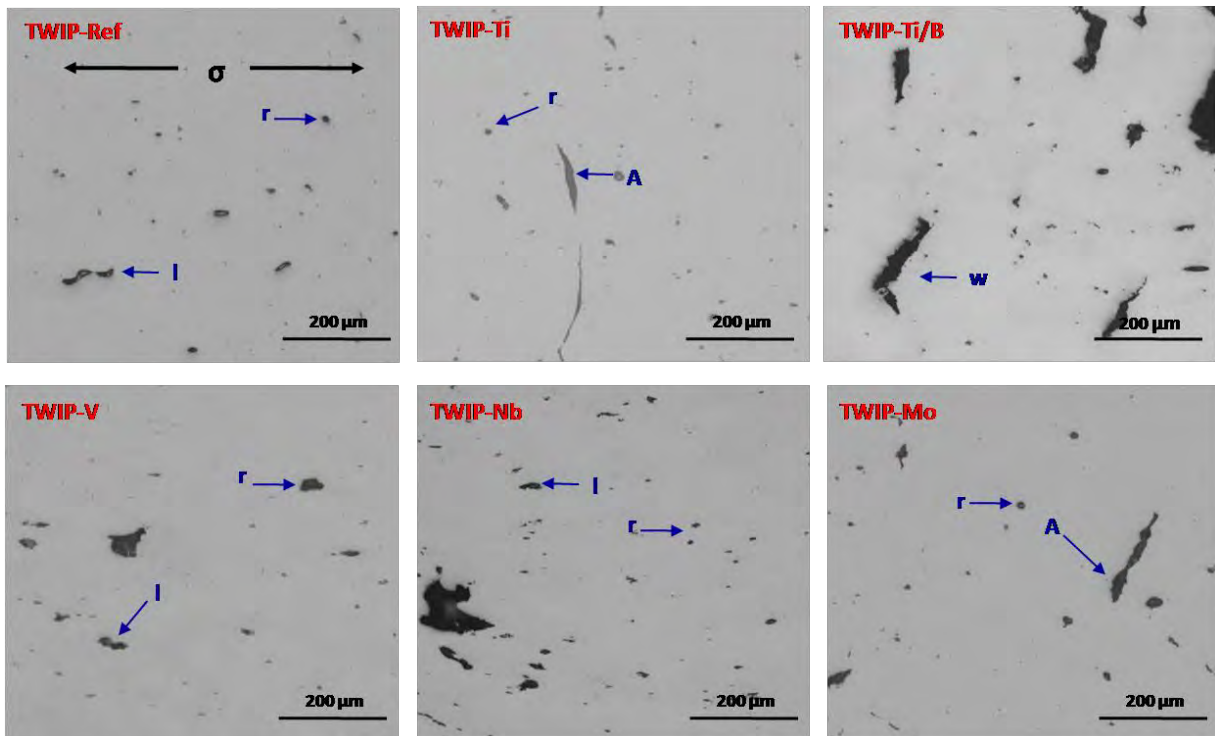


Figura 3.40. Micrografías por MEB representativas del total de los aceros TWIP-MM ensayados a temperaturas intermedias (800-900 °C).

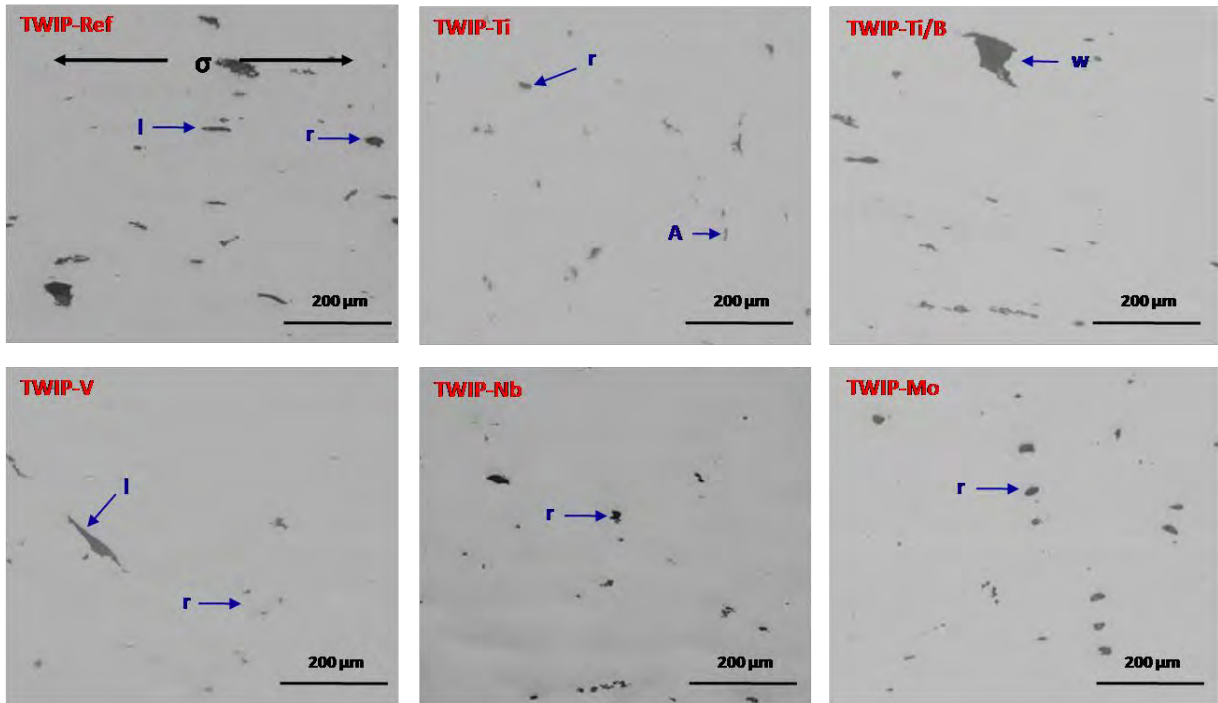


Figura 3.41. Micrografías por MEB representativas del total de los aceros TWIP-MA ensayados a temperaturas intermedias (800-900 °C).

Además, se ha explicado que la activación de procesos de restauración dinámica asociada con el deslizamiento de los límites de grano, puede promover la nucleación y crecimiento de cavidades tipo “r” [220]. Al desaparecer el carácter angular de las cavidades, se favorece la formación de cavidades tipo “r”, las cuales afectan en menor medida la deformación en caliente, tal y como se presenta en los aceros TWIP bajo estudio.

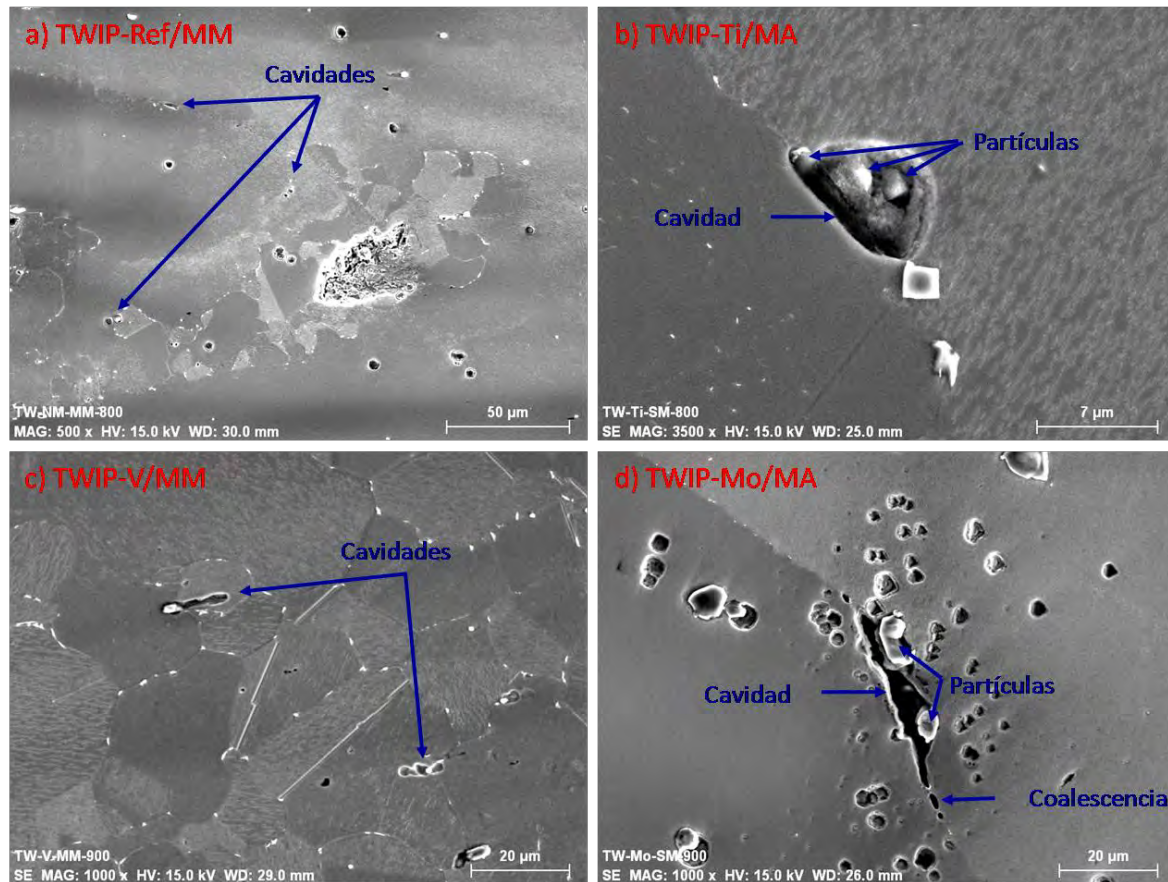


Figura 3.42. Visualización por MEB de cavidades tipo “r” en los límites de grano en: a) TWIP-Ref/MM, b) TWIP-Ti/MA, c) TWIP-V/MM y d) TWIP-Mo/MA.

De las imágenes mostradas en la **figura 3.42 a-d** se puede observar la relación existente entre las partículas precipitadas en los límites de grano con la incidencia de cavidades tipo “r”. Rittel y colaboradores [142] propusieron un mecanismo de interconexión entre cavidades grandes y alargadas y distantes entre sí por su interacción con pequeñas cavidades equiaxiales (redondas). Algo similar ha sido observado en el presente estudio de cavitación.

De acuerdo con la teoría de cavitación [221], la formación de cavidades internas en un material sometido a tracción a alta temperatura obedece a la ecuación (1), la cual indica que al aumentar el esfuerzo disminuye el radio crítico que es necesario sobrepasar para que se inicie el crecimiento espontáneo de las cavidades:

$$\rho^* = \frac{2\gamma_s}{\sigma} \quad \text{ec. (3.1)}$$



donde, ρ^* es el radio crítico, γ_s es la energía superficial y σ es el esfuerzo normal. En el presente estudio se calculó el valor del radio crítico de formación de cavidades, de manera genérica para el acero TWIP, de acuerdo a la ec. 1:

$$\rho^* = \frac{2(0.72 \text{ J/m}^2)}{115 \text{ MPa}} = \frac{2(0.72 \text{ J/m}^2)}{115 \times 10^6 \text{ J/m}^3} = 12 \text{ nm}$$

A simple vista, a partir del análisis de las micrografías, se puede observar que existe un comportamiento fuertemente bimodal en la distribución de las cavidades. Lógicamente, se esperaría que a mayor número de cavidades menor ductilidad en caliente. En la **figura 3.43 a-b** se muestran los valores promedio tanto de la longitud como del área de cavidades por mm^2 . Los aceros TWIP de referencia y los microaleados con V, Nb y Mo aparentemente guardan relación conforme a los valores de reducción de área transversal, donde el acero TW-V tiene valores muy cercanos de longitud promedio y de área promedio de cavidades/ mm^2 , en ambas condiciones de solidificación. De acuerdo a esta similitud, se puede adelantar que el elemento V está actuando como inhibidor del crecimiento de cavidades, entrando preferencialmente en la matriz austenítica en forma de solución sólida más que como formador de precipitados.

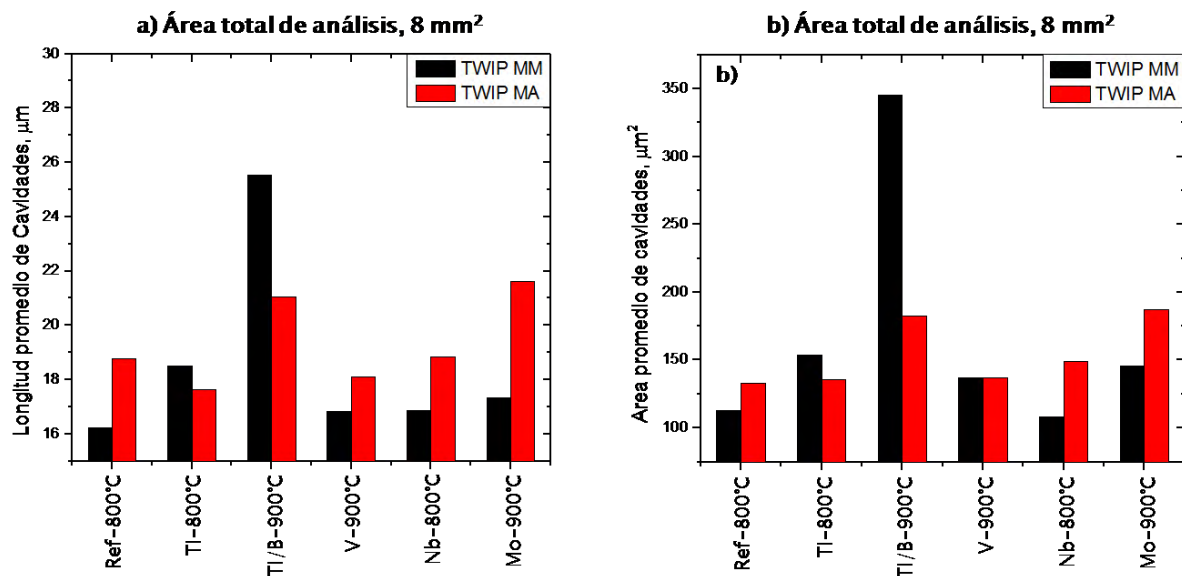


Figura 3.43. a) Longitud promedio de cavidades presentes en aceros TWIP y, b) Área promedio determinada en cavidades con longitud mayor a $10 \mu\text{m}$ en aceros TWIP.



Los aceros TWIP microaleados con Nb y Mo, arrojaron buenos valores de ductilidad en caliente, sin embargo, en comparación con el acero TW-V, éstos en ambas condiciones de solidificación, presentan mayor precipitación de partículas en los límites de grano, lo cual perjudica el comportamiento de la ductilidad en caliente, reflejado por la existencia de un mayor número de cavidades (ver **figura 3.44**). Además, aunque el acero TW-Ref presenta pocas cavidades contabilizadas y por ende bajos valores de longitud y de área promedio de cavidades, su resistencia mecánica se ve por debajo del resto de los aceros TWIP, marcándose notablemente el efecto endurecedor de los elementos de microaleación. Por su parte, el acero TW-Ti no revela ningún efecto prometedor en el mejoramiento de la ductilidad en caliente, arrojando valores de RA menores al 35%, e incluso no parece existir ninguna tendencia en los fenómenos de cavitación.

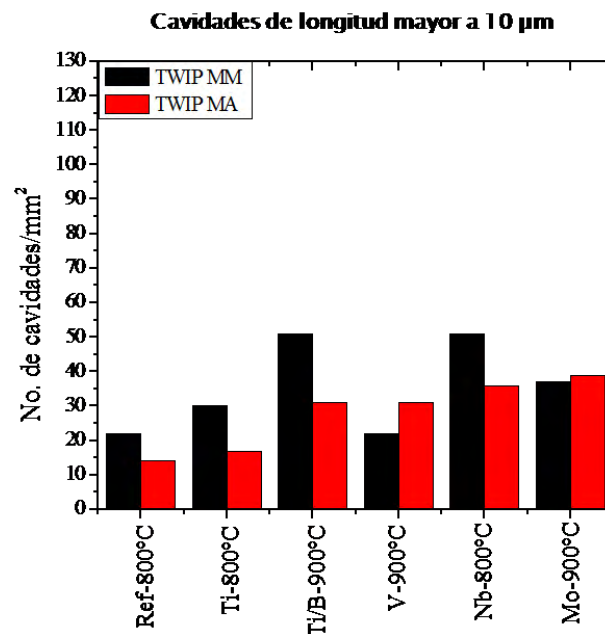


Figura 3.44. Número de cavidades por mm^2 contabilizadas en aceros TWIP con longitud mayor a 10 μm .

Tal y como se presenta en la **figura 3.42 a-d**, es evidente que el avance de grietas está ligado a la nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades localizadas alrededor de partículas precipitadas en los límites de grano. De acuerdo a Ghosh y colaboradores [222], los fenómenos de cavitación observados en los límites de grano bajo condiciones de temperatura y velocidad de deformación, donde los límites de grano son más débiles que el interior del grano, siempre resultan del deslizamiento de los límites de grano y de la concentración de esfuerzos alrededor de partículas no-



deformables localizadas en los límites de grano. La incompatibilidad en la deformación entre estas fases resulta en el principal modo de nucleación y crecimiento de cavidades.

El caso especial de estudio corresponde al acero TWIP microaleado con Ti/B. Por su parte, el acero TW-Ti/B-MM, presenta una microestructura de granos recristalizados y finos (ver **figura 3.30**), desarrollados principalmente en las inmediaciones de las grandes grietas u oquedades (agrietamiento intergranular), aspectos que ayudan conjuntamente a caracterizar el tamaño de grano austenítico remanente después del ensayo de tracción en caliente. De la **figura 3.43 a-b** se observa que los valores más altos en la longitud promedio de cavidades así como de área promedio superficial de cavidades se presenta en este caso, por lo que se esperaría que la ductilidad en caliente fuera baja, sin embargo, la presencia de granos DRX a lo largo del eje de tensión permite un mejoramiento en la ductilidad, del orden del 50% de RA. Así mismo, en la **figura 3.45a** se puede observar una superficie conteniendo grandes cavidades asociadas a partículas precipitadas en los límites de grano, agrupadas formando colonias mixtas entre AlN y Ti(C,N), tal como lo muestran los microanálisis mediante EDS (ver **figura 3.45 a-b**). Se ha reportado [223], que la distribución del B, como producto de segregación a lo largo de los límites de grano y como producto precipitado, es muy sensible a la velocidad de enfriamiento, a la temperatura de tratamiento térmico/termomecánico y a la presencia de elementos de aleación y microaleación (por ejemplo, Al, N y Ti). De este tratado, es evidente que la condición de enfriamiento impuesta en molde metálico promueve un comportamiento peculiar en términos de fenómenos de cavitación, ya que también se ha reportado [224] que los átomos de boro pueden segregarse hacia los límites de grano y ocupar sitios vacantes inducidos por la deformación, evitando la formación y propagación de microcavidades y, por consecuencia, aumentándose la ductilidad en caliente. Además, Miller y colaboradores [225] han reportado que el aumento de la ductilidad en caliente del acero con adiciones de boro se debe a que los átomos de boro actúan de forma adhesiva en los límites de grano, evitando su descohesión e inicio de fenómenos de cavitación durante el deslizamiento del límite de grano [226].

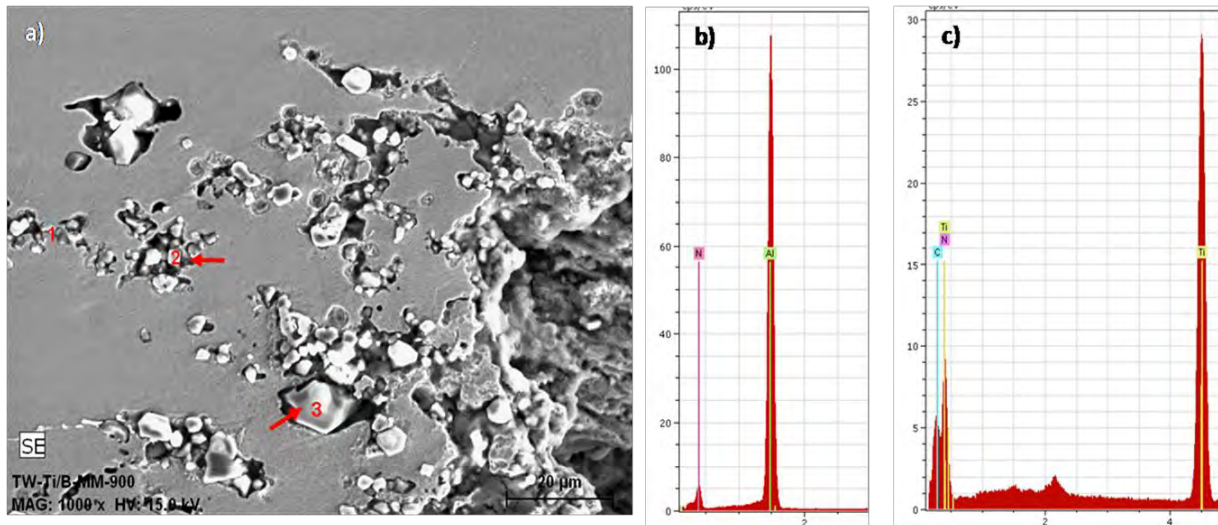


Figura 3.45. Acero TW-Ti/B-MM: a) Grandes cavidades asociadas a colonias de partículas en el frente de fractura, b) Microanálisis en partícula “2” y c) Microanálisis en partícula “3”.

3.10 Caracterización por difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).

3.10.1 Mapas de imagen de calidad.

Los mapas de imagen de calidad en la zona de barrido proporcionan una imagen en tonos de grises, en la que a cada punto del barrido se le asigna un tono de gris dependiendo de lo alejado que esté el patrón real de difracción de dicho punto respecto al patrón teórico. De esta forma, las zonas más distorsionadas del material, como pueden ser los límites de grano, aparecerán en tonos más oscuros (la difracción en el límite de grano presentará una distorsión pues se superponen los patrones de uno y otro grano). A saber, los mapas de imagen de calidad corresponden bastante bien con las imágenes obtenidas por microscopía óptica, en cuanto a la microestructura se refiere (revelado de los límites de grano). La **figura 3.46 a-f** muestra las imágenes de calidad para los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) obtenidas en las probetas ensayadas a temperaturas intermedias (800-900 °C), donde se obtuvieron los mejores resultados de ductilidad en caliente. Las líneas oscuras indican los límites de alto ángulo, mayores a 15°, lo cual permite también distinguir el tamaño de grano, tanto para los granos austeníticos deformados como para los recristalizados dinámicamente. Así mismo, se han superpuesto los límites de bajo ángulo, menores a 7°, que indican la subestructura al interior de los granos deformados. El acero TWIP microaleado con Nb presenta una gran subestructuración, sin embargo, de acuerdo a la discusión sobre el efecto del Nb de retrasar el inicio de la DRX, no se presenta ninguna tendencia de formar nuevos granos por el reacondo a través de la poligonización



de las dislocaciones. Lo más relevante que se puede observar es el efecto de la deformación impuesta en el acero TWIP microaleados con Mo, ya que la deformación al interior de los granos indican un arreglo en las dislocaciones tendientes a formar límites de alto ángulo, por lo que si durante la deformación hubieran existido las condiciones necesarias para sostener por más tiempo el ensayo de tracción, se hubieran formado granos propiamente dicho. Además, en general, este tipo de imágenes permite distinguir claramente el efecto de la deformación sobre la DRX, ya que en los aceros TWIP de referencia y microaleados con Ti/B y V se observan estructuras de recristalización en forma de collar alrededor de los granos austeníticos deformados.

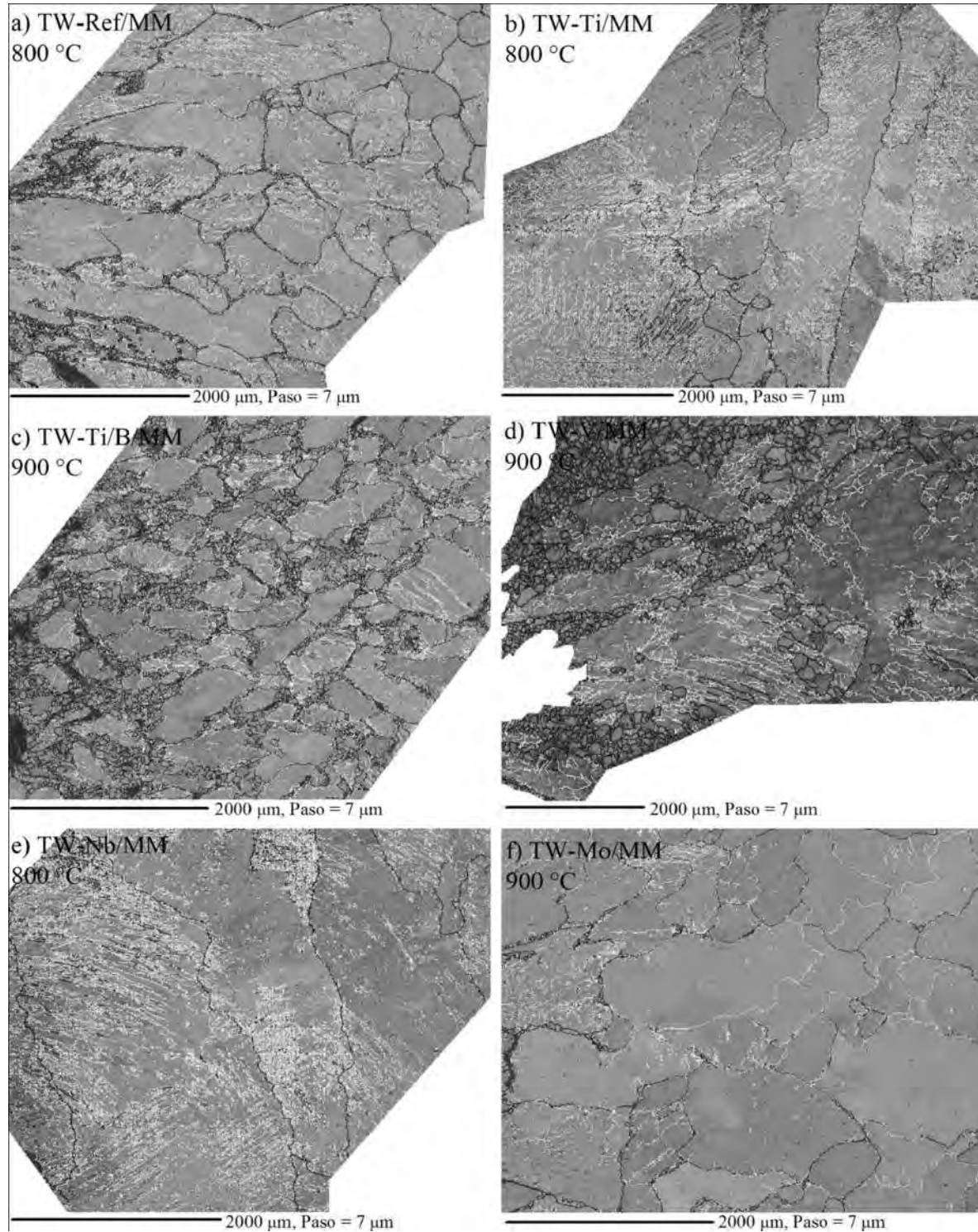


Figura 3.46. Mapas de imagen de calidad para el total de los aceros TWIP ensayados a tracción en caliente a temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MM.



Conjuntamente, en la **figura 3.47 a-f** se presentan los mapas de imagen de calidad para los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA). En general, la discusión presentada anteriormente para la condición MM aplica adecuadamente para esta nueva condición de solidificación MA. Sin embargo, el caso más notorio que difiere de los tendencia general de los resultados obtenidos es el acero TW-Ti/B-MA ya que difícilmente se muestra la subestructuración al interior de los granos debida a la deformación impuesta. Lo anterior puede atribuirse al efecto del tamaño de grano austenítico antes de iniciar el ensayo de tracción en caliente. Por otra parte, esta condición mostró un alto valor de ductilidad en caliente, del orden del 82% de RA, pero de igual manera, difícilmente se puede observar la existencia de granos recristalizados dinámicamente (DRX), aunque realizando grandes aumentos si es posible observarlos en las inmediaciones de los límites de grano.

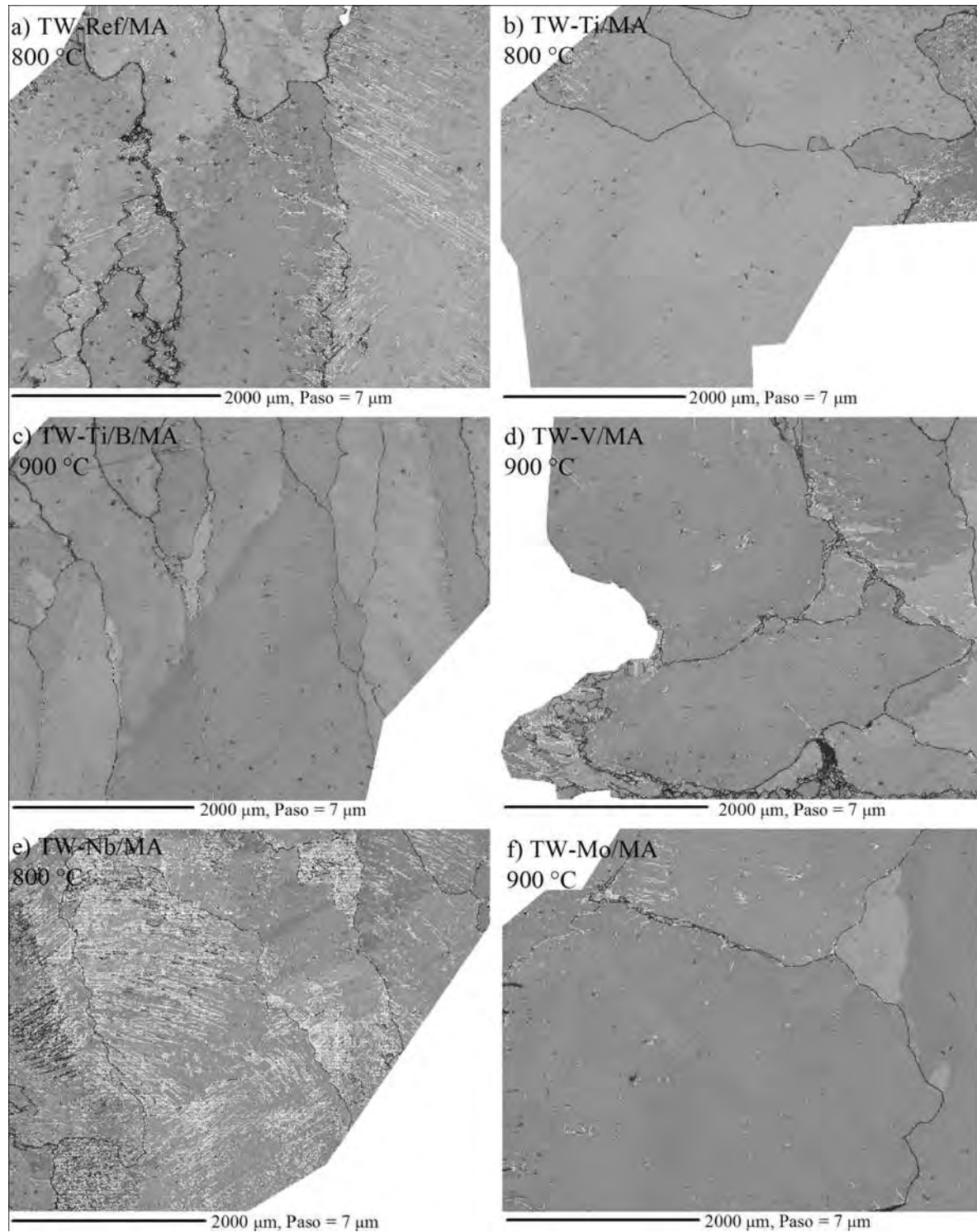


Figura 3.47. Mapas de imagen de calidad para el total de los aceros TWIP ensayados a tracción en caliente a temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MA.



3.10.2 Fracción de granos recristalizados dinámicamente (X).

Durante el curso de la deformación, la refinación del tamaño de grano puede ser alcanzada a través de la recristalización dinámica (DRX) [227,228]. La caracterización de la estructura y subestructura al interior de los granos es un prerrequisito para estudiar fenómenos a altas temperaturas tales como la nucleación y crecimiento de granos DRX [229]. En este sentido, la difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD) es una poderosa herramienta para estudiar materiales deformados en caliente, ya que permite obtener información puntual en cada grano y establecer relaciones directas entre granos vecinos [230]. Así, en las figuras 3.48 a-f y 3.49 a-f se presentan los mapas de deformación, donde el color naranja representa una estructura completamente recristalizada, el color amarillo representa la subestructura y el color verde la estructura altamente deformada. Las mediciones fueron realizadas cerca de la superficie de fractura del total de los ensayos de tracción realizados. En el presente estudio, ha sido fácil poder distinguir los granos recristalizados dinámicamente debido a la identificación de la estructura de collar alrededor de los granos austeníticos deformados durante el ensayo de tracción en caliente; y la técnica de MEB-EBSD ha permitido corroborar dicho fenómeno a través de la medición de la desorientación al interior de los granos, a saber, si la estadística al interior del grano arroja un valor menor a 1.5° de desorientación, dicho grano se considera como grano recristalizado [229], permitiendo esto distinguir los granos DRX de los deformados.

La incidencia de la DRX en los aceros TWIP de referencia y microaleados con Ti/B, V y Mo es evidente, en términos generales, en ambas condiciones de solidificación (MM y MA), pero más concentrada en la condición MM. Por lo tanto, la alta ductilidad observada en estos aceros TWIP a temperaturas intermedias (800-900 °C) se atribuye a la activación térmica de dos fenómenos simultáneos, el deslizamiento de los límites de grano y a la relativa DRX, tal y como es explicado por Hamada y colaboradores [8]. En el caso específico del acero TW-Ti, la presencia tanto del elemento Ti en solución sólida como en forma de precipitados Ti(C,N) causa el retardo de la DRX, donde ambos efectos contribuyen al incremento en la resistencia [188] (ver figura 3.23 y 3.24), pero no genera ningún mejoramiento en la ductilidad en caliente [231], de hecho la adición de Ti en el acero TWIP se ve reflejado en un efecto de fragilización. Con respecto al efecto del B en la DRX en el acero TWIP, se observa un gran número de granos recristalizados dinámicamente, tal y como ya fue discutido, formando estructuras tipo collar alrededor de los granos austeníticos deformados y aparentemente



separados unos de otros por grietas significativas, debido a la presencia del Ti, que intencionalmente ha sido añadido en este acero TWIP con la finalidad de formar compuestos estables del tipo $Ti(C,N)$ (ver **figura 3.27c**). El fenómeno de la DRX no está tan marcado en la condición MA, debido a la misma condición de enfriamiento lento y grano austenítico burdo, situación aunada a una componente experimental, siendo difícil identificar un área representativa. Al respecto, se ha reportado [232-234] que durante la deformación en caliente el boro segrega hacia los límites de grano de la austenita promoviendo el 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 DRX. Así, el boro alojado en los límites de grano actúan como un promotor potencial para la nucleación de la DRX, sobre todo porque el boro, al funcionar como elemento intersticial, promueve la disminución de la energía de activación y como consecuencia acelera el inicio de la DRX. Así, la existencia de partículas precipitadas en los límites de grano son sitios potenciales para la formación de cavidades, sin embargo, la presencia de granos DRX dificulta la propagación de éstas y la cohesión de los granos es mantenida debido al boro por un efecto de reblandecimiento [235].

Por otro lado, el inicio de la DRX puede ser acelerado por los elementos de microaleación, dependiendo de la naturaleza segregativa y difusiva de los átomos en la red de la austenita [236]. Así, está bien establecido que durante la deformación en caliente de aceros microaleados con V, el vanadio en solución sólida tiene un efecto importante sobre el fenómeno de la DRX [237]. Adicionalmente, se puede considerar que las partículas precipitadas producen un efecto de endurecimiento, donde la precipitación de V puede controlar la ductilidad en caliente de estos aceros TWIP, al mostrarse marcadamente la incidencia de la DRX en la condición de solidificación MM.

El acero TWIP microaleado con Nb no muestra ningún indicio del fenómeno de DRX, de hecho sólo se muestra muy deformado (tal y como lo muestra el color verde en los mapas de deformación) en ambas condiciones de solidificación, por lo que se puede asumir que el Nb retarda la DRX. Estudios recientes [128] han mostrado que el Nb como elemento de microaleación tiene un efecto perjudicial en este tipo de aceros. También, Kang y colaboradores [10] concluyeron que la precipitación de $Nb(C,N)$ genera baja ductilidad en el acero TWIP, menor al 20% de RA. Hamada y colaboradores [8] concluyeron que las variables más importantes que controlan la ductilidad en caliente de los aceros TWIP son el tamaño de grano y el endurecimiento por deformación sin la presencia de $Nb(C,N)$, sin



embargo, sus resultados no pueden ser comparados directamente con los obtenidos en este trabajo debido al efecto que tiene la microestructura de partida, ya que ellos parten de una microestructura acondicionada termomecánicamente (grano austenítico equiaxial fino), y en la presente investigación se parte de la microestructura de solidificación de grano austenítico dendrítico burdo. Además, Zarandi y colaboradores [156] han sugerido que la segregación de no-equilibrio del Nb en los límites de grano austeníticos generan un mejoramiento de la ductilidad en caliente a través de un mecanismo de endurecimiento. Aunado a este criterio, la deformación crítica para el inicio de la DRX no sólo depende de la velocidad de deformación y de la temperatura, sino también de la composición química y del tamaño de grano inicial [238-241], siendo en este estudio el tamaño de grano de aproximadamente 2 mm, aspectos que parecen ser la razón de por qué no se ha identificado la DRX en este acero TWIP microaleado con Nb. Finalmente, el efecto del Nb sobre la DRX puede ser clasificada en tres contribuciones independientes [242]: i) Arrastre de soluto debido al Nb en solución sólida, ii) Retardo del crecimiento de granos DRX debido a la precipitación en los límites de grano y, iii) Retardo de la nucleación de granos DRX debido a una alta densidad de precipitados inducidos por deformación, donde la cinética de precipitación es acelerada rápidamente por la propia deformación aplicada debido a la precipitación en los defectos cristalinos y en las interfases de deformación [81].

Con respecto al acero TWIP microaleado con Mo, claramente se observa la incidencia de la DRX en la condición MM y más débilmente en la MA. Como tal, el efecto del Mo en los aceros TWIP no ha sido estudiado en profundidad. Razavi y colaboradores [243] estudiaron el efecto del 1.3% Mo sobre la mejora de las propiedades mecánicas de un acero TWIP laminado en caliente; sus resultados indicaron que la adición de Mo, presente en la forma del precipitado $(Fe,Mo)_3C$, asegura la resistencia máxima y el alargamiento final, debido a que este carburo actúa en los límites de grano, estabilizándolos y previniendo su crecimiento, lo cual permite obtener altos valores de resistencia y ductilidad. Así, el completo potencial del Mo en la mayoría de los aceros al carbono, HSLA y HSS se desarrolla cuando éste actúa con otros elementos de aleación/microaleación, generando efectos sinérgicos [244,245]. Muchos autores han mencionado que durante la deformación en caliente, las adiciones de Mo en los aceros microaleados puede cambiar el proceso de recristalización de la austenita y de la propia precipitación inducida por deformación [243,446-251].

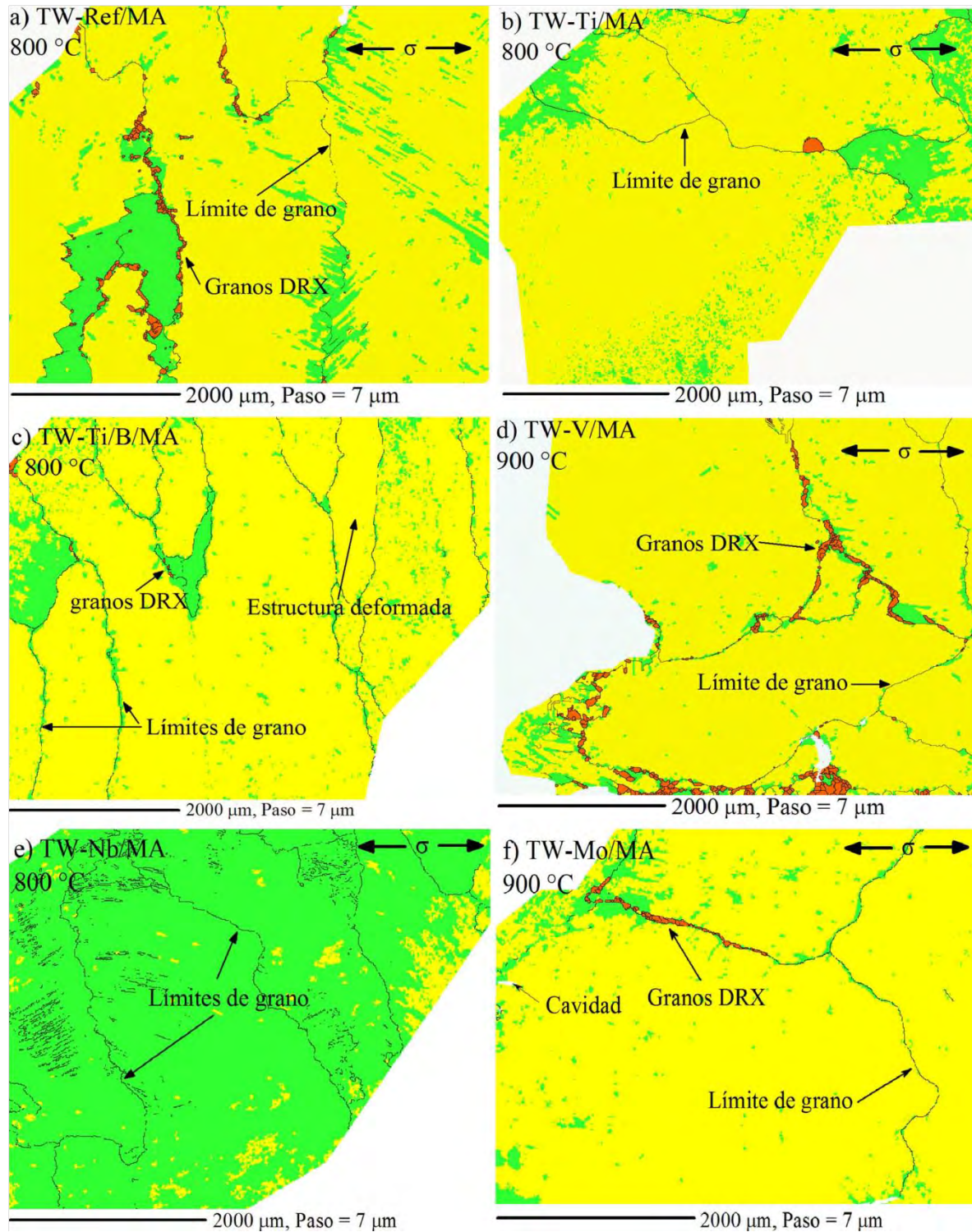


Figura 3.49. Mapas de deformación mostrando ángulos de desorientación mayor a 15° y estructuras de granos recrystalizados y deformados en el total de los aceros TWIP ensayados en temperaturas intermedias (800-900 °C) y solidificados en MA. Los granos DRX se identifican con el color naranja.



Adicionalmente, se ha demostrado que el Mo retarda la cinética de recrystalización lo cual puede ser provocado por el fenómeno de arrastre de soluto, que directamente reduce la movilidad de los límites de grano [252-255] y modifica los fenómenos de precipitación, por ejemplo del Nb(C,N). Por lo tanto, el efecto del Mo sobre la ductilidad en caliente en el presente acero TWIP necesita ser explicado en términos de su difusividad en la red de la austenita a través del fenómeno de solución sólida y de su habilidad para interactuar con otros elementos e incluso con las mismas dislocaciones [256].

A manera de resumen, en la **figura 3.50** se presenta la fracción recrystalizada (X) medida en estos aceros TWIP en la cercanía de la superficie de fractura. El acero TW-Ref-MM presenta una fracción recrystalizada del 5%, el acero TW-Ti-MM con un 1%. Por su parte el acero TW-Ti/B-MM presenta un fracción recrystalizada con un valor de 18%. Claramente se observa el efecto del V sobre la proliferación de granos recrystalizados dinámicamente en la condición de solidificación MM, observándose un valor de (X) de 21% contra un 2.5% en la condición de solidificación MA. En el acero TW-Nb en ambas condiciones de solidificación no fue posible medir la fracción recrystalizada, debido al efecto de arrastre de soluto del Nb. Y finalmente, en el acero TW-Mo-MM se obtuvo un valor de 2.5%.

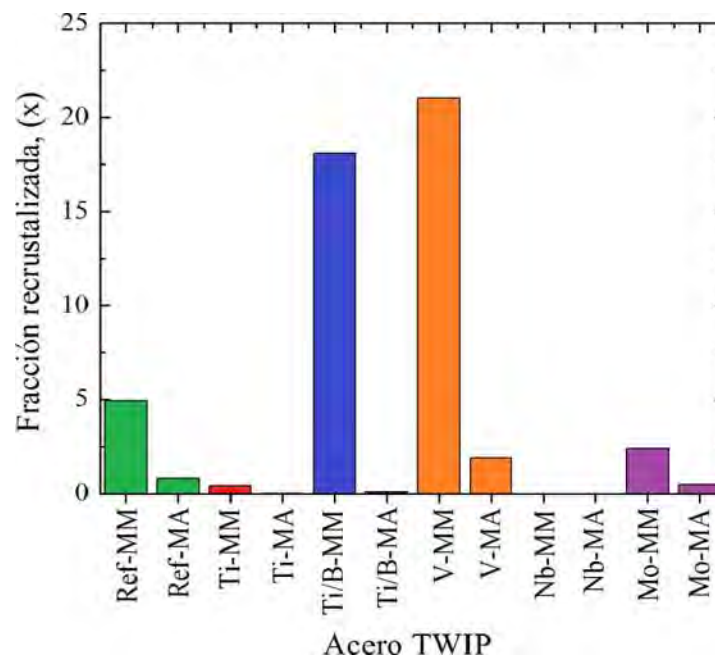


Figura 3.50. Fracción recrystalizada (X) en aceros TWIP cerca de la superficie de fractura medida mediante EBSD después del ensayo de tracción en caliente.

El triángulo patrón IPF (Figura Inversa de Polos) mostrado en la **figura 3.51 a-b [164]** indica la ubicación de las direcciones y además las flechas representan el camino en el cambio de orientación. Cabe mencionar que la longitud de las flechas no representa ninguna magnitud en la rotación. Es importante también resaltar que durante la deformación, un material FCC tiende a deslizar por su dirección preferencial de deslizamiento $\langle 110 \rangle$. Sin embargo, a medida que se incrementa la deformación, se pueden presentar sistemas adicionales y particulares para cada uno de los granos involucrados en la deformación. Este triángulo patrón IPF presenta cuatro zonas características:

Zona 1: Considerada de deformación, la cual está delimitada por las direcciones $\langle 025 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ - $\langle 133 \rangle$ sobre los ejes del triángulo de la figura inversa de polos (IPF) y, en la parte interna cuenta con direcciones de deformación tales como la $\langle 123 \rangle$ y la $\langle 634 \rangle$.

Zona 2: Está delimitada por las direcciones $\langle 233 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ - $\langle 113 \rangle$ sobre los ejes del triángulo IPF. Esta zona cuenta con direcciones con preferencia a tener carácter de macla.

Zona 3: Considerada de transición, la cual está delimitada por las direcciones $\langle 133 \rangle$ - $\langle 233 \rangle$.

Zona 4: Considerada como la de recristalización, la cual está delimitada por las direcciones $\langle 113 \rangle$ - $\langle 100 \rangle$ - $\langle 025 \rangle$.

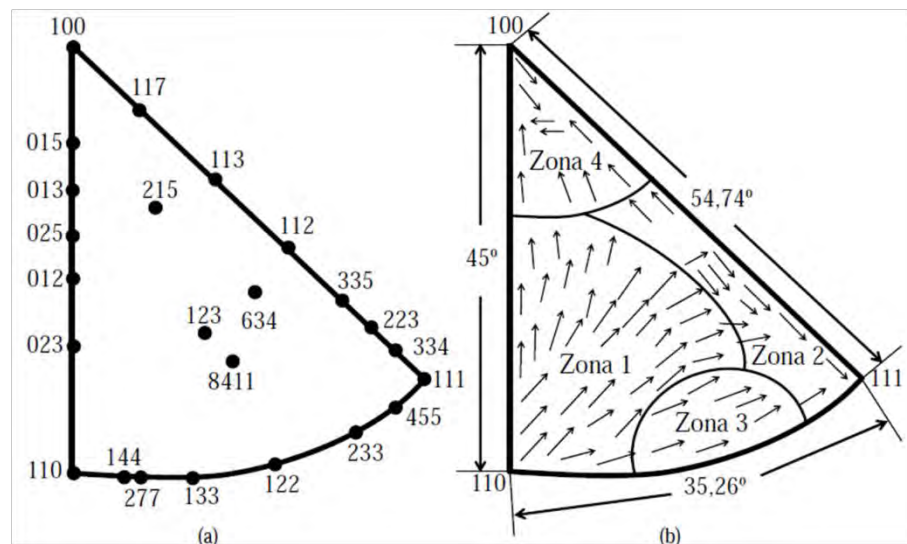


Figura 3.51. Triángulo fundamental IPF: a) Ubicación de las principales direcciones de deformación y b) Cambio de orientación de los granos respecto de la deformación [164].

En el presente análisis, el triángulo IPF fundamental de la figura inversa de polo es el mostrado en la **figura 3.52**, donde el prefijo DE corresponde a la dirección de ensayo (dirección de tracción en



caliente), el DN es la dirección normal y el DT corresponde a la dirección transversal. Así, los mapas de imagen de calidad EBSD presentados en las figuras **3.53 a-f** permiten identificar la orientación local del total de la microestructura en la condición MM. El acero TW-Ref presenta las direcciones [001]/[101], indicando que precisamente puede existir la condición de recristalización si la deformación continuará o si la velocidad de deformación aumentará; evidencia de ello son los granos finos recristalizados y observados alrededor de los grandes granos austeníticos deformados en forma de estructura de collar, típico de estructuras de recristalización. El acero TW-Ti presenta una tendencia hacia la dirección [012]/[123] inclinado a una condición de sólo deformación. El acero TW-Ti/B indica una tendencia hacia las direcciones [001] y [111], donde esta composición química incentiva una alta recristalización además del maclado, que a alta temperatura sería de recocido y no de deformación. El acero TW-V se comporta de manera similar al microaleado con Ti/B, indicando direcciones [001]/[110] y [111], sin embargo, los granos recristalizados son más burdos, y de hecho es la condición en donde mayor fracción recristalizada se obtuvo. El acero TW-Nb indica más una condición de deformación tendiente a la dirección [013]/[023] además de indicar la coloración de una posible zona de transición en la dirección [122]. Finalmente, en el acero TW-Mo se presentan condiciones similares a lo observado en los aceros de referencia y microaleados con Ti/B y V, observándose una tendencia hacia la dirección [013]/[023] y [001]. Una característica muy peculiar y notoria que presentan los aceros TWIP microaleados con Ti y Nb son bandas de corte orientadas al interior del grano que las contiene, representando condiciones de concentración de esfuerzos, con lo cual se realiza la ayuda del triangulo fundamental IPF para la identificación local de orientaciones [257].

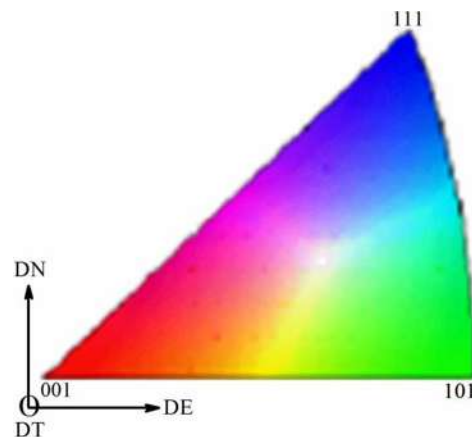


Figura 3.52. Triángulo IPF fundamental de la figura inversa de polo para los aceros TWIP.

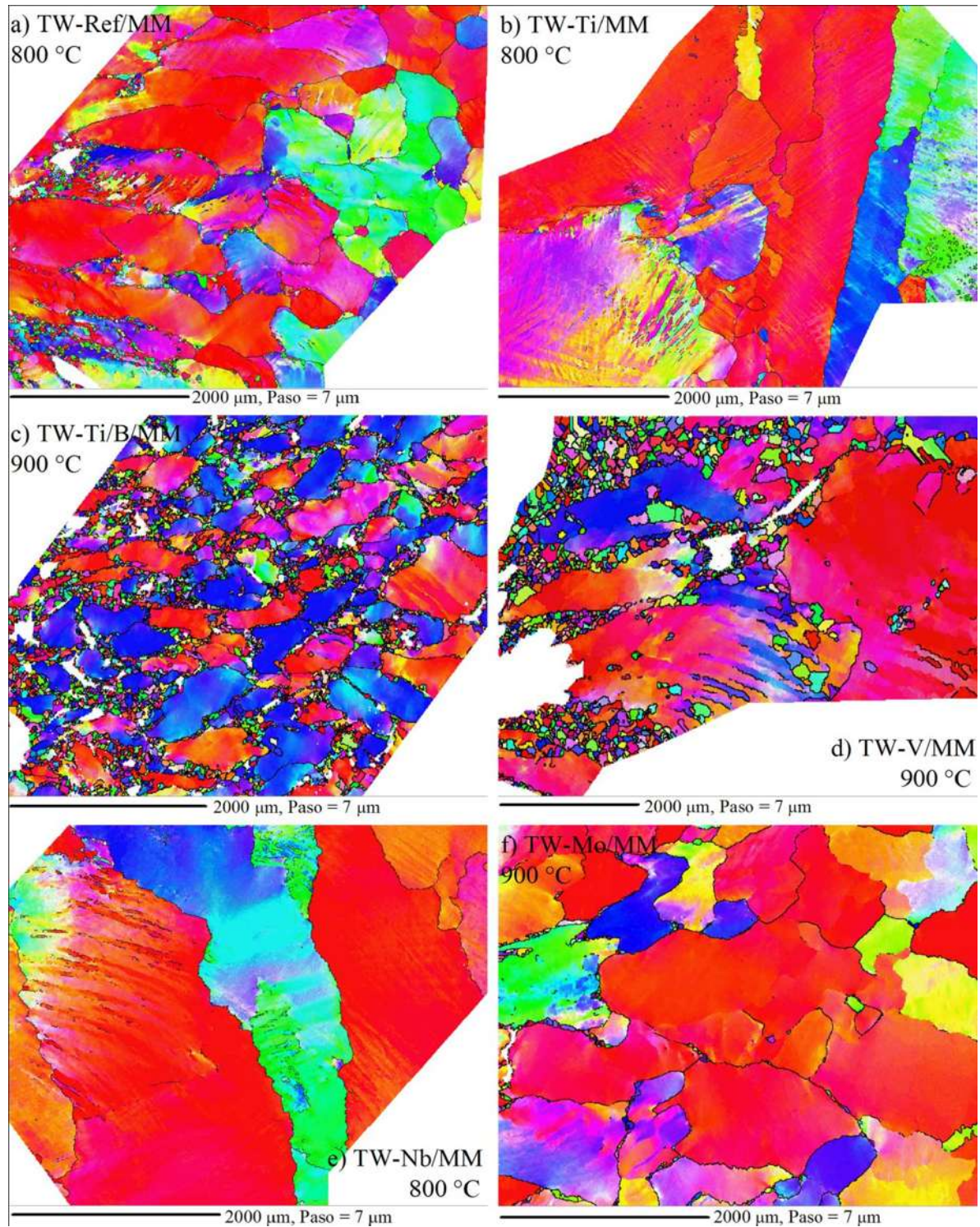


Figura 3.53. Mapas de imagen de calidad (límites de grano líneas negras >15°) en el total de los aceros TWIP solidificados en MM en el sentido de la deformación.



Por otro lado, los mapas de imagen de calidad EBSD presentados en las figuras **3.54 a-f** permiten identificar la orientación local del total de la microestructura en la condición MA. Por un lado, el efecto de la condición de solidificación lenta genera un grano austenítico más burdo donde la energía almacenada en los límites de grano representa una desventaja sobre los procesos de recuperación y recrystalización durante y después de la deformación plástica en caliente. Evidencia de este hecho se refleja en el grado de recrystalización dinámica, medida en términos de la fracción recrystalizada. Así, el acero TW-Ref indica una tendencia hacia las direcciones [001]/[025] y [122], refiriéndose a condiciones de deformación y de recrystalización. El acero TW-Ti indica una tendencia hacia la deformación, dirección [101], con una posible condición de maclado, dirección [111]. El acero TW-Ti/B presenta zonas con dirección [001] tendiente a la recrystalización y a la deformación en la dirección [101], además de indicar una zona de transición en la dirección [122]. Por su parte, el acero TW-V presenta un comportamiento similar al acero microaleado con Ti/B, pero que por el contrario, el efecto de la recrystalización si se ve reflejado en el análisis, indicando una dirección [001] con una zona de transición entre la deformación en la dirección [233]/[122] hasta la [101]. El acero TW-Nb presenta una zona más tendiente a la deformación en la dirección [101] ubicándose conjuntamente entre una zona de transición en la dirección [122]/[233] hasta la dirección [215] que representa ser también de deformación. Por último, el acero TW-Mo indica una componente marcada en la dirección [001] correspondiente a la deformación, más una componente en la zona de transición en la dirección [122], donde es poco evidente el efecto de la deformación sobre la recrystalización dinámica. Así mismo, se observa que existe una marcada influencia del tamaño de grano sobre la deformación, ya que el efecto de las bandas de corte es más notorio, sobre todo en el acero TWIP de referencia y en el microaleado con Nb.

De lo anterior, se puede considerar que las bandas de corte tienen su fuente de formación en los sitios donde existe concentración de esfuerzos, tanto en niveles de mesoescala como en macroescala, donde éstas se propagan a lo largo de la dirección de máximo esfuerzo tangencial con respecto de la carga externa, lo cual no es en todo caso causa de la orientación de cada cristal. Además, la formación de bandas cortantes se considera convencionalmente como un estado de pre-fractura en un metal deformado. Sobre todo, a bajas velocidades de deformación, la microestructura deformada está compuesta por una estructura de dislocaciones bien desarrollada, que consiste de celdas de dislocaciones. Así, en los presentes aceros TWIP, como tal, no se ha observado un considerable

ordenamiento y la energía de falla de apilamiento (EFA) promueve el deslizamiento de dislocaciones a través del mecanismo de dislocaciones parciales de Shockley.

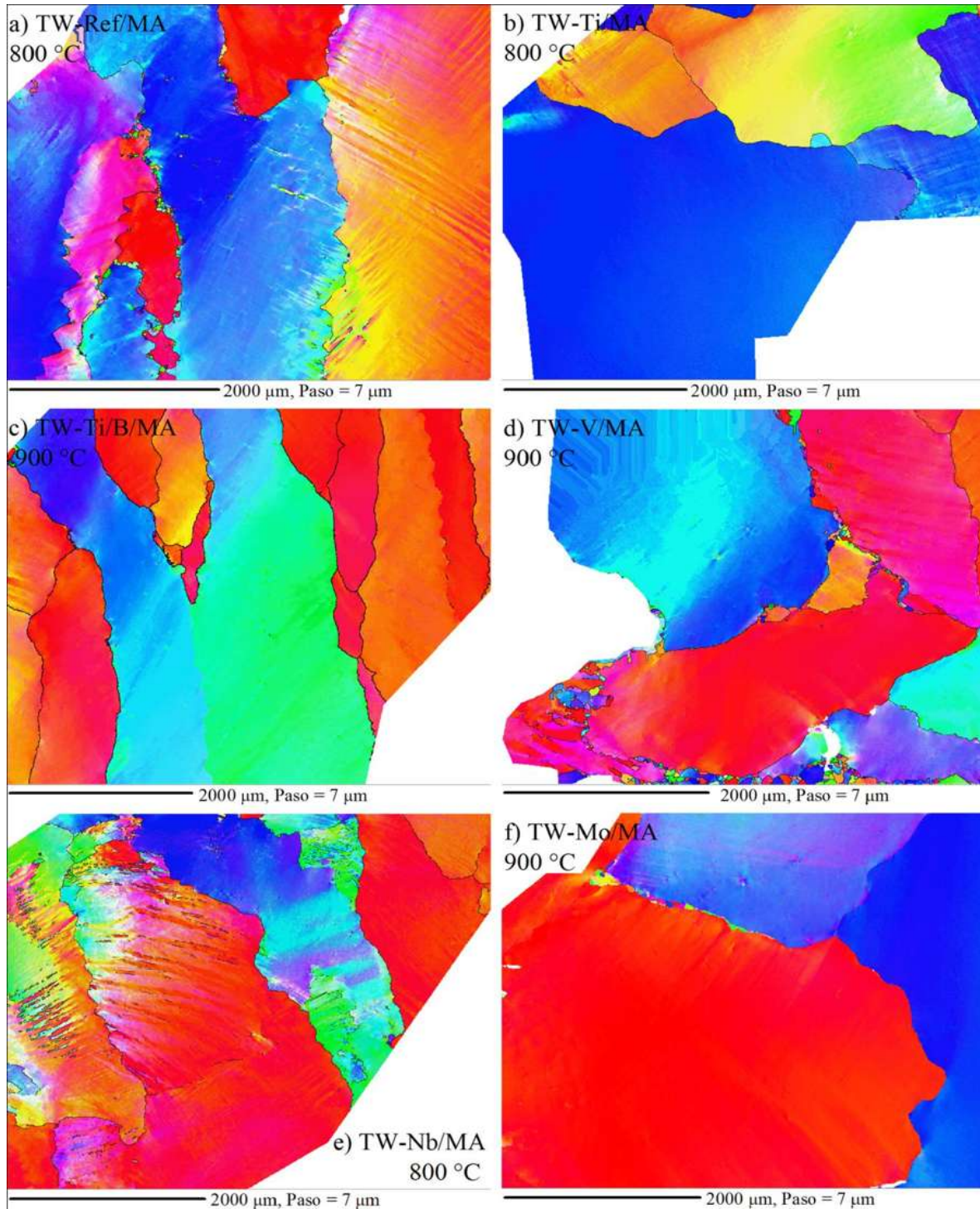


Figura 3.54. Mapas de imagen de calidad (límites de grano líneas negras >15°) en el total de los aceros TWIP solidificados en MA en el sentido de la deformación.



Los mapas de Kernel mostrados en las **figuras 3.55 a-f** y **3.56 a-f**, para las dos condiciones de solidificación MM y MA, respectivamente, muestran el grado de desorientación local respecto de los límites de bajo ángulo correspondientes a la subestructura formada por las dislocaciones después de haber llevado a cabo la deformación plástica en los ensayos de tracción en caliente. El color azul representa las zonas en la microestructura resultante con baja densidad de dislocaciones, donde la desorientación local es muy cercana a cero grados, donde los granos recrystalizados, que anteriormente fueron indicados, obedecen al criterio establecido para poder nombrarlos como tal, recrystalizados. En caso contrario, un valor de cinco grados, que representa las zonas con el color verde indica la saturación de dislocaciones, haciendo referencia a una condición de deformación en el acero TWIP. De hecho, el Kernel es la medida de la media de desorientación de un punto respecto a su n-ésima capa de vecinos (1ª, 2ª, etc.) [85], Interpretándose como una medida local del gradiente de orientaciones, y se sitúa entre las medidas de desorientación punto a punto (locales) y las de dispersión de orientaciones (globales). Así, los mapas de Kernel, asignan un color a cada punto dependiendo de la desorientación media que presenta dicho punto con respecto a la capa de vecinos considerada, leyéndose en una escala de colores. En los presentes análisis se consideró una escala de 0° a 5° además de superponer en línea negra los límites de alto ángulo (>15°), esto para diferenciar los granos involucrados en el análisis de las estructuras de deformación contra las de recrystalización.

De estos mapas de Kernel, se puede observar que los aceros TWIP microaleados con Ti y con Nb presentan una estructura altamente deformada, indicada por la presencia de límites de bajo ángulo con valor de 5°, mostrando líneas de color verde en casi el total del área analizada. Este dato concuerda con lo explicado anteriormente en los apartados correspondientes a la medida de la recrystalización dinámica (ver **figuras 3.49 y 3.49**), ya que el color verde en tales análisis corresponde a una estructura deformada y el amarillo a una subestructurada. De la misma forma, la información obtenida en los mapas de imagen de calidad respecto de las direcciones indicadas por los colores en el triangulo fundamental IPF, el color amarillo (material subestructurado) concuerda con la información arrojada por estos mapas de Kernel. En general, la condición de solidificación representa ser variable importante en la capacidad del acero TWIP para poder soportar altas deformaciones antes de la fractura, particularmente en el acero TWIP solidificado en la condición MM, donde se presenta mejor ductilidad en caliente.

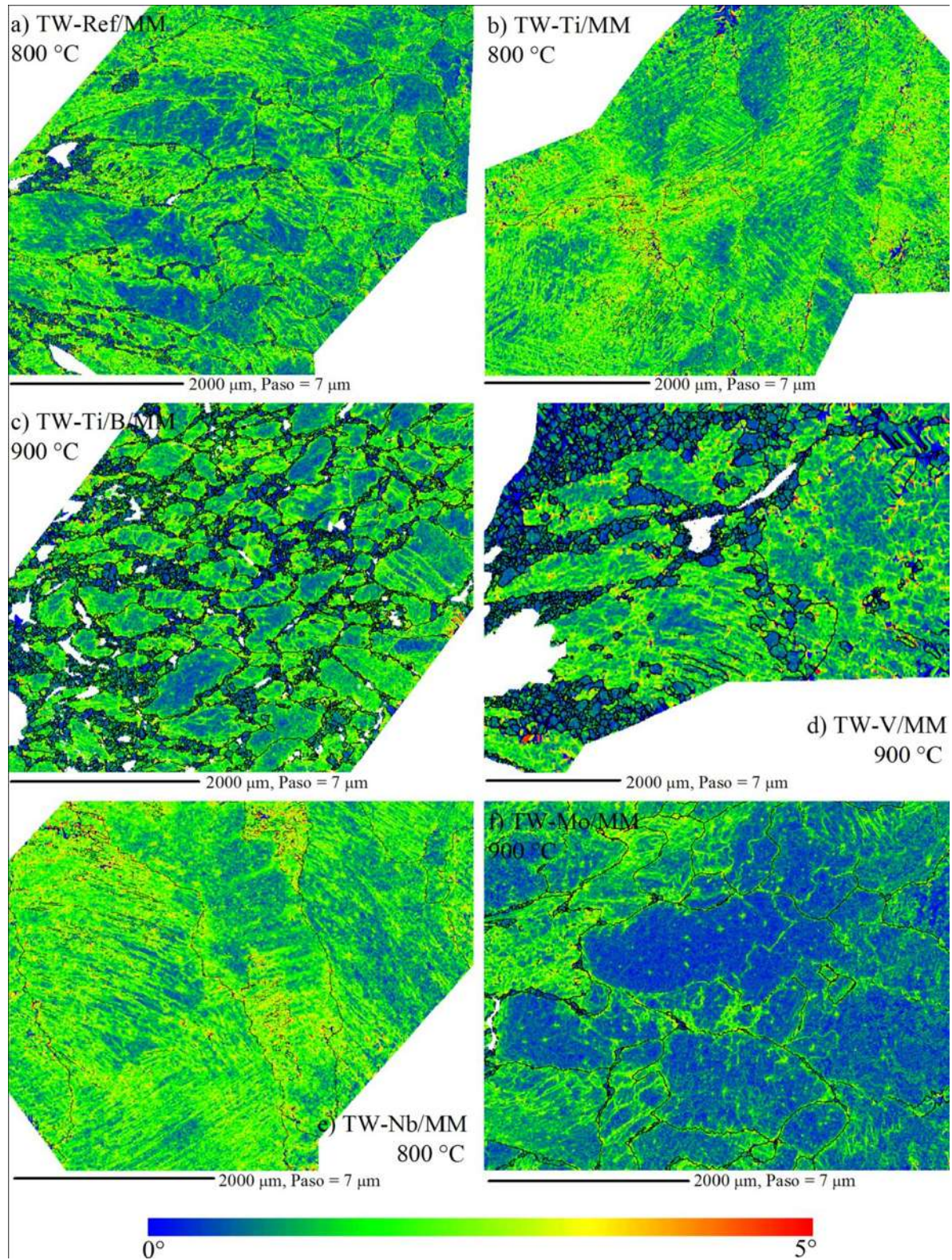


Figura 3.55. Mapa de Kernel para los aceros TWIP solidificados en MM, en el que se ha pintado cada punto del barrido EBSD dependiendo de su valor de Kernel para 3ros vecinos según la barra de colores. Las líneas negras representan los límites de alto ángulo (>15°).

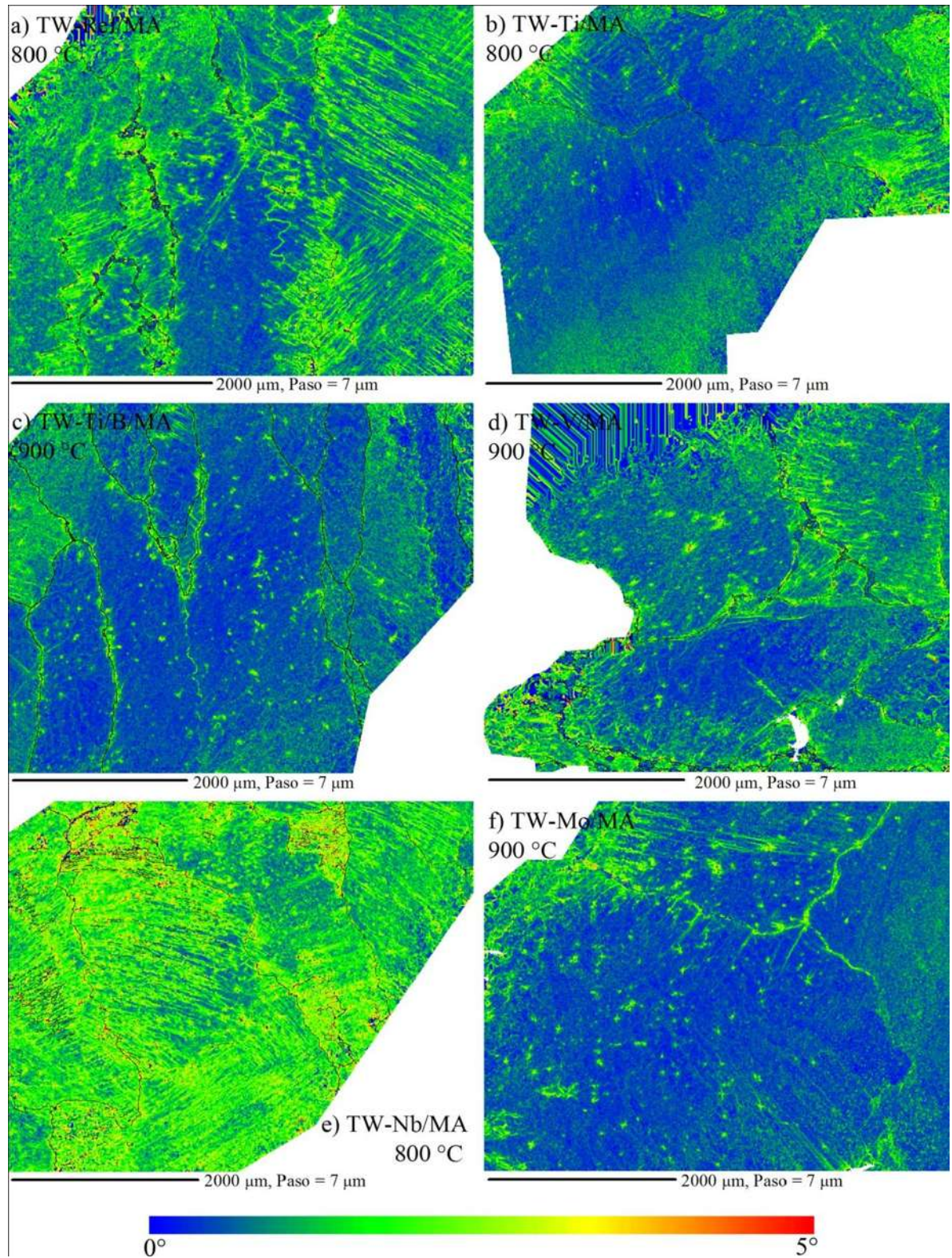


Figura 3.56. Mapa de Kernel para los aceros TWIP solidificados en MM, en el que se ha pintado cada punto del barrido EBSD dependiendo de su valor de Kernel para 3ros vecinos según la barra de colores. Las líneas negras representan los límites de alto ángulo ($>15^\circ$).



Un aspecto importante relacionado con el acero TW-Ti/B en la condición de solidificación MA, ya que en esta condición se observó una alta ductilidad, del orden del 82% RA. Sin embargo, el estudio de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) no revela la DRX, pero que por el contrario, apoyándose de la información plasmada en los mapas de imagen de calidad, se observa una componente subestructurada y, que de hecho, presenta características similares al acero TWIP de referencia y microaleado con V, los cuales presentan DRX. Lo anterior indica que el área de análisis durante los barridos EBSD no corresponde a un área representativa y que debe de analizarse y corroborarse mediante microscopía óptica. Así, la **figura 3.57 a-d** muestra la microestructura del acero TW-Ti/B solidificado en MA, alrededor de la zona de fractura, donde claramente se puede observar la presencia de finos granos de recristalización y de la considerable estricción durante la deformación plástica en caliente (ver **figura 3.30c**). Para no restar valor a los resultados de EBSD, se hace mención de que el análisis resultó poco revelador al no considerar una zona representativa, pero sobre todo, por las condiciones en las cuales se llevó el estudio, yendo más allá del simple barrido, se puede atribuir a la calidad final de la preparación metalográfica, indicando falta de derecho en la superficie de interés. Al presentarse esta irregularidad sobre la superficie de análisis, no se puede alcanzar la indexación de la fase austenítica cerca de la fractura, por lo que se recorrió a realizar otro barrido en un área más alejada de la fractura. También se ha explicado que la falta de indexación se debe al incremento de la rugosidad de la superficie de análisis [258] y como efecto de la llamada piel de naranja inducida por la naturaleza anisotrópica de la deformación plástica dentro de los propios granos [259].

Además, también el valor de la alta ductilidad obtenida, tal y como lo mostró el acero TWIP-V/MM, se vincula con la relativa poca cavitación (ver **figura 3.44**), donde un menor número de cavidades aumenta la ductilidad. Sólo resta por explicar el efecto de las partículas precipitadas sobre el comportamiento de ductilidad en caliente de los aceros TWIP bajo estudio, lo cual se dará a detalle más adelante.

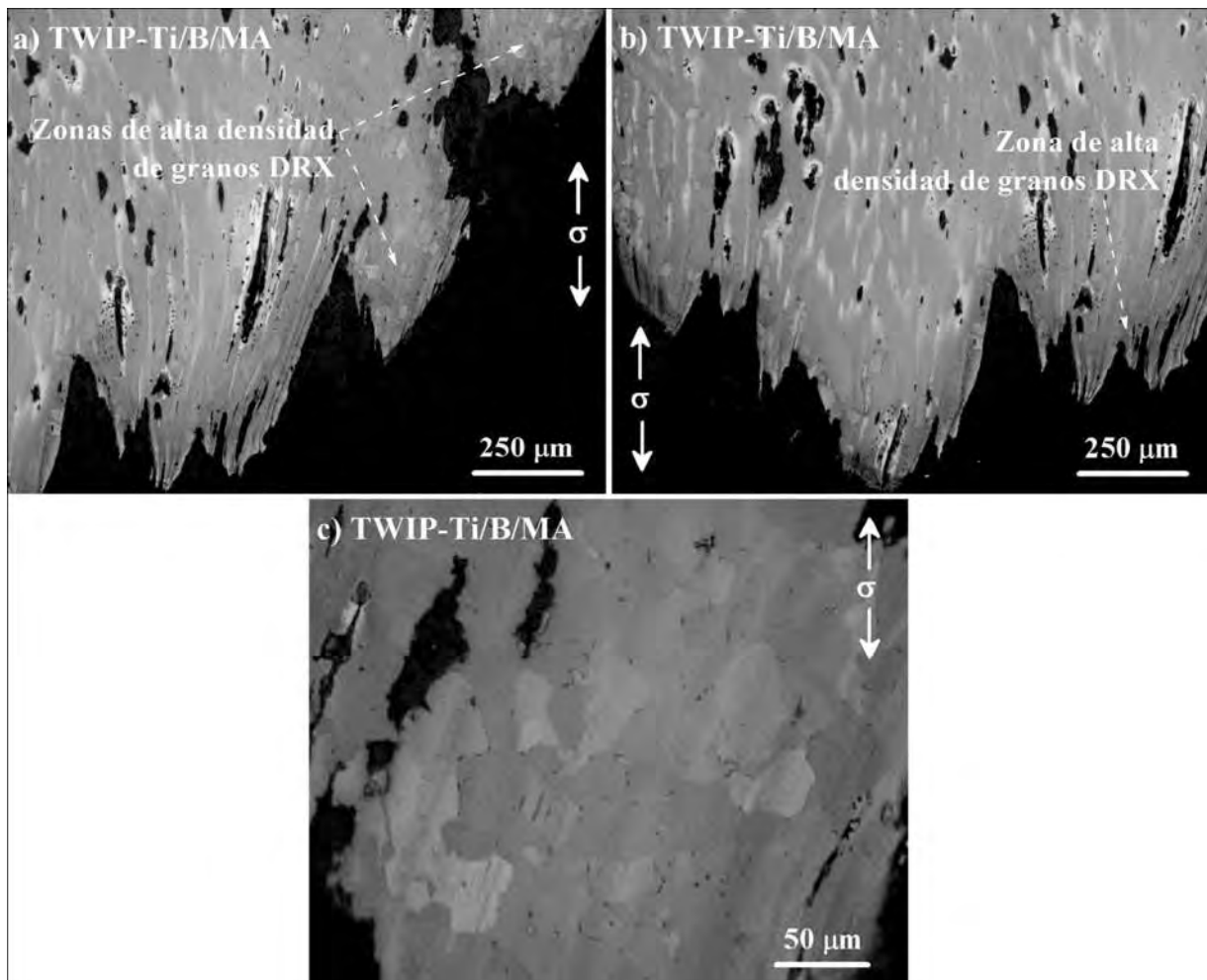


Figura 3.57. Microestructura en el acero TW-Ti/B solidificado en molde de arena (MA) mostrando el fenómeno de la DRX.

3.10.3 Formación de texturas en aceros TWIP durante la deformación en caliente.

La formación de texturas es un fenómeno común en los materiales cristalinos. Estas están directamente vinculadas con el comportamiento de las propiedades mecánicas, físicas y químicas (resistencia a la corrosión) de los materiales [257]. En el presente estudio se presentan las orientaciones cristalográficas que tienden a la formación de texturas en los aceros TWIP deformados en caliente, cuya su formación depende directamente de factores tales como de la velocidad de deformación y la temperatura de proceso.



En las figura **3.58 a-b** a **3.63 a-b** se muestra tanto la figura de polo, la figura inversa de polo, así como la función de densidad de orientación, ODF (Orientation Density Function, por sus siglas en inglés), para el total de los aceros TWIP en ambas condiciones de solidificación, MM y MA. En general, para los aceros que presentaron estructuras de recrystalización, los cuales son TW-Ref, TW-Ti/B, TW-V y TW-Mo, ODF muestra débiles intensidades en la formación de texturas de recrystalización tras los ensayos de tracción en caliente, mientras que los aceros TW-Ti y TW-Nb muestran más evidente la tendencia a la formación de texturas de deformación tipo fibra α y fibra γ .

En el caso del acero TW-Ref se presentan dos tipos de tendencias, por un lado está la de la formación de la textura de deformación del tipo fibra γ y, por otro, la consolidación de la textura de recrystalización tipo “Cube”, la cual presenta la más alta intensidad en una de las esquinas del cuadro de la función de la ODF. Por su parte, el acero TW-Ti muestra la tendencia a la formación de dos texturas de deformación, en la condición MM se presenta tanto la fibra α y como la fibra γ , texturas representativas de una condición de deformación, y en el caso de la condición MA, se observa la tendencia a una textura de deformación del tipo fibra γ . Por su parte, el acero TW-Ti/B presenta la tendencia a la formación de texturas de recrystalización del tipo “Brass”. El acero TW-V, que fue el que mostró mayor fracción recrystalizada, indica la tendencia a la formación de texturas de recrystalización del tipo “Cube”. El acero TW-Nb indica la tendencia a la formación de la textura tipo fibra γ . Finalmente, el acero TW-Mo en la condición MM muestra la más débil tendencia a la formación de una posible textura de recrystalización del tipo “Brass”, ya que este acero TWIP también mostró la presencia de granos DRX; y para el caso de la condición MA, se muestra la formación de una textura de recrystalización del tipo “Cube”.

Es importante señalar, que en general el tipo de texturas obtenidas por deformación plástica en caliente de los aceros TWIP bajo estudio son de carácter muy débil, ya que no se muestran con una orientación claramente definida mostrando bajas intensidades, puesto que un gran porcentaje del acero TWIP se encuentra en un estado de deformación o subestructurado [188], tal y como se mostró en la sección 3.7.2 (ver **figuras 3.48 y 3.49**), indicando una tendencia similar entre texturas, ya sean de recrystalización o de deformación, lo cual resulta de la interacción entre la deformación por deslizamiento de dislocaciones, rotación de granos durante la deformación e incluso la formación de bandas de corte, resultando complicado realizar un análisis mucho más preciso sobre las texturas en este tipo de aceros TWIP.

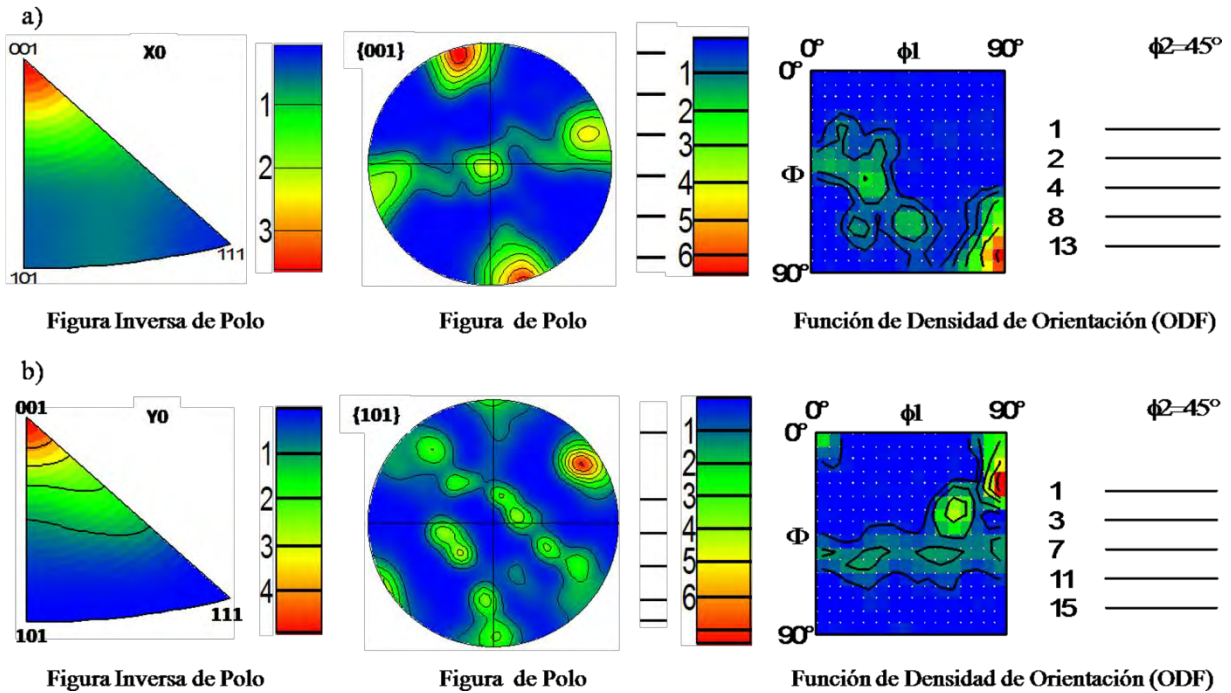


Figura 5.58. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP de referencia en ambas condiciones de solidificación.

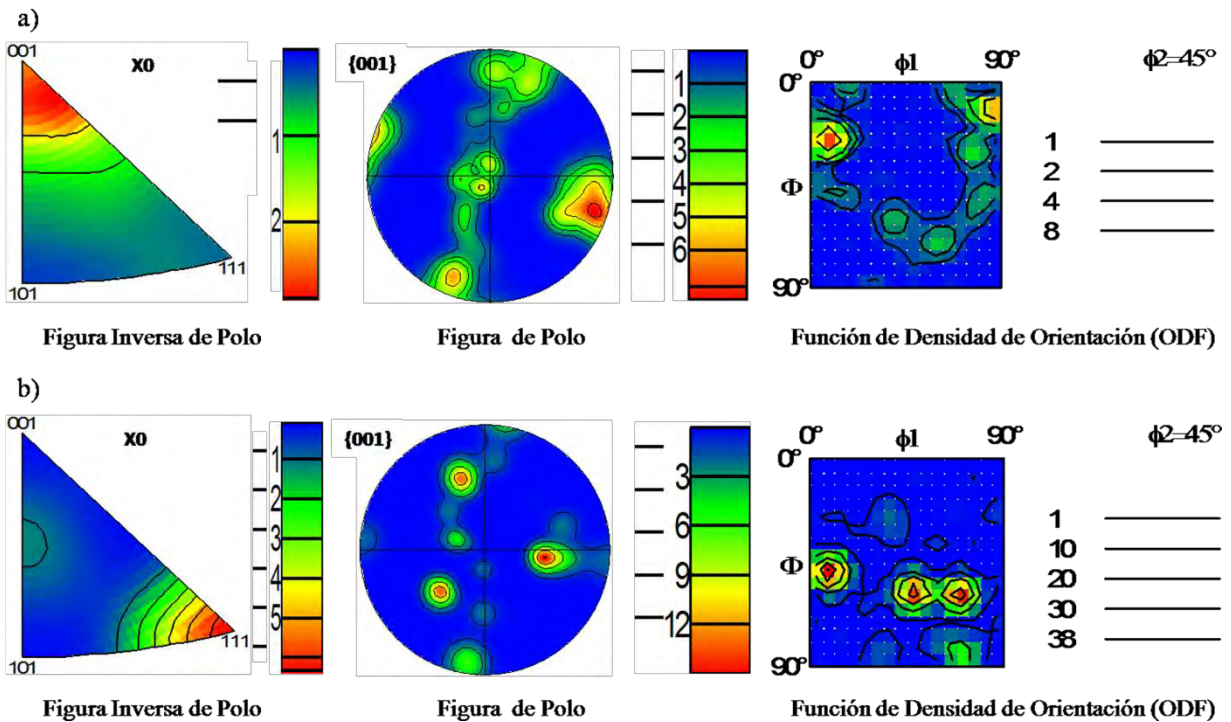


Figura 5.59. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Ti en ambas condiciones de solidificación.

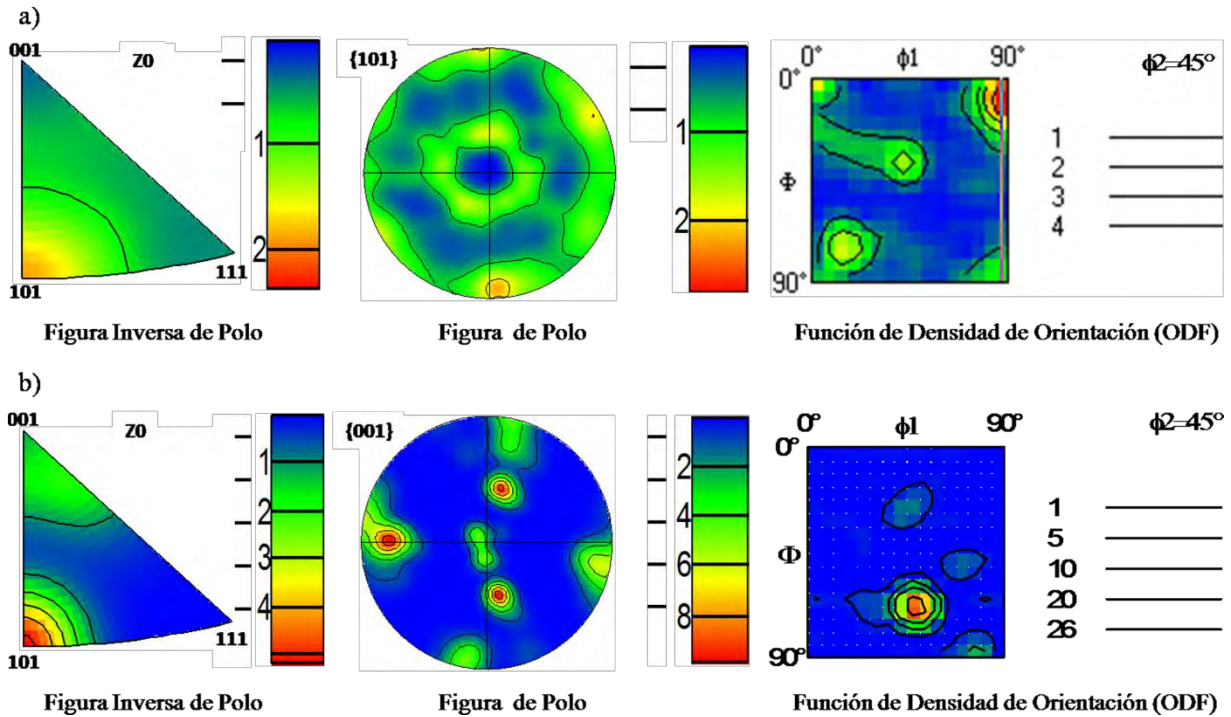


Figura 5.60. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Ti/B en ambas condiciones de solidificación.

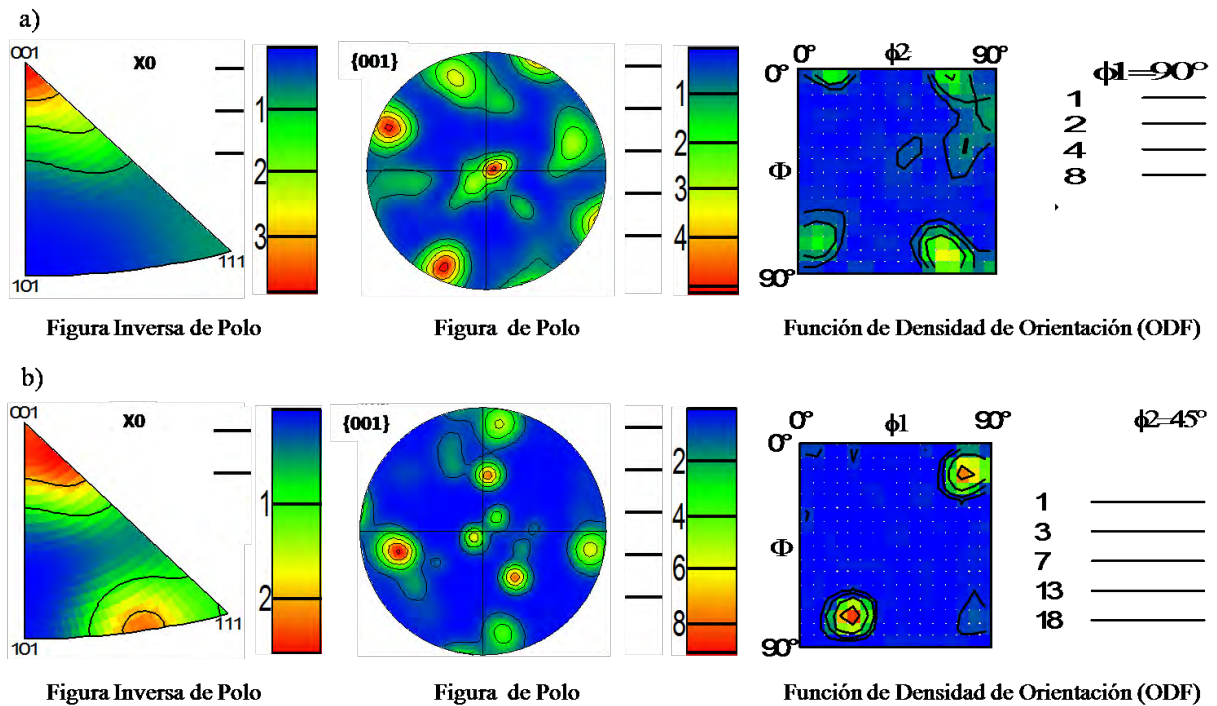


Figura 5.61. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con V en ambas condiciones de solidificación.

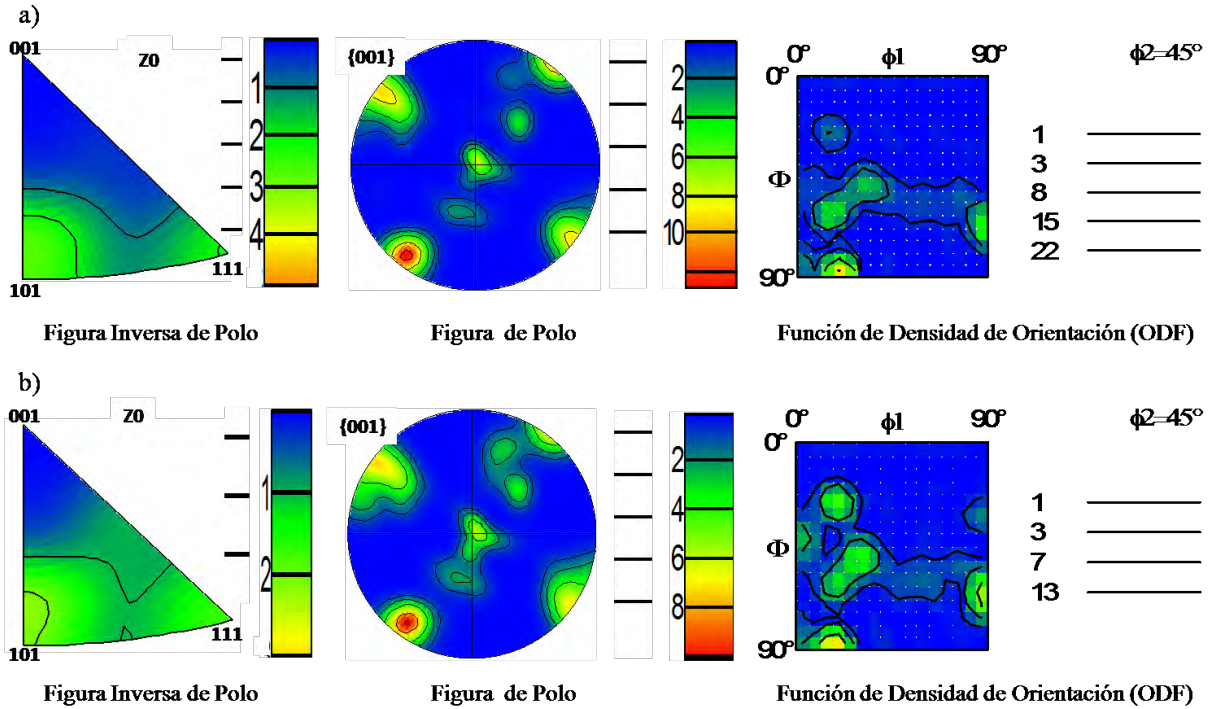


Figura 5.62. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Nb en ambas condiciones de solidificación.

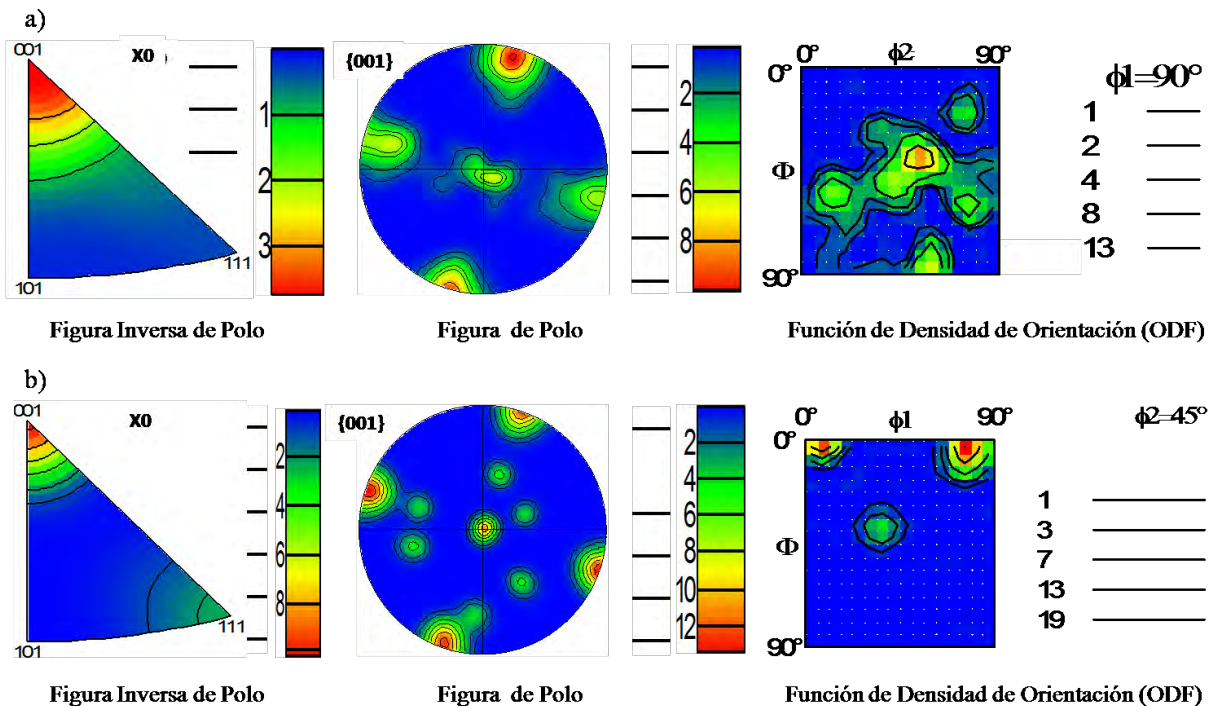


Figura 5.63. Desarrollo de texturas tras el ensayo de tracción en caliente en la dirección DE para el acero TWIP microaleado con Mo en ambas condiciones de solidificación.



3.11 Resultados de microscopía electrónica de transmisión (MET).

La técnica de réplica de carbono usando microscopía electrónica de transmisión (MET) permitió identificar las partículas precipitadas en los presentes aceros TWIP bajo estudio, análisis que también permitió corroborar los resultados obtenidos mediante FactSage®.

Acero TWIP de referencia.

En la figura 3.64a se muestra la naturaleza, morfología y tamaño de las partículas precipitadas en el acero TW-Ref a 800 °C para la condición MM. Se observa la existencia de inclusiones no metálicas del tipo MnS mostrando una morfología poliédrica regular con un tamaño aproximado de 2 μm . En la **figura 3.64c** se observa la existencia de una partícula de composición mixta, mostrando los elementos Fe, S y Al, la cual tiene una morfología circular con un tamaño de aproximadamente 1 μm . En la **figura 3.64e** se presenta la imagen de un precipitado de AlN con morfología circular. En general, la precipitación se da tanto en la matriz como en los límites de grano, donde los sulfuros son más burdos que los AlN, observándose una relación entre los sulfuros y los AlN. Por ejemplo, en la figura 3.64c se observa que el compuesto FeS aloja el compuesto de Al y, que por consecuencia, los sulfuros pueden actuar como sitios de nucleación del AlN, situación que ya ha sido reportado por Kang y colaboradores [11], estudio en el cual se mostró que los AlN tienen forma hexagonal. En el presente análisis, el nitruro se indica en un tono oscuro y al sulfuro en un tono gris. Así, el tipo de fractura desarrollado tras la ruptura de este acero TWIP (ver **figura 3.36a**) es de carácter intergranular dúctil, donde el AlN alojado en los límites de grano ha sido lo suficientemente efectivo en generar concentración de esfuerzos, y así nuclear y propagar grietas a partir de cavidades tipo “r, tal como se indicó en el apartado 3.6.5 (ver **figuras 3.41 y 3.42**). Conjuntamente, la formación de cavidades a esta temperatura se suma a la descohesión en los límites de grano desarrollada por el deslizamiento de los planos involucrados en la deformación. Sobre todo, el tamaño de estas partículas precipitadas induce el anclaje de los límites de grano evitando su crecimiento y, por otro lado, pueden funcionar como sitios de nucleación para detonación de la DRX [193], aspectos que ayudan a mejorar la ductilidad en caliente, tal y como se ha mostrado a temperaturas intermedias de ensayo [231]. A más alta temperaturas, y de acuerdo a las predicciones realizadas en FactSage®, los AlN son estables y son en parte responsables del deterioro de la ductilidad en caliente (ver discusión en la sección 3.62).

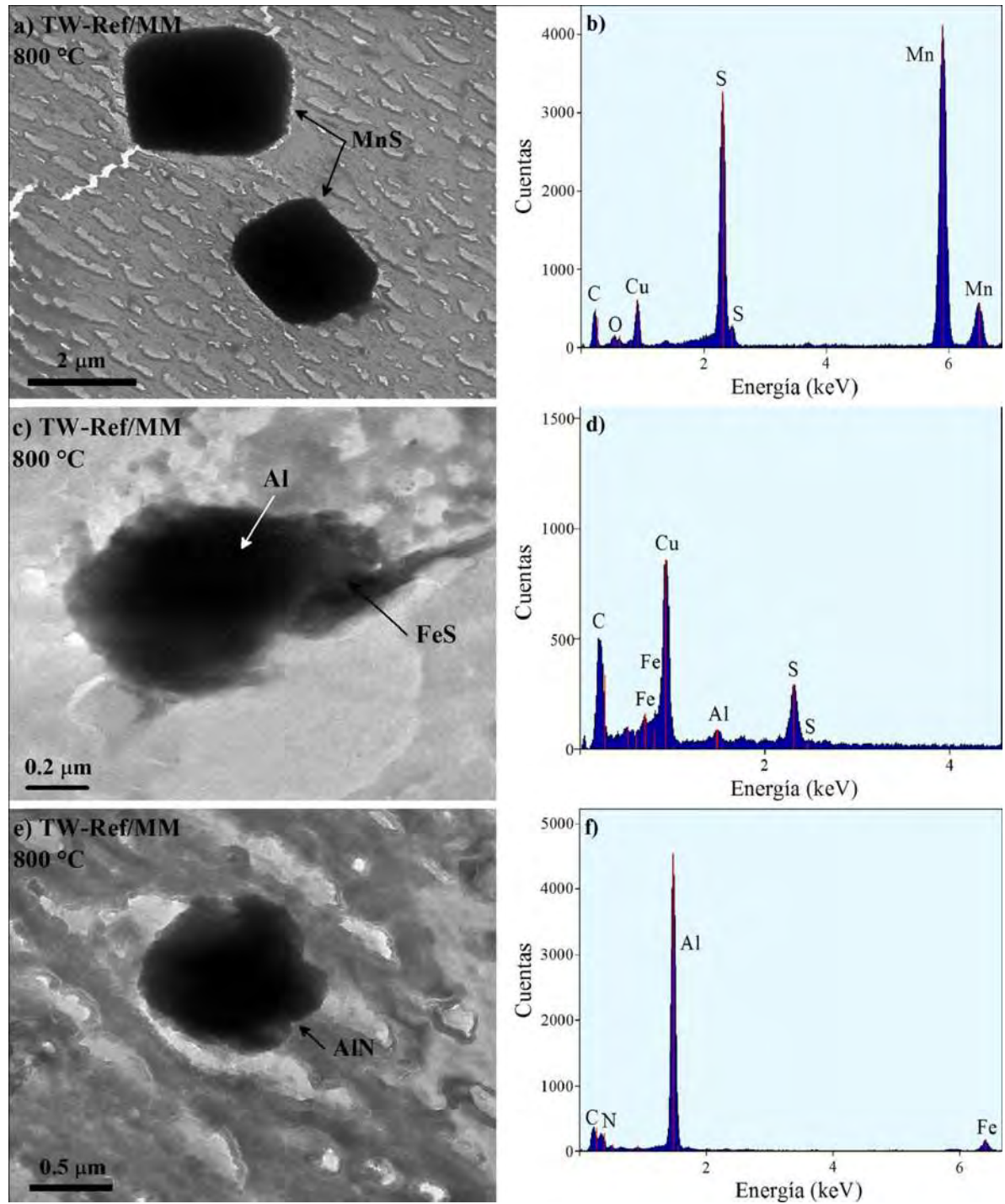


Figura 3.64. Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP de referencia ensayado a 800 °C y solidificado en MM y análisis químico por EDX.



Acero TWIP microaleado con Ti.

La **figura 3.65 a-d** muestra las partículas precipitadas a la temperatura de 800 °C para el acero TWIP microaleado con Ti y solidificado en MM y la **figura 3.65 e-f** se muestran los resultados de MET para el mismo acero a la más alta temperatura de ensayo (1100 °C). A 800 °C se puede observar un AlN con la morfología ya reportada anteriormente, tipo hexagonal. Adicional a la presencia del AlN, se observan partículas precipitadas tipo TiC, las cuales tienen una morfología facetada y un tanto alargada de aproximadamente 500 nm de tamaño. El análisis mediante FactSage[®] predijo su formación y la naturaleza química ha sido corroborada por análisis puntuales MET-EDX. Claramente se puede observar que estos precipitados de Ti, de tamaño fino, tienden a alojarse en los límites de grano. Este fenómeno debilita la cohesión entre granos y por ende aumenta la tendencia a la concentración de esfuerzos que posteriormente actúan como sitios de nucleación de cavidades alrededor de dichas partículas, lo cual durante la deformación plástica generan la fractura. Este tipo de fractura es de carácter facetada (ver discusión en la **sección 3.6.4.1**). Este mecanismo es la responsable, en gran medida, de que la ductilidad en caliente en un amplio rango de temperaturas sea muy baja, teniendo como mejor valor el 35% de RA, ya que está bien establecido la relación perjudicial que tienen los límites de grano y la fracción volumétrica de las partículas precipitadas alojadas en los límites de grano. Hurtado-Delgado y colaboradores [220] discutieron el deslizamiento de los límites de grano asociado con la nucleación y crecimiento de cavidades. El deslizamiento ha sido reconocido como el principal mecanismo responsable de la descohesión en los límites de grano. Por otro lado, a la más alta temperatura de ensayo, en la misma condición de solidificación, se observó la formación del compuesto Ti(C,N), presentando una morfología regular poliédrica y mostrando un tamaño más fino de aproximadamente 50 nm.

Es bien sabido que después del Al, el Ti es un fuerte formador de nitruros. Este compuesto, aunado a la presencia del TiC, ayuda a la temprana falla del material durante la deformación plástica a altas temperaturas debido a su alta concentración en los límites de grano. También es importante resaltar la importancia que tiene el fenómeno de la precipitación inducida por deformación, ya que de acuerdo a la composición química manejada en este acero, es posible que durante la deformación plástica se promueva la formación de partículas, debido a la energía interfacial disponible. Así, en este caso, se obtuvieron partículas precipitadas del tipo Ti(C,N) cuyos tamaños varían entre los

nanómetros (**figura 3.65e**). Además de los límites de grano, las dislocaciones y otros defectos puntuales actúan como sitios preferenciales para la precipitación inducida por deformación [260].

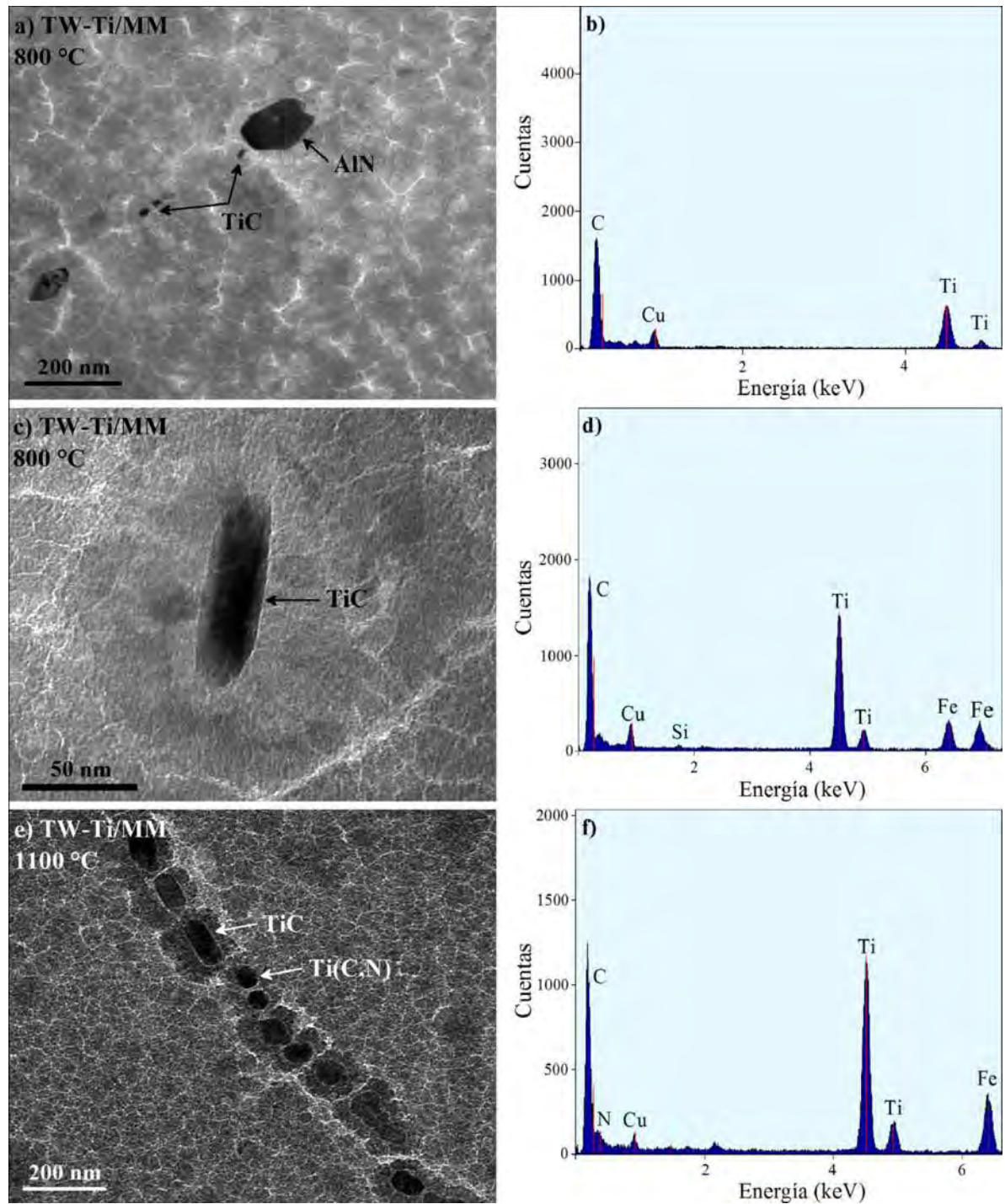


Figura 3.65. Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con Ti solidificado en MM: (a,c,e) Ensayado a 800 °C y (b,d,f) Análisis químico por EDX.



Hensen y colaboradores [261] reportaron que la precipitación inducida por deformación inicialmente ocurre en los límites de grano de la austenita deformada, en las bandas de deformación y después sobre componentes subestructurales (por ejemplo, límites de bajo ángulo [262]) en la austenita no recristalizada, lo cual resulta en el retardo del inicio de la DRX, tal y como se ha observado en este acero TW-Ti. Finalmente, la precipitación de TiC y Ti(C,N) tienen un efecto adverso sobre la resistencia a la fractura [263], resultando en una baja reducción de área transversal tras los ensayos de tracción en caliente.

Acero TWIP microaleado con Ti/B.

La **figura 3.66 a 3.68** se muestran los resultados de MET correspondientes al acero TWIP microaleado con Ti/B en la condición MM y ensayado a 900 °C, indicando claramente la formación de partículas precipitadas, donde algunas de ellas han sido adecuadamente predichas en los cálculos termodinámicos realizados en FactSage®. La **figura 3.66 a-b** indica la precipitación tanto del compuesto TiC como Ti(C,N). En general, es bien sabido que los aceros microaleados son fuertes formadores de carbonitruros y por consiguiente muy susceptibles al agrietamiento intergranular. Se ha reportado que el agrietamiento transversal en aceros microaleados con B se debe a la posible formación del compuesto BN en los límites de grano [264-266]. Así, en un esfuerzo por evitar la formación de compuestos de boro y por ende mantener libre al B, intencionalmente se ha agregado el elemento de microaleación Ti con la finalidad de formar compuestos más estables con el N y dejar que el elemento B actúe más en forma de solución sólida y con esto incentivar la mejora de la ductilidad en caliente de este tipo de aceros TWIP. En este sentido, se ha reportado [12] que la presencia de B en aceros TWIP, con suficiente Ti para combinarse con el N disuelto en el acero líquido, mejora la ductilidad en un rango de temperatura entre 700-950 °C. Una característica que resalta de los presentes resultados de MET a través de la identificación química de dichos compuestos mediante EDX, es la incidencia del S en dichas partículas. En el estudio realizado por Perrot-Simonetta y colaboradores [226] se indica que al segregar el B en los límites de grano de la austenita, éste desplaza al S, y por consiguiente se aumenta la cohesión de dichos límites. Este fenómeno de mantener la cohesión entre granos se ha podido observar en el este acero TWIP microaleado con Ti/B solidificado en MM, ya que tras el ensayo de tracción llevado a cabo a 900 °C se observa una microestructura de granos recristalizados inmersos en una condición de alto agrietamiento (ver **figura 3.48c**) y, donde se obtuvo un valor alto de ductilidad en caliente. Este desplazamiento del S por el B

ayuda a explicar porque los precipitados tanto de TiC como de Ti(C,N), localizados en los límites de grano, se asocian a la presencia del S.

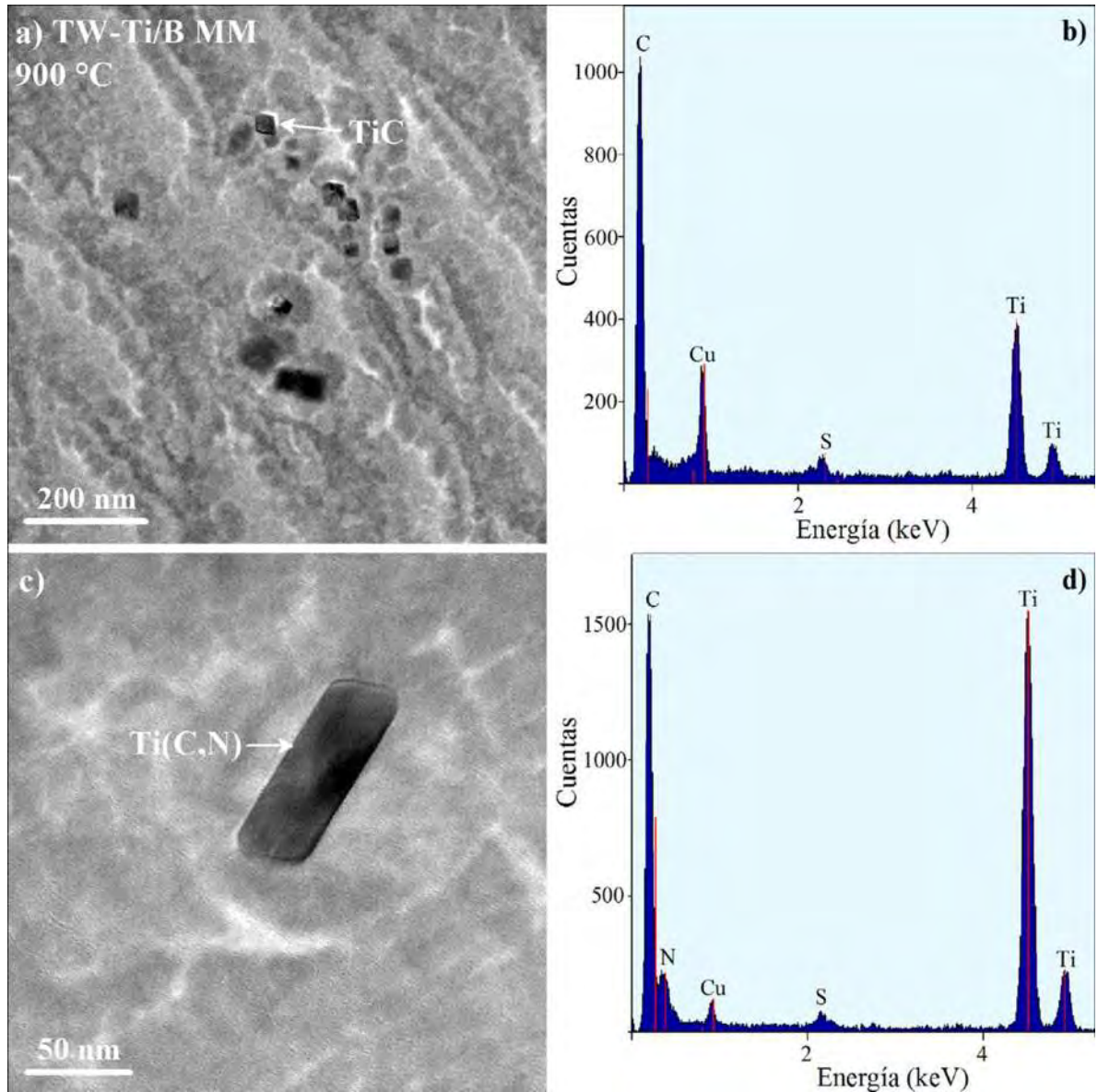


Figura 3.66. (a,c) Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con Ti/B solidificado en MM a 900 °C y (b,d) Análisis químico por EDX.

Posterior a la formación compuestos afines con el N, se forman los precipitados asociados al B no disuelto en la austenita, interviniendo principalmente el N, O, Fe y C, debido a la segregación del B durante la solidificación, dando lugar a fases precipitadas del tipo $M_{23}(B,C)_6$, Fe_2B , $M_3(B,C)$ [42] e incluso B_xC_y , tanto en el interior como a lo largo de los límites de grano de la austenita. La **figura 3.67**



a-e muestra la caracterización del compuesto complejo $Fe_{23}(B,C)_6$. Este compuesto se ha encontrado inmerso en una colonia de partículas redondeadas oscuras que presentan un tamaño de partícula muy fino, menor a 20 nm, tal y como se puede observar en la **figura 3.67a**, donde el análisis puntual indica la presencia del B. También se ha indicado que la detección del B en los aceros es muy difícil, debido a que es un elemento ligero [42], sumado a la relativa poca cantidad de su adición, hecho que ha sido comprobado en el presente estudio. Gracias a la obtención de imágenes de alta resolución (HRTEM) y, a través de la transformada rápida de Fourier (FFT) ha sido posible obtener la secuencia de las distancias interplanares a partir de los patrones de difracción, conteniendo la dirección [533] con una distancia característica entre planos de 1.6144 Å. Islas y colaboradores [267,268] encontraron que la precipitación continua del $Fe_{23}(C,B)_6$ se concentra a lo largo de los límites de grano de la austenita, donde estos precipitados tienen una fuerte interacción con defectos puntuales tales como las dislocaciones y vacancias en la matriz, lo cual eleva la cantidad de dislocaciones ancladas. Por otro lado, Henry y colaboradores [269] han mostrado que la densidad espacial, la morfología y la distribución del tamaño de los precipitados $M_{23}(C,B)_6$ en los límites de grano varía notablemente de un límite de grano a otro debido a los cambios en su estructura como una función de la desorientación entre granos adyacentes. También se ha encontrado que la cantidad de precipitación $M_{23}(C,B)_6$ tiende a aumentar con el contenido de B en el acero [15,270].

Por otro lado, aun contemplando limitaciones en las mediciones interplanares por efecto de imprecisión en la alta resolución, se logró obtener el parámetro de red de partículas precipitadas del tipo B_xC_y en este acero TWIP microaleado con Ti/B. Así, en la figura **3.68 a-e** se observa la morfología poliédrica de una partícula identificada como B_4C , donde la distancia interplanar medida es de 2.40 Å ubicada en el plano [021]. Una vez que se previene la formación del compuesto BN, que es muy perjudicial para la ductilidad en caliente, y se restringe la formación del AlN a través de la adición de Ti por efecto de la estabilidad termodinámica, se evidencia que la adición de B al acero TWIP es benéfica ya que se incrementa la ductilidad en caliente, pero sobre todo esto ocurre cuando se proveen condiciones controladas [271], tales como la velocidad de enfriamiento. Las explicaciones que se han generado acerca del beneficio del B en la ductilidad en caliente se centran en que cómo éste es un elemento de radio atómico pequeño puede segregarse rápidamente en los límites de grano reduciendo su deslizamiento [272], además de poder ocupar sitios vacantes, pudiendo actuar así como formador de sitios de nucleación de precipitados del tipo TiN e incluso Nb(C,N).

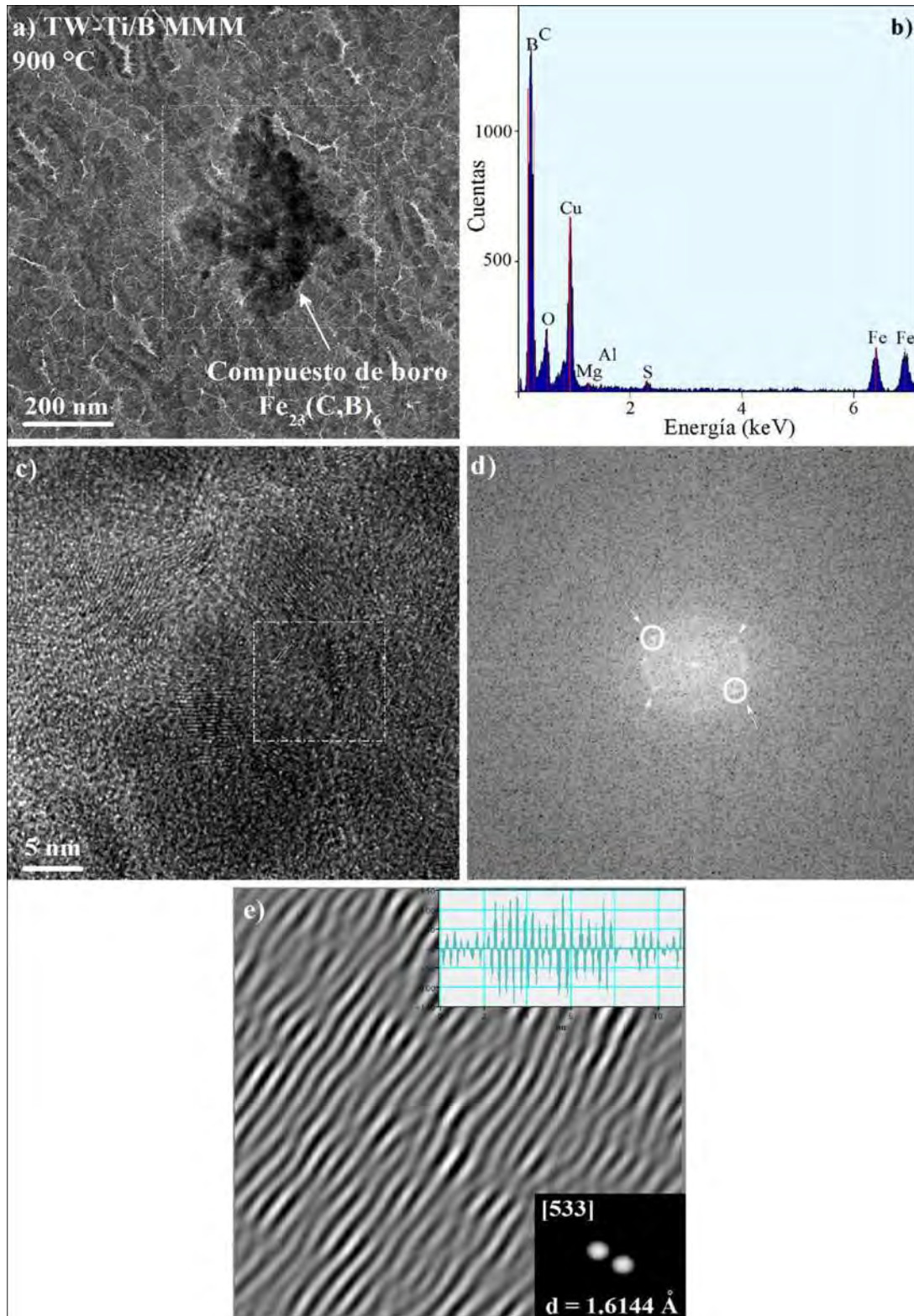


Figura 3.67. a) Imagen MET de campo claro en el acero TW-Ti/B solidificado en MM a 900 °C mostrando el compuesto $Fe_{23}(C,B)_6$, b) Análisis químico por EDX, c) Imagen de HRTEM, d) Orientación en el eje de simetría según la FFT y e) Imagen filtrada por la FFT.

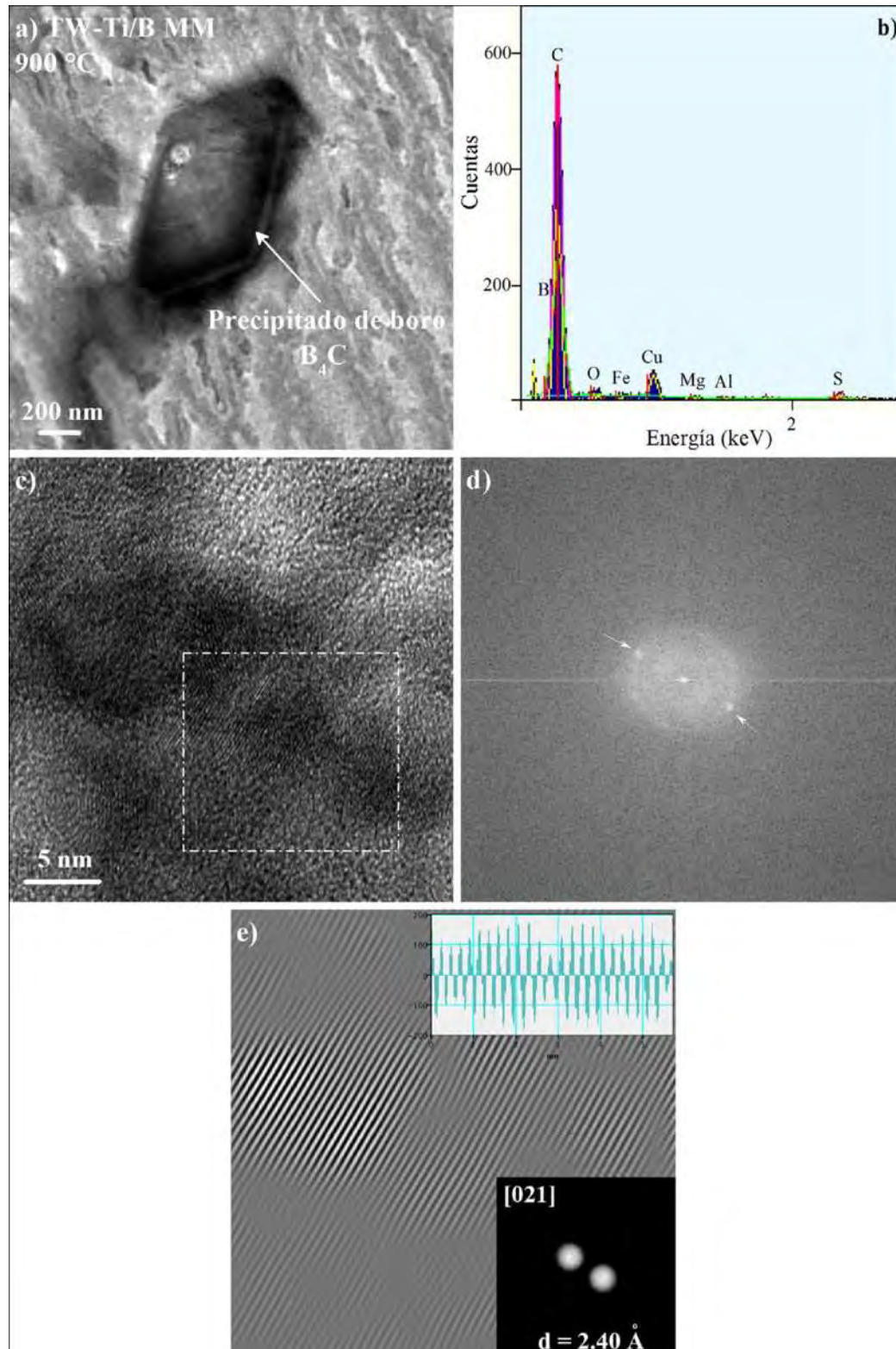


Figura 3.68. a) Imagen MET de campo claro en el acero TW-Ti/B solidificado en MM a 900 °C mostrando el compuesto B_4C , b) Análisis químico por EDX, c) Imagen de HRTEM, d) Orientación en el eje de simetría según la FFT y e) Imagen filtrada por la FFT.



De hecho, el papel que juega el B en los aceros microaleados de alta resistencia en relación al comportamiento de la deformación en caliente, aun no ha sido esclarecido en su totalidad. Algunos autores [273-278] han reportado que el B facilita el flujo plástico en caliente debido a un efecto de arrastre de soluto de los átomos de B en los límites de grano, además de también manifestar un mecanismo de ablandamiento por solución sólida, adicional al producido por la recristalización dinámica (DRX) de manera similar al comportamiento a fluencia en caliente de otros elementos intersticiales en el acero como lo es el carbono [235]. De esta manera, la presencia del B en el acero disminuye la energía de activación para la recristalización y, por lo tanto, se acelera el inicio de la DRX [235]. Se concluye finalmente que la adición de B en el acero TWIP mejora su comportamiento de ductilidad en caliente en el rango intermedio de temperatura (800-900 °C) por un efecto de segregación de no-equilibrio en los límites de grano de la austenita, manteniéndose la cohesión entre granos adyacentes, donde la suficiente adición de Ti impide o retrasa la formación de finos precipitados de nitruros/carbonitruros de boro, perjudiciales para la ductilidad en caliente, fenómeno aunado a la DRX, que ayuda a disminuir la nucleación y crecimiento de cavidades durante la deformación plástica debido a la reducción de la concentración de esfuerzos en los límites de grano.

Acero TWIP microaleado con V.

En el caso del acero TWIP microaleado con V se identificaron diferentes compuestos precipitados. En la **figura 3.69a** se observa la presencia del AlN y en la **figura 3.69c** se observa un VC, naturaleza que ha sido identificada mediante EDX (ver **figura 3.69 b y d**). Así mismo, se puede observar una precipitación de VC más marcada dentro de la matriz que en los límites de grano. Estos precipitados tienen forma esférica con un tamaño de partícula menor a los 100 nm. Debe notarse que, aunque estas partículas de V son relativamente más burdas que las formadas en el acero TWIP microaleado con Ti, siguen siendo lo suficientemente finas para generar un mecanismo de endurecimiento por precipitación durante las operaciones de trabajo en caliente, además de que por su morfología son muy compatibles con la deformación plástica. En este sentido, las adiciones de V en los aceros TWIP pueden ser de gran interés debido a que este elemento de microaleación es un candidato ideal para producir una precipitación fina y homogénea [279]. También debe de destacarse que la solubilidad del V en la austenita es tal que debe existir poca o nada precipitación de compuestos de vanadio durante la deformación plástica tanto en frío como en caliente, donde se ha establecido que

cualquier precipitación se convierte en una potencial problemática. Así, el V se puede mantener en solución sólida [280].

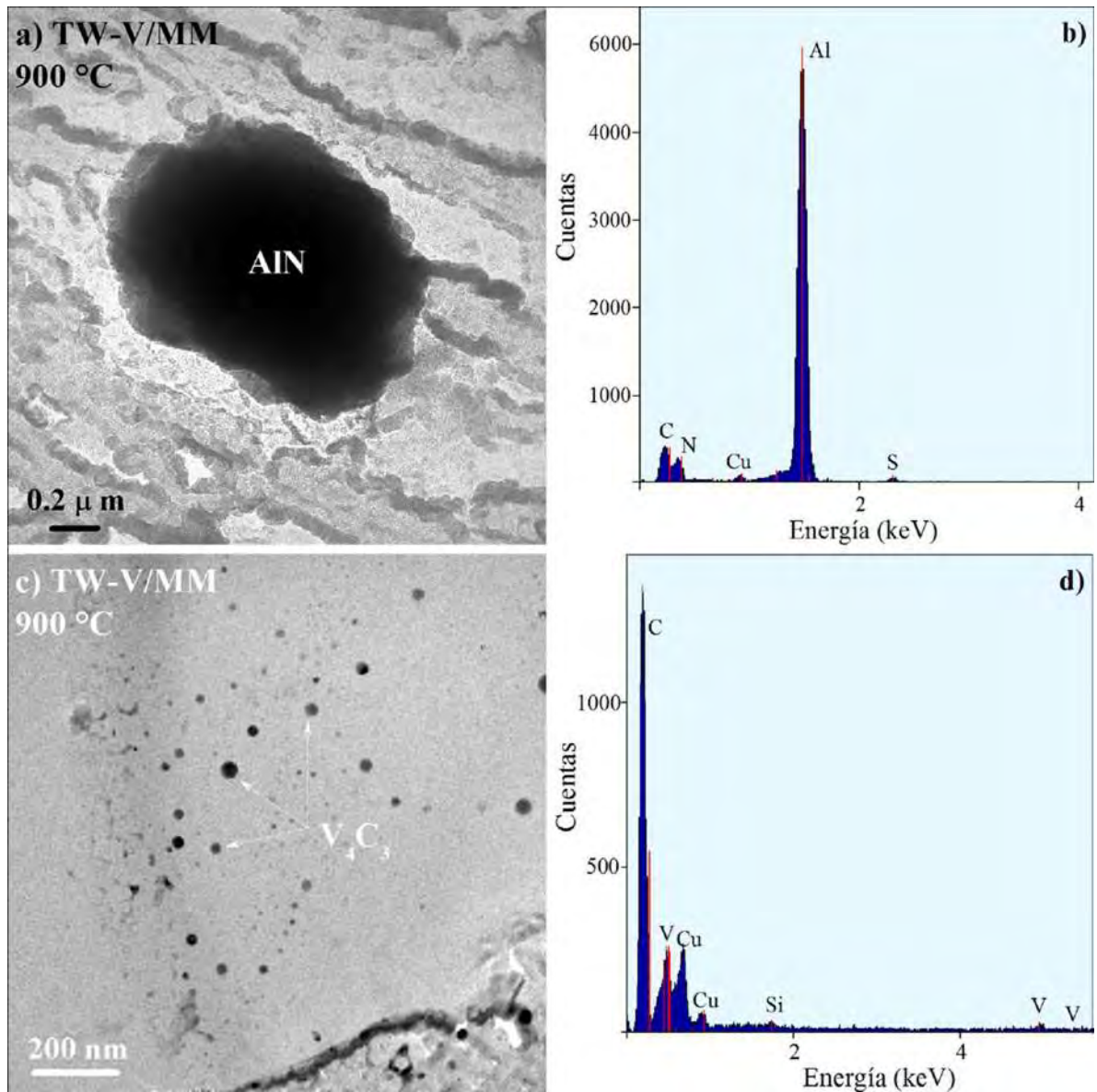


Figura 3.69. (a,c) Imágenes de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con V solidificado en MM a 900 °C y (b,d) Análisis químico por EDX.

En un esfuerzo por caracterizar más a detalle los precipitados de vanadio, se realizó alta resolución en una partícula con un tamaño de aproximadamente 500 nm (**figura 3.70a**). Así, en la **figura 3.70c** se puede observar la alta resolución en la periferia de dicha partícula, siendo ésta lo suficientemente delgada para permitir la difracción de electrones. Es importante señalar que por la naturaleza de



dicha partícula se ha podido obtener adecuadamente el patrón de difracción de electrones, observado en la **figura 3.70d**.

Una vez obtenido dicho patrón de difracción, la aplicación de la transformada rápida de Fourier (FFT) ha permitido relacionar la estructura cristalina con la orientación cristalográfica del carburo de vanadio tipo V_4C_3 , que mostró tener un parámetro de red de aproximadamente 2.034 Å en la dirección [200]. Yen y colaboradores [281] han caracterizado las partículas precipitadas en un acero TWIP microaleado con V empleando la técnica de capa delgada mediante MET. Al realizar la alta resolución identificaron por contraste el carburo de vanadio a través de los llamados bordes de Moiré. Basándose en los parámetros de red reportados en la literatura [282], lograron determinar que el carburo es del tipo V_4C_3 , el cual muestra interfaces semi-coherentes cercanas a la familia de planos {111}, aspectos que se muestran en la imagen de HRTEM bajo el eje de zona <110> de la **figura 3.71 a-b**.

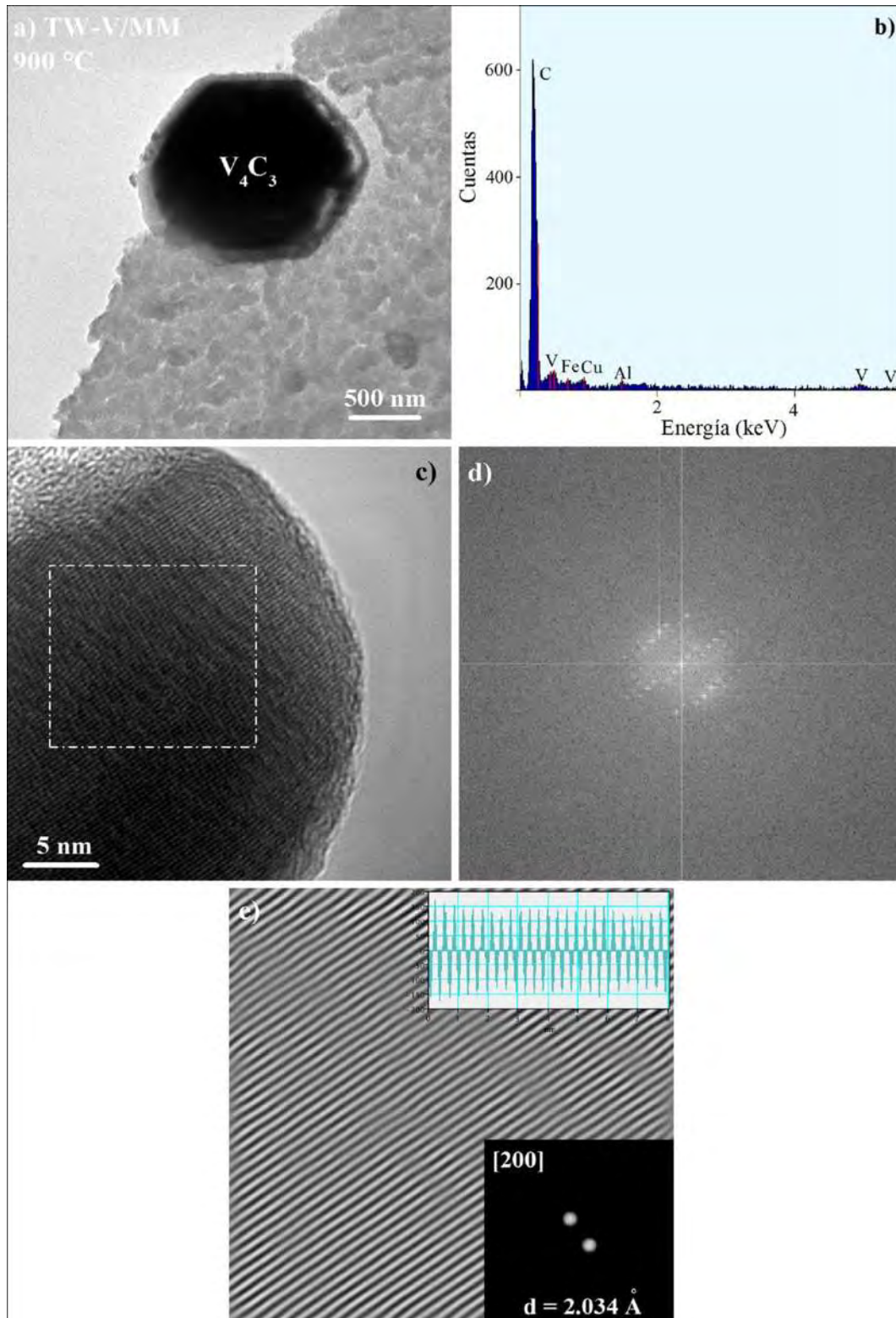


Figura 3.70. a) Imagen MET de campo claro en el acero TW-V solidificado en MM a 900 °C mostrando el compuesto V_4C_3 , b) Análisis químico por EDX, c) Imagen de HRTEM, d) Orientación en el eje de simetría según la FFT y e) Imagen filtrada por la FFT.

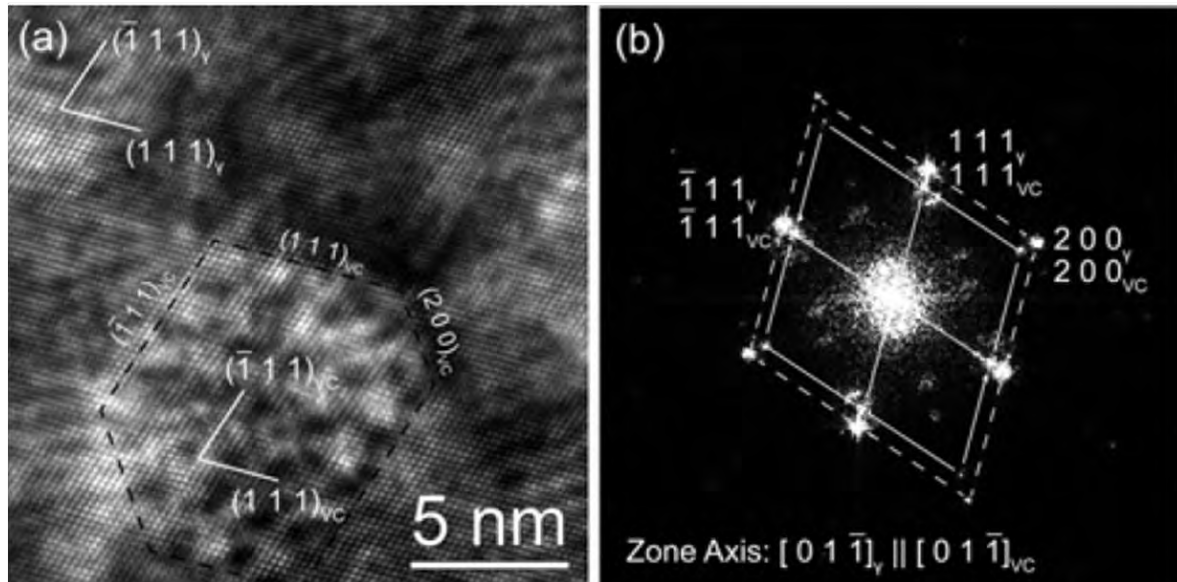


Figura 3.71. a) Imagen de alta resolución (HRTEM) mostrando el V_4C_3 en matriz austenítica Fe-21.6Mn-0.63C-0.87V y b) Difractograma de electrones [281].

Es importante remarcar, que la adición de V al acero TWIP juega un papel muy importante en la mejora de la ductilidad en caliente debido a su capacidad de formar finas partículas de VC, las cuales incrementan la resistencia y promueven la DRX por el anclaje de los límites de grano, ya que se ha mostrado que el V es el elemento más efectivo para producir endurecimiento por precipitación en los aceros de plasticidad inducida por maclaje (TWIP) [281,] [278,283,284].

Acero TWIP microaleado con Nb.

En la **figura 3.72a** se muestra la precipitación de partículas en el acero TWIP microaleado con Nb solidificado en MM y ensayado a 800 °C. El análisis químico por EDX ha mostrado la naturaleza química de estas partículas, evidenciando compuestos muy finos de NbC (**figura 3.72b**) más marcadamente en los límites de grano, debido al arreglo observado en la **figura 3.72a**, sin descartar la misma precipitación dentro de la matriz, pero en menor medida. De acuerdo a los cálculos termodinámicos realizados en FactSage[®], se sabe que estos precipitados son muy estables en un rango amplio de temperatura.

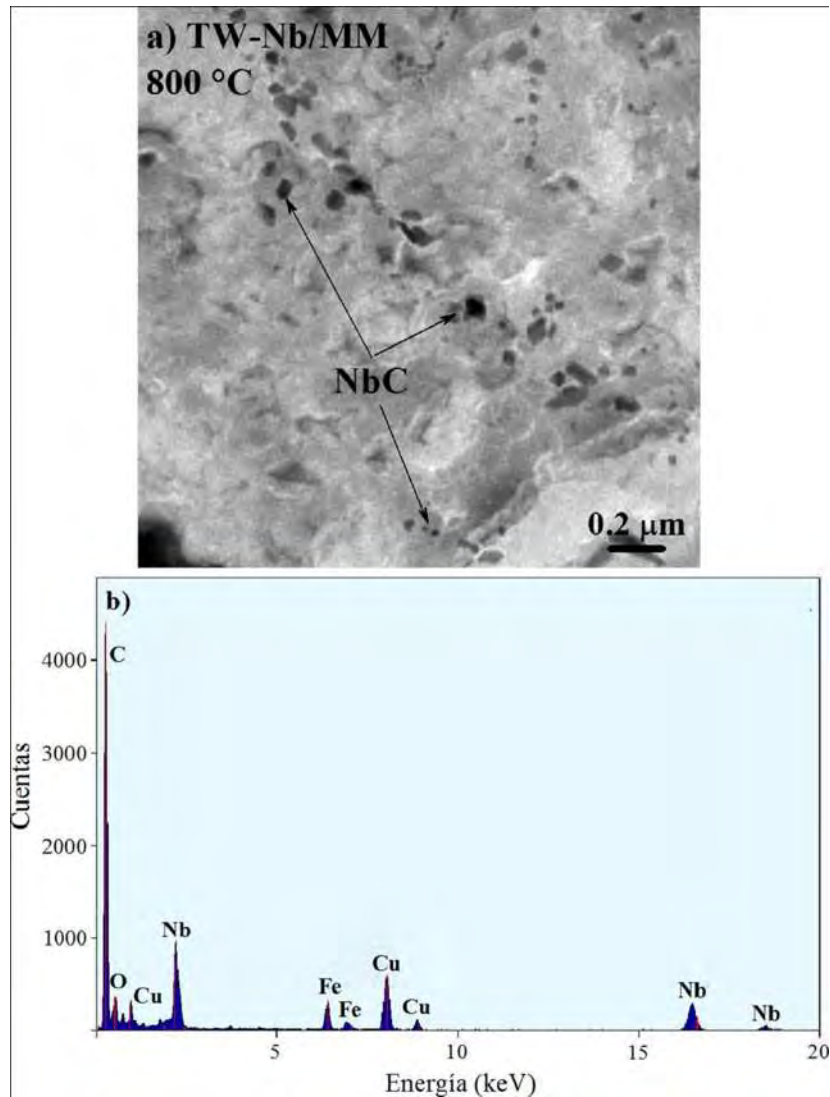


Figura 3.72. a) Imagen de MET de campo claro mostrando partículas de segunda fase en el acero TWIP microaleado con Nb solidificado en MM a 800 °C y b) Análisis químico por EDX.

Grajcar y colaboradores [285] han reportado que la adición de Nb en los aceros TWIP es la razón principal del endurecimiento por deformación, gracias a la formación de precipitados de Nb, lo que posteriormente en las etapas de trabajado en caliente promueve la formación de una microestructura de granos finos. Por otro lado, estudios recientes han mostrado un efecto perjudicial de este elemento, ya que Kang y colaboradores [10] determinaron que la ductilidad en caliente en un acero TWIP es muy baja debido a la precipitación fina de Nb(C,N), concluyendo que si los niveles tanto de N como de S se mantienen bajos, se puede evitar el agrietamiento transversal, al restringir la formación de precipitados. Sin embargo, de acuerdo a los presentes resultados, bajo las dos



condiciones de solidificación, se han obtenido buenos valores de ductilidad a temperaturas intermedias de ensayo (800-900 °C), mayores al 50% RA. Zarandi y colaboradores [156] han sugerido que el fenómeno de segregación de no-equilibrio del Nb en los límites de grano de la austenita genera una considerable mejora en la ductilidad en caliente debido al mismo mecanismo reportado por Grajcar. Debido a esto, se da el retardo del inicio de la DRX, por lo cual también se puede establecer que el Nb retarda el fenómeno de DRX, lo cual es la principal evidencia de que no se hayan detectado granos recristalizados dinámicamente bajo las técnicas experimentales anteriormente descritas. Así, los resultados indican que la adición de Nb en el acero TWIP inhibe la DRX en el rango intermedio de temperatura (800-900 °C), asociado a un efecto de arrastre de soluto y la posterior reducción de la movilidad de los límites de grano, donde los precipitados NbC, tanto en la matriz como en los límites de grano, previene la nucleación, crecimiento y propagación de grietas.

Capítulo IV

CONCLUSIONES



CAPITULO IV

Conclusiones.

4.1 Fundición y condición de solidificación de aceros TWIP.

1. El diseño de adición y cantidad de adición de elementos aleantes (Mn, C, Al y Si) y microaleantes (Ti, B, V, Nb y Mo) permitió obtener aceros TWIP de composición base Fe-20Mn-0.45C-1.5Si-1.5Al. Mediante difracción de rayos-X se corroboró la fase austenítica estable a temperatura ambiente, asociándose a los picos de mayor intensidad en los planos cristalográficos (111), (200), (220), (222) y (311).
2. Los cálculos termodinámicos realizados mediante el empleo de FactSage® predicen adecuadamente la formación de segundas fases en el acero TWIP según la composición química, indicando las líneas de transformación en función de la temperatura. En general, los diagramas de fases indican la formación de compuestos del tipo MnS, AlN, Ti(C,N), M₂B, VC, NbC, M₃C y M₇C₃.
3. El efecto de la condición de enfriamiento impuesta, a través del uso de moldes de metal (MM) y de arena (MA), permitió obtener estructuras de colada semejantes a las desarrolladas en la colada continua de planchón convencional y delgado. El acero TWIP solidificado en molde metálico (MM) presenta una estructura de colada de granos columnares dendríticos relativamente finos en comparación con los desarrollados en molde de arena (MA), siendo estos últimos más burdos. Además, en ambas condiciones de enfriamiento los aceros TWIP presentan un carácter dendrítico equiaxial al centro del lingote.
4. En general, los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) presentan un tamaño de grano austenítico relativamente fino de aproximadamente 0.5 mm, mientras que los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA) presentan un tamaño de grano austenítico más burdo de aproximadamente 2 mm. Por consiguiente, tamaños finos de grano requieren una deformación crítica menor para el inicio de la recristalización dinámica (DRX).



5. El ciclo térmico considerado para realizar los ensayos de tracción en caliente no fue suficiente para homogenizar la microestructura, por lo que tras los ensayos permanece la componente dendrítica de solidificación.
6. El análisis químico puntual y mapeos elementales de concentración de especies químicas revelan que el Mn y el Si son los elementos que en mayor proporción segregan en los espacios interdendríticos, en ambas condiciones de solidificación.

4.2 Ensayos de tracción uniaxial en caliente.

1. Las curvas esfuerzo-deformación verdaderas muestran que la resistencia de los aceros TWIP disminuye al incrementarse la temperatura de ensayo, alcanzándose valores máximos de hasta 250 MPa para la temperatura más baja y, de aproximadamente 30 MPa para la temperatura más alta. Por el contrario, el alargamiento total hasta la fractura disminuye en tanto la temperatura aumenta, lográndose deformaciones de hasta un 25%.
2. La adición de elementos microaleantes como Ti, Ti/B, V, Nb y Mo al acero TWIP incrementa considerablemente el valor del esfuerzo pico (σ_p), lo cual se relaciona directamente con el mecanismo de endurecimiento por solución sólida y por precipitación de segundas fases. El efecto de los elementos microaleantes sobre el esfuerzo pico es más notorio a bajas temperaturas, mientras que a altas temperaturas este tiende a ser menor para cada composición.
3. En general, los aceros TWIP bajo estudio presentan moderada ductilidad en caliente en términos del % de reducción de área (%RA) a la más baja temperatura de ensayo (700 °C), alta ductilidad en caliente en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C) y baja ductilidad en caliente a la temperatura más alta de ensayo (1100 °C). Así mismo, los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) presentan mejores valores que los aceros TWIP solidificados en molde de arena (MA).
4. La adición de los elementos microaleantes Ti/B, V, Nb y Mo mejora significativamente la ductilidad en caliente del acero TWIP, obteniéndose valores de RA por arriba del mínimo requerido (>40%) para evitar el agrietamiento transversal en el rango de temperaturas intermedias (800-900 °C). Por otro lado, la adición de Ti generó los valores de ductilidad en caliente más bajos (35% como mejor medida).



5. La buena ductilidad en caliente obtenida a temperaturas intermedias en los aceros TWIP se atribuye al fenómeno de la recristalización dinámica (DRX), donde los elementos de microaleación V, Ti/B, Mo y Ti, presentan un marcado efecto sobre el inicio de la recristalización. En este caso, se detectaron las típicas estructuras de collar alrededor de los burdos granos austeníticos deformados, donde las microcavidades y microgrietas son aisladas debido al incremento del área superficial específica para superar un determinado esfuerzo. Por el contrario, la adición de Nb al acero TWIP inhibe la DRX a temperaturas intermedias de ensayo, lo cual se asocia con un efecto de arrastre de soluto y reducción de la movilidad de los límites de grano, previniéndose la nucleación, crecimiento y propagación de cavidades.
6. La baja ductilidad en caliente se atribuye principalmente a la presencia de partículas precipitadas alojadas en los límites de grano, formando colonias, donde los mecanismos de nucleación, crecimiento y propagación de microgrietas juegan un papel muy importante, induciendo fragilización en el acero TWIP.
7. Tras la ruptura de los especímenes de acero TWIP en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C), se observó en la superficie de fractura una microestructura de granos finos recristalizados dinámicamente, mayormente desarrollados en la condición de solidificación en molde metálico (MM).
8. Las superficies de fractura de los aceros TWIP ensayados a baja temperatura son de un carácter mixto tipo dúctil-frágil con descohesión intergranular. A temperaturas intermedias (800-900 °C) las superficies de fractura son del tipo dúctil conteniendo huecos profundos. Y a la temperatura más alta (1100 °C) el mecanismo de fractura es por deslizamiento de los límites de grano, presentándose una componente de fragilización interdendrítica segregada.

4.3 Estudio de cavitación.

1. Los presentes aceros TWIP, ensayados a temperaturas intermedias (800-900 °C), presentan una distribución bimodal de cavidades muy pequeñas y cavidades grandes. En general, los aceros TWIP solidificados tanto en molde metálico (MM) como en molde de arena (MA), presentan cavidades de morfología tipo “r”, identificadas en los límites de grano y, en menor medida, cavidades tipo “l”, “w” y “A”, respectivamente. La tendencia observada entre la longitud



promedio de cavidades y el área promedio de cavidades/mm², para cavidades con longitud mayor a 10 μm, guarda relación lógica con los valores de reducción de área (%RA), ya que un valor bajo de cualquiera de estos parámetros indica una mejora de la ductilidad en caliente.

2. El acero TWIP microaleado con Ti/B y solidificado en molde metálico (MM) presentó una condición de alto agrietamiento intergranular, conteniendo grandes cavidades, asociadas a la presencia de partículas precipitadas en los límites de grano, donde la buena ductilidad en caliente se explica función de la recristalización dinámica y de la capacidad del boro de mantener la cohesión entre granos.

4.4 Estudio de difracción de electrones retrodispersados (MEB-EBSD).

1. La técnica MEB-EBSD (Difracción de Electrones Retrodispersados) resultó una herramienta fundamental para el análisis de la evolución subestructural durante la deformación en caliente de los aceros TWIP. De esta manera se determinaron cambios microestructurales complejos tales como la restauración y la recristalización dinámica; así como de la formación de bandas de corte orientadas al interior de los granos. Esta evolución mostró el reemplazo gradual de los burdos granos austeníticos por nuevos finos granos como resultado de la recristalización dinámica.
2. La ocurrencia de la recristalización dinámica (DRX) fue determinada en base a los análisis de los mapas de calidad de las figuras inversas de polo (IPF) y de la medida de la desorientación local. En este sentido, la medida de la desorientación local dentro de los granos ha permitido medir la fracción de granos recristalizados dinámicamente, con un ángulo de desorientación menor a 1.5°, siendo los aceros TWIP microaleados con V y Ti/B los casos más representativos en la condición de solidificación rápida (MM). En general, los aceros TWIP solidificados en molde metálico (MM) presentan mayor recristalización dinámica, a temperaturas intermedias (800-900 °C) con relación a los solidificados en molde de arena (MA).
3. Se han ubicado los sistemas preferenciales y particulares de deformación [110]/[025], transición [122] y de recristalización [100]/[113] .



4. En los presentes aceros TWIP fueron identificadas diferentes texturas, de intensidad muy débil desarrolladas durante la deformación en caliente. Dichas texturas son representativas de la condición de deformación, tales como la textura tipo “fibra- γ ” (que corresponde desde la componente $E\{111\}\langle 110 \rangle$ hasta la componente $Y\{111\}\langle 112 \rangle$), y de la condición de recristalización, como la textura tipo “Cubo”.

4.5 Análisis de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión (MET).

1. Las partículas de segundas fases en aceros TWIP predichas mediante FactSage[®] fueron corroboradas por microscopía electrónica de transmisión (MET). A través de este análisis se identificó la naturaleza química, morfología, tamaño y distribución de los diferentes precipitados.
2. En general, las partículas precipitadas en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C), de acuerdo al tipo de acero TWIP, corresponden a compuestos del tipo AlN, MnS, Ti(C,N), $Fe_{23}(B,C)_6$, B_4C , V_4C_3 y NbC. Así, estas partículas precipitadas tienen una fuerte influencia en la evolución de la microestructura y por ende en el comportamiento de la deformación a alta temperatura. Los precipitados burdos y ubicados en los límites de grano bajan la resistencia de la red cristalina al no haber obstáculos para el movimiento de las dislocaciones, generando sitios de nucleación para nuevos granos recristalizados. Por el contrario, precipitados son finos y distribuidos uniformemente, aumentan la resistencia mecánica, retardan la recristalización, dependiendo del esfuerzo máximo alcanzado. Finalmente, precipitados finos y alojados en los límites de grano generan fragilización en caliente, manifestada ésta por la nucleación, interconexión y propagación de microgrietas intergranulares.
3. El empleo de la técnica de alta resolución (HRTEM) permitió caracterizar en detalle aquellas partículas difíciles de identificar mediante análisis químico puntual EDX. Así, en el acero TWIP microaleado con Ti/B y, a través del tratamiento de imágenes mediante la transformada rápida de Fourier (FFT), se identificaron fases precipitadas complejas del tipo $Fe_{23}(B,C)_6$ y B_4C , las cuales se encuentran en colonias de partículas muy finas.
4. La adición de Nb al acero TWIP inhibe la recristalización dinámica en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C), fenómeno asociado al efecto de arrastre de soluto y a la posterior reducción de la movilidad de los límites de grano, por efecto de finos precipitados del tipo NbC.



Por lo tanto, la ductilidad es mejorada debido a que existen pocos sitios de nucleación de cavidades.

5. En el acero TWIP microaleado con Mo No se identificaron precipitados de Mo en el rango intermedio de temperaturas (800-900 °C), lo cual concuerda con los resultados obtenidos mediante FactSage®. Por lo tanto, se establece que el Mo está actuando más en solución sólida, generando endurecimiento, además de que causa un retraso en el inicio de la DRX.



Recomendaciones y sugerencias para trabajo futuro.

1. Predecir la evolución de la microestructura del acero TWIP durante la solidificación mediante el uso de simulación numérica, para determinar los parámetros óptimos de enfriamiento en el refinamiento de grano y reducción de la segregación.
2. Realizar un estudio detallado del fenómeno de segregación, para los elementos Mn, C, Si, Al, B, V, Nb y Mo, mediante el empleo de técnicas modernas que ayuden a aclarar los mecanismos de difusión de dichas especies químicas en el acero TWIP, tales como SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) o PTA (Particle Tracking Autoradiography).
3. Estudiar el efecto de la variación de la adición cada elemento microaleante durante el conformado en caliente del acero TWIP y su efectividad en solución sólida, que ayude a mejorar la ductilidad a más altas temperaturas.
4. Realizar estudios de deformación plástica en caliente interrumpidos para determinar mecanismos de precipitación dinámica empleando dilatometría diferencial.
5. Caracterizar mediante MET los precipitados formados en los aceros TWIP empleando la técnica de capa fina, con la finalidad de realizar efectivamente la alta resolución (HRTEM).
6. Realizar la preparación metalográfica de los aceros TWIP mediante electropulido para garantizar la indexación de la fase austenítica en la técnica MEB-EBSD, que ayude a obtener información más confiable en la identificación de texturas.



Referencias bibliográficas.

- [1] R. Kuziak, R. Kawalla, S. Waengler, Arch. Civil Mech. Eng. 8 (2008) 103-117.
- [2] B.C. De Cooman, O. Kwon, K.G. Chin: "State of the-knowledge on TWIP steels", Mater. Sci. Technol. 28 (2012) 513-527.
- [3] J.K. Kim, Y. Estrin, H. Beladi, S.K. Kim, K.G. Chin, B.C. De Cooman: "Constitutive modeling of TWIP steel in uniaxial tension", Mater. Sci. Forum, 654-656 (2010) 270-273.
- [4] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier: "High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships", Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 15 (2011) 141-168.
- [5] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton: "Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanism in Fe-Mn-C alloys", Mater. Sci. Eng. A 387-389 (2004) 158-162.
- [6] Y.G. Kim, Y.S. Park, J.K. Han: "Low temperature mechanical behavior of microalloyed and controlled-rolled Fe-Mn-Al-C-X alloys", Metall. Mater. Trans. A 16 (1985) 1689-1693.
- [7] S.E. Kang, A. Tuling, J.R. Banerjee, B. Mintz: " Hot ductility of TWIP steels", Mater. Sci. Technol. 27 (2011) 95-100.
- [8] A.S. Hamada, L.P. Karjalainen: "Hot ductility behavior of high-Mn TWIP steels", Mater. Sci. Eng. A 528 (2011) 1819-1827.
- [9] S.E. Kang, A. Tuling, J.R. Banerjee, W.D. Gunawardana, B. Mintz: "Hot ductility of TWIP steels", Mater. Sci. Technol. 27 (2011) 95-100.
- [10] S.E. Kang, A. Tuling, I. Lau, J.R. Banerjee, B. Mintz. "The hot ductility of Nb/V containing high Al, TWIP steels", Mater. Sci. Technol. 27 (2011) 909-915.
- [11] S.E. Kang, J.R. Banerjee, B. Mintz: "Influence of S and AlN on the hot ductility of high Al, TWIP steels", Mater. Sci. Technol. 28 (2012) 589-596.
- [12] S.E. Kang, J.R. Banerjee, E.M. Maina, B. Mintz: "Influence of B and Ti on hot ductility of high Al and high Al, Nb containing TWIP steels", Mater. Sci. Technol. 29 (2013) 1225-1232.
- [13] A.H. Baradaran, A. Zarei-Hanzaki, H.R. Abedi, S.M. Fatemi-Varzaneh, A. Imandoust: " The ductility behavior of a high-Mn twinning induced plasticity steel during cold-to-hot deformation", Mater. Sci. Eng. A 561 (2013) 411-418.
- [14] P.D. Nicolaou, S.L. Semiatin: "Modeling of cavity coalescence during tensile deformation", Acta Mater. 47 (1999) 3679-3686.
- [15] 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.
- [16] M. Melchor: "Modelling of texture and hardening of TWIP steel – Advanced finite element representation of polycrystalline aggregates", Ph.D. Dissertation Thesis, Université Catholique de Louvain, Louvain, France, 2009.
- [17] Committee on automotive applications, International Iron and Steel Institute, Advanced high strength steel (AHSS) application guidelines, 2009, p. 1-13.
- [18] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, A. García de la Rosa, J.L. Ruíz-Castro: "Fabricación y caracterización metalográfica/mecánica de aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) de bajo contenido de carbono microaleados con Boro", XII Jornadas Nacionales de Ingeniería en Materiales, Morelia, México. Abril de 2010, pp. 1-13.
- [19] WorldAutoSteel, en: <http://www.worldautosteel.org>
- [20] L. Chen: "Thermo-mechanical properties of Fe18Mn0.6C TWIP steel", Ph.D. Dissertation Thesis, Pohang University of Science and Technology, Korea, June, 2007.
- [21] O. Grässel, L. Kruger, G. Frommeyer, L. Meyer, Int. J. Plasticity, 16 (2000) 1391-...



- [22] O. Grässel, G. Frommeyer, C. Derder, H. Hofman, J. Phys. IV France, 60 (1997) 383-...
- [23] G. Frommeyer, U. Brux, P. Neumann: "Supra-ductile and high strength manganese TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes", ISIJ Int. 43 (2003) 438-446.
- [24] A. Prakash, T. Hochrainer, E. Reisacher, H. Riedel, Steel Research International, 79 (2008) 645-...
- [25] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz: "Constitutive model of the TWIP effect in a polycrystalline high manganese austenitic steel", Steel Res. 73 (2002) 299-302.
- [26] E. Bayraktar, F.A. Khalid, C. Levaillant: "Deformation and fracture behavior of high manganese austenitic steel", J. Mater. Process. Technol. 147 (2004) 145-154.
- [27] L. Chen, H.S. Kim, S.K. Kim, B.C. De Cooman: "Localized deformation due to Portevin-LeChatelier effect in 18Mn-0.6C TWIP austenitic steel", ISIJ Int. 47 (2007) 1804-1812.
- [28] S. Vercammen, B. Blanpain, B.C. De Cooman, P. Wollants, "Cold rolling behavior of an austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP steel: The importance of deformation twinning", Acta Mater. 52 (2004) 2005-2012.
- [29] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 15 (2011) 141-168.
- [30] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, Acta Mater. 60 (2012) 5791-5802.
- [31] K. Sato, K. Tanaka: "Determination of the α/γ equilibrium in the iron rich portion of the Fe-Mn-Al system", ISIJ Int. 29 (1989) 788-792.
- [32] Y.K. Lee, C.S. Choi: "Driving force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and stacking fault energy of γ in Fe-Mn binary system", Metall. Mater. Trans. A 31 (2000) 355-360.
- [33] P.Y. Volosevich, N.V. Grindnev, Y.N. Petrov: "Manganese influence on stacking-fault energy in iron-manganese alloys", Phys. Met. Metallogr. 42 (1976) 126-130.
- [34] H. Schumann, J. Kristall Technik 10 (1974) 1141-1150.
- [35] A.S. Hamada: "Manufacturing, mechanical properties and corrosion behaviour of high-Mn TWIP steels", Ph.D. Dissertation Thesis, University of Oulu, Finland, 2007.
- [36] J. Charles, A. Berghen'zan, A. Lutts: "Structural and mechanical properties of high-alloy manganese-aluminium steels", J. Phys. 43 (1982) C4-435.
- [37] R.E. Schramm, R.P. Reed: "Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels", Metall. Trans. A 6 (1975) 1345-1351.
- [38] S. Takaki, T. Furuya, Y. Tokunaga: "Effect of Si and Al additions on the low temperature toughness and fracture mode of Fe-27Mn alloys", ISIJ Int. 30 (1990) 632-638.
- [39] M. Gómez, S.F. Medina: "Role of microalloying elements on the microstructure of hot rolled steels", Int. J. Mater. Res. 102 (2011) 1197-1207.
- [40] D.K. Matlock, J.G. Speer: "Microalloying concepts and application in long products", Mater. Sci. Technol. 25 (2009) 1118-1125.
- [41] Singon
- [42] 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.
- [43] M. Djahazi: "Influence of boron distribution on precipitation and recrystallization in hot worked austenite"; Ph.D. Dissertation Thesis, McGill University, Montreal, Canada, 1989.
- [44] P.H. Maitrepierre, J. Rofes-Vermis, D. Thivellier: "Structure-properties relationships in boron steels", Boron in steel, The Metallurgical Society of AIME, 1979, pp. 1-18.
- [45] S.N. Ghali, H.S. El-Faramawy, M.M. Eissa: "Influence of boron additions on mechanical properties of carbon steel", J. Min. Mater. Charact. Eng. 11 (2012) 995-999.
- [46] H.W. Yen, M.H. Huang, C.P. Scott, J.R. Yang, "Interactions between deformation-induced defects and carbides in a vanadium-containing TWIP steel", Manuscript for Scripta Materialia, 2012 pp. 1-16.



- [47] H. Mohrbacher: "The effects of niobium microalloying in second generation advanced high strength steels", International Steel Technologies Symposium, Taiwan, 2008, pp. 1-12.
- [48] V. Lazic, D. Milosavljevic, S. Aleksandrovic, P. Marinkovic, G. Bogdanovic, B. Nedeljkovic: "Carbide type influence on tribological properties of hard faced steel layer-Part I-Theoretical considerations", Tribology in Industry, 32 (2010) 11-20.
- [49] B.C. De Cooman, C. Kwang-geun, K. Jinkyung. En: P.M. Chiaberge (Ed.) (2011) High-Mn TWIP steels for automotive applications. Tech: Rijeka, Croatia.
- [50] R.A. Mesquita, R. Schneider, K. Steineder, L. Samek, E. Arenholz: "On the austenite stability of a new quality of twinning induced plasticity steel, exploring new ranges of Mn and C", Metal. Mater. Trans. A 44 (2013) 4015-4019.
- [51] Handbook. ASM International: "Casting: Foundry equipment and processing", Vol. 15, Formely ninth edition, 2001, p. 368-374.
- [52] R.P. Ferrando, S.S. Caballero, M.A. Sellés-Amoros: "Nuevos aceros TWIP/TRIP en los automóviles del futuro", Universidad Politécnica de Valencia, España, p. 9.
- [53] E.J. Abed: "The influence of different casting methods on solidification time and mechanical properties of Al-Sn castings", Inter. J. Eng. Technol. IJET-IJENS 11 (2011) 34-44.
- [54] S. Hurts: "Metal casting", Intermediate Technology Publications, 1996, p. 45.
- [55] B. Cantor: "Solidification and casting", Series in Materials Science and Engineering, 2003, p. 15.
- [56] L.M. Hogan: "Dendritic solidification of crystals", Encyclopedia of Materials: Science and Technology, Elsevier Science Ltd. 2001, p. 1913.
- [57] S. Kalpakjian, S.R. Schmid: "Manufacturing processes for engineering materials", Prentice Hall, 4th edition, 2003, p. 238.
- [58] Z. Jivang: "Colour metallographic of cast iron", Serial report, Dalian University of Technology, China, 2009, pp. 255-267.
- [59] J.L. Enriquez, E. Tremps-Guerra, D. Fernandez-Segovia: "Monografía: Colada y solidificación del acero", Madrid, España, 2009: <http://www.scribd.com/doc/35326083/Monografia-Colada-y-solidificacion-del-acero>.
- [60] A. Ruíz-Aparicio: "Evolution of microstructure in Nb-bearing microalloyed steels produced by the compact strip production process", Master Dissertation Thesis, University of Pittsburgh, 2004. p. 21-53.
- [61] J.W. Christian, S. Mahajan: "Deformation twinning", Prog. Mater. Sci. 39 (1995) 1-157.
- [62] S. Curtze: "Characterization of the dynamic behavior and microstructure evolution of high strength sheet steels", Ph.D. Dissertation Thesis, Tampere University of Technology, 2009, p. 23.
- [63] B. Quin: "Crystallography of TWIP steel", Graduate Institute of Ferrous Technology Pohang, University of Science and Technology: [www.scribd.com/doc/.../Crystallography of TWIP-Steels](http://www.scribd.com/doc/.../Crystallography-of-TWIP-Steels).
- [64] H.K.D.H. Badeshia: "Lecture 9: Twins and martensite", Part IB Materials Science and Metallurgy, Course A, Metals and Alloys, pp. 1-6.
- [65] S. Suzuki, T. Yoshimura, E.P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, S. Sato: "Characteristic microstructure of polycrystalline Fe-Mn-C alloys deformed by tensile test", Procedia Eng. 10 (2011) 88-93.
- [66] World Auto-Steel: "Advanced high strength steels (AHSS) application guidelines", Version 3, International Iron and Steel Institute, Commite on Automotive Applications, p. 7.
- [67] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, Acta Mater. 59 (2011) 6449-6462.
- [68] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaeferrer, D. Raabe, Scripta Mater. 61 (2009) 737-740.
- [69] D.R. Steinmetz, T. Japel, B. Wietbrock, P. Eisenlohr, I. Gutierrez-Urrutia, A. Saeed-Akbari, T. Hickel, F. Roters, D. Raabe, Acta Mater. 61 (2013) 494-510.
- [70] X.H. Fang, P. Yang, F.Y. Lu, L. Meng, Int. J. Iron and Steel Res. 18 (2011) 46-52.



- [71] E.I. Poliak, N.S. Pottore, R.M. Skolly, W.P. Umlauf, J.C. Brannbacka: "Thermomechanical processing of advanced high strength steels in production hot strip rolling", *La metallurgia italiana*, Memoria: Lazorazioni plastiche. 2009, pp. 1-8.
- [72] H. VERGOTE, Proc. Int. Conf. TMP'2004, Liege (2004), Verlag Stahleisen GmbH, Dusseldorf, 2004, p. 9.
- [73] T. HELLER, B. ENGL, G. STICH, G. THIEMANN. Proc. Int. Conf. TMP'2000 London (2000), London (2000), p. 438.
- [74] T.H. Courtney, *Mechanical Behavior of Materials*. 2nd ed. 2000, McGraw-Hill, Boston, USA. p. 733.
- [75] R.W.K. Honeycombe: "The plastic deformation of metals", 1st ed., Edward Arnold Ltd. London, Great Britain, 1968, p. 475.
- [76] J.P. Hirth, J. Lothe: "Theory of Dislocations", Krieger Publishing Co 1992, ISBN-13: 9780894646171
- [77] D. Hull, D.J. Bacon: "Introduction to Dislocations", Butterworth-Heinemann 2001, 4th Ed., ISBN-13: 978 0750646819.
- [78] J.P. Hirth, Ed.: *Dislocations in Solids*. North-Holland 2008, vol. 14, 1st Ed., ISBN-13: 9780444531667.
- [79] T. Sakai and J.J. Jonas: Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations, *Acta Metall.* 32 (1984), p. 189.
- [80] J.J. Jonas, H.J. McQueen: "Recovery and recrystallization during high temperature deformation, Mise en forme de métaux et alliages, Chapter VII, Ed. CNRS Paris, 1976, p. 99-143.
- [81] F.J. Humphreys, M. Hatherly: "Recrystallization and related annealing phenomena", Ed. Elsevier, 2004, p. xxx.
- [82] O.J. Zapata-Hernández: "Simulación de la evolución microestructural de aceros al silicio durante su deformación en caliente", Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2012, p. 44-47.
- [83] G. Gottstein: *Physical Foundations of Materials Science*. Springer 2004, 1st Ed., ISBN-13: 9783540401391.
- [84] G. Varela-Castro: "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, p. 11-14.
- [85] D.J. Badiola: "Comportamiento mecánico y evolución microestructural por inversión de la deformación en caliente de aceros en fase austenítica", Tesis Doctoral, Universidad de Navarra, España, 2005, p. III-4.
- [86] B. Bay, N. Hansen, D.A. Hughes and D. Kuhlmann-Wilsdorf: Evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip, *Acta Metallurgica et Materialia* 1992 40(2), 205.
- [87] D.A. Hughes and N. Hansen: High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms, *Acta Materialia* 1997 45(9), 3871.
- [88] N. Hansen: New discoveries in deformed metals, *Metallurgical and Materials Transactions* 2001 32(12), 2917.
- [89] American Society for Metals (2010), *ASM Handbook, Volume 22A, Fundamentals of Modeling for Metals Processing*, ASM International.
- [90] J.J. Jonas: Dynamic recrystallization: scientific curiosity or industrial tool?, *Materials Science and Engineering A* 1994 184(2), 155.
- [91] P.R. Rios, F. Siciliano, H.R.Z. Sandim, R.L. Plaut and A.F. Padilha: Nucleation and growth during recrystallization, *Materials Research* 2005 8(3), 225.
- [92] F.J. Humphreys, *Mater. Sci. Forum*, 467-470 (2004) 107-116.



- [93] C.M. Sellars: "microstructure modeling in hot deformation", Thermo-Mechanical Processing in Theory, Modelling and Practice [TMP] exp. 2, Stockholm, Sweden, 1997, 35-51.
- [94] P. Wilson: "Recent developments in the study of recrystallization", Published by InTech, Rijeka, Croatia, 2013, p. 64.
- [95] R.L. Fleischer: "Substitutional solution hardening", Acta Metallurgica, 11 (1963) 203-209.
- [96] R.K. Amin, G. Butterworth, F.B. Pickering: "Hot working and forming process", Metals Society, London, p. 27.
- [97] R.W.K. Honeycombe, Metall. Trans. A 7 (1976) 915-x.
- [98] J.G. Speer, S.S. Hansen, Metall. Trans. A 20 (1989) 25-xx.
- [99] H. Nordberg, B. Aronsson, Journal of the Iron and Steel Institute, 206 (1968) 1263-xxx.
- [100] T. Gladman, Proc. Royal Society, 294 (1976) 298-xx.
- [101] A.B. LeBon, J. Rofes-Vernis, C. Rossard, Mem. Sci. Met. A 11 (1975) 411-xxx.
- [102] L.A. Leduc, C.M. Sellars, Proceedings of Thermo-mechanical Processing of Microalloyed Austenite, Eds. by A.J. DeArdo, G.A. Ratz and P.J. Wray, AIME, Pittsburgh, 1981, p. 641.
- [103] O. Kwon, A.J. DeArdo, Acta Metal. Mater. 39 (1991) 529-xxx.
- [104] J.N. Cordea, R.E. Hook, Metal. Trans. A 10 (1979) 111-xxx.
- [105] R.W.K. Honeycombe, K. Pethen, Journal of Less Common Metals, 28 (1972) 201-xxx.
- [106] L.D. Cuddy: "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, 1981, pp. 129-139.
- [107] J.J. Weiss, J.J. Jonas, "Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels", Metall. Trans. A 10 (1979) 831-840.
- [108] S. Yamamoto, C. Ouchi, T. Osuka, Proceedings of Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, Eds. by A.J. DeArdo, G.A. Ratz and P.J. Wray, Metallurgical Society of AIME, Pittsburgh, 1982, p. 613.
- [109] L.J. Cuddy, Proceedings of Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, Eds. by A.J. DeArdo, G.A. Ratz and P.J. Wray, Metallurgical Society of AIME, Pittsburgh, 1982, p. 129.
- [110] A. Adollah-Zadeh: "The investigation of deformation, recovery, recrystallization and precipitation in austenitic HSLA steel analogue alloys", Ph.D. Dissertation Thesis, University of Wollongong, Australia, 1996, p.82-87.
- [111] J.J. Jonas, I. Weiss, Metal Science, 13 (1979) 238-xxx.
- [112] J.P. Michel, J.J. Jonas, Acta Metallurgica, 29 (1981) 513-xxx.
- [113] A.E. Siamak: "Effect of a thermomechanical history on the hot ductility of a Nb-Ti microalloyed steel and a low carbon steel", Ph. Academic dissertation, Department of Mining and Metallurgical Engineering, McGill University, Montreal, Canada, 2000, p. 9-13.
- [114] J. Calvo, O. España, J. M. Cabrera, J. M. Prado, R. D. Morales: "Ductilidad y mecanismos de fractura en caliente de un acero de medio carbono", Anales de Mecánica de la Fractura, Vol. 20, 2003, pp. 267-272.
- [115] B. Bottger, S. Stratemeier, E. Subasic, K. Gohler, I. Steinbach, D. Senk: "Modelling of hot ductility during solidification of steel grades in continuous casting-Part II", Advanced Engineering Materials, Vol. 12, No. 3, 2010, pp. 101-109.
- [116] Z. Mohamed: "Hot ductility of directly cast steels with different carbon contents", Engineering Journal of University of Qatar, Vol. 8, 1995, pp. 167 – 181.
- [117] T. Revaux: "In situ solidified hot tensile and hot ductility of some plain carbon steels and microalloyed steels", ISIJ International, Vol. 34, No. 6, 1994, pp. 528 – 535.
- [118] B. Mintz: "Influence of dynamic recrystallization on the tensile ductility of steels in the temperature range 700 – 1150 °C", ISIJ International, Vol. 32, 1992, No. 2, pp. 241 – 249.



- [119] A. Darsouni: "Hot ductility of a microalloyed steel in the intermediate temperature range", Colloque C7, Supplément au Journal de Physique III, Vol. 5, 1995, pp. 347-353.
- [120] K. Carpenter: "The influence of microalloyed elements on the hot ductility of this slab cast steel", Thesis Ph. Doctor, Department of Materials Engineering, The University of Wollongong, 2004, p. 45.
- [121] L. H. Chown: "Investigation of hot ductility in Al-killed boron steel", Materials Science and Engineering A 494, Issues 1-2, 2008, pp. 263-275.
- [122] M. Vadani: "Hot ductility of microalloyed steels", La metallurgia Italiana, 2008, pp. 19 – 24.
- [123] M. Vedani: "Characterization of grain-boundary precipitates after hot-ductility test of microalloyed steels", ISIJ International, Vol. 49, No. 3, 2009, pp. 446 – 452.
- [124] U. H. Lee: "Assessment of hot ductility with various thermal histories as an alternative method of in situ solidification", ISIJ International, Vol. 50, No. 4, 2010, pp. 540 – 545.
- [125] K. C. Cho: "Effect of thermal cycle and nitrogen content on the hot ductility of boron-bearing steel", ISIJ International, Vol. 50, No. 6, 2010, pp. 839 – 846.
- [126] F. Tenouvik: "Hot ductility of austenite stainless steel with a solidification structure", Materiali in Technologije, Vol. 40, No. 4, 2006, pp. 129-137.
- [127] B. Mintz: "Influence of silicon, aluminum, phosphorus and boron on hot ductility of Transformation Induced Plasticity assisted steels", Materials Science and Technology, Vol. 19, 2003, pp. 1721 – 1726.
- [128] B. Mintz, D. N. Crowther: "Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking in continuous casting", International Materials Reviews, Institute of Materials, Minerals and Mining and ASM International, Vol. 55, No. 3, 2010, pp. 168-196.
- [129] H. Matsouka: "Influence of Cu and Sn on hot ductility of steels with various C contents", ISIJ International, Vol. 37, No. 3, 1997, pp. 255 – 262.
- [130] J. Calvo: "Evaluation of the hot ductility of a C-Mn steel produced from scrap recycling", ISIJ International, Vol. 47, No. 10, 2007, pp. 1518 – 1526.
- [131] (2012) Svenskt Stål AB. [Online]. <http://www.ssab.com/>
- [132] W.T. Lankford: Some considerations of strength and ductility in continuous-casting process Metallurgical Transactions, 3 (1972) 1331.
- [133] T. Revaux, P. Deprez, J. Bricout, J. Oudin, "In situ solidified hot tensile test and hot ductility of some plain carbon steels and microalloyed steels," ISIJ International, 34 (1994) 528-535.
- [134] D.N. Crowther: "The effects of microalloying elements on cracking during continuous casting", en: <http://vanitec.org/wp-content/uploads/2011/09/The-Effects-of-Microalloying-Elements-on-Cracking-During-Continuous-Casting.pdf>
- [135] B. Mintz, S. Yue and J.J. Jonas: Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking during continuous casting, International Materials Reviews, 36 (1991) 187-217.
- [136] B. Mintz and R. Abushosha: Effectiveness of hot tensile test in simulating straightening in continuous casting, Materials Science and Technology, 8 (1992) 171.
- [137] B. Mintz and S. Yue: The hot tensile test for assessing the likelihood of transverse cracking during continuous casting of steel, Continuous Casting. Transverse Cracking in Continuously Cast Products, 8 (1997) 233.
- [138] E.T. Turkdogan: "Causes and effects of nitride and carbonitrides precipitation in HSLA steels in relation to continuous casting, AIME Steelmaking Conference Proceedings, 1987, pp. 399-416.
- [139] A. Dimatteo, G. Lovicu, M. DeSanctis, R. Valentini: "Effect of temperatura and microstructure on hot ductility properties of a boron steel", Proceedings of crack paths, Gaeta, Italy, CP 2012, pp. 1131-1138.



- [140] N. Saeed, N. Ghali, S. El-Faramawy, M.E. Mamdoh: "Influence of boron additions on mechanical properties of carbon steel", *J. Minerals and Mater. Charac. And Eng.* 11 (2012) 995-999.
- [141] L.E. Zepeda, J.M. Rodriguez-Ibabe, J.J. Urcola, M. Fuentes: "Influence of dynamic recrystallization on hot ductility of aluminium killed mild-steel, *Mater. Sci. Technol.* 5 (1989) 1191-1199.
- [142] P. D. Nicolaou, S. L. Semiatin: "An analysis of the effect of continuous nucleation and coalescence on cavitation during hot tension testing", *Acta Mater.* 48 (2000) 3441-3450.
- [143] P. D. Nicolaou, S. L. Semiatin: "A theoretical investigation of the effect of material properties and cavity architecture/shape on ductile failure during the hot tension test", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29 (1998) 2621-2630.
- [144] P. D. Nicolaou, S. L. Semiatin: "Modeling the effect of cavity shape on cavitation behavior during hot working", *Acta Mater.* 48 (2003) 345-349.
- [145] Hurtado, P. Garnica, A. López: "Uso del parámetro de redondez para evaluar la cavitación intergranular en un acero de bajo carbono microaleado con niobio deformado isotérmicamente", *Información Tecnológica*, Vol. 6, No. 4, 2005, pp. 45-51, versión en línea: http://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-0764200.
- [146] Elastic/Plastic deformation. NDT Resource Center: <http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Structure/deformation.htm>
- [147] O. León-García: "Micromechanisms of failure under static loading in sheet metals for automotive applications", Ph.D. Dissertation Thesis, Delft University of Technology, Netherlands, 2013, p. 9-22.
- [148] E. Hurtado-Delgado: "Ductilidad en caliente de los aceros microaleados y su influencia en los procesos de colada continua", Tesis Doctoral, Instituto Politécnico Nacional, México, 2001, p. 22-29, 70-91.
- [149] V.J. Colangelo, F.A. Heiser: "Analysis of Metallurgical Failures", 2nd ed., p. 294, John Wiley and Sons, Inc., 1987. (Orig. source: P. Thornton, *J. Mater. Sci.* 6 (1971) 347-56).
- [150] N. González Cia: "Evolución del estado macroscópico, microestructural y cristalográfico durante el conformado en caliente de aceros resulfurados", Tesis Doctoral, Universidad de Navarra, España, 2013, p. xxx.
- [151] D. Rittel, I. Roman: "Tensile fracture of coarse-grained cast austenitic manganese steels", *Metallurgical Transactions A*, 19 (1988) 2269-2277.
- [152] M.N. Shabrov, E. Sylven, S. Kim, D. H. Sherman, L. Chuzhoy, C. L. Briant, A. Needleman: "Void Nucleation by Inclusion Cracking", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35 (2004) 1745-1755.
- [153] M.C. Revilla-Gómez: "Influencia de los parámetros microestructurales en la evolución del daño durante el conformado en caliente de aceros resulfurados", Tesis Doctoral, Universidad de Navarra, España, 2008, p. 58.
- [154] C. Ruggieri: "Numerical investigation of constraint effects on ductile fracture in tensile specimens", *HJ. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng.* 26 (2004) xxx-xxx.
- [155] J.L. Arana, J.J. González: "Mecánica de la fractura", Servicio editorial del país Vasco, ISBN: 84-8373-455-9.
- [156] F. Zarandi, S. Yue: "Failure mode analysis and a mechanism for hot-ductility improvement in the Nb-microalloyed steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35 (2004) 3823-3832.
- [157] F. Zarandi, S. Yue: "The effect of Boron on hot ductility of Nb-microalloyed steels" *ISIJ International*, 46 (2006) 591-598.
- [158] S.H. Wang, Z.Y. Zhang, G.D. Wang, J.L. Liu, G.F. Liang: "Microstructure and mechanical properties of strip in Fe-23Mn3Si-3Al TWIP steel by twin roll casting", *ISIJ International*, 49 (2009) 1340-1346.



- [159] V.H. Brocado-Guerrero: "Análisis de textura de aceros laminados", Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2013, p. 48.
- [160] V. Randle, O. Engler: "Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping", CRC Press LLC, EUA, 2000, p. 388.
- [161] A. Haldar, S. Suwas, D. Bhattacharjee, Proceedings of the International Conference on Microstructure and Texture in Steels and Other Materials, Springer, 2008.
- [162] L. Kestens, R. Petrov: "Lessons on Introduction to Quantitative Texture Analysis", Universidad de Gante, Bélgica, 2007, p. 16.
- [163] V.M. Segal: "Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation", Mater. Sci. Eng. A 271 (1999) 322-333.
- [164] O.F. Higuera-Cobos: "Relación microestructura y propiedades de cobre sometido a deformación plástica severa mediante presión en canal angular de sección constante", Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Catalunya, España, 2013, p. 152-153.
- [165] M.M. Pariona, A.C. Mossi: "Numerical simulation of heat transfer during the solidification of pure iron in sand and mullite molds", J. of the Braz. Soc. of Mech. Sci. & Eng., Vol. XXVII (2005) 399-406.
- [167] ANSYS® Release 11.0 Documentation, Tutorials: "Solidification of a casting": http://www.kxcdn.net/ansys/ANSYS/ansyshelp/thermal_cast.html#html.pr.
- [168] ASTM, ASTM E 21-92, Standard Test Methods for Elevated Tension Tests of Metallic Materials, Vol. 3.01, Sec. 3, 2001.
- [169] ASTM International: ASTM E8/E8M-09: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2009. doi: 10.1520/E0008_E0008M-09.
- [171] U. F. Kocks, C. N. Tomé and H. -R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge University Press (1998).
- [172] D.J. Dingley, V. Randle: "Microtexture determination by electron backscatter diffraction", J. of Mat. Sci. 27 (1992) 4545-4566.
- [173] B.L. Adams, S.J. Wright, K. Kunze: "Orientation imaging: the emergence of a new microscopy", Metall. Trans. A 24 (1993) 819-831.
- [174] J.E. Bailey, P.B. Hirsch, in: Proc. P. Soc. A, 267 (1962), London, p. 11.
- [175] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaefferer, D. Raabe, Scripta Materialia 61 (2009) 737-740.
- [176] D. Stojakovic: "Electron backscatter diffraction in materials characterization", Processing and application of ceramics, 6 (2012) pp. 1-13.
- [177] D.B. Williams, C.B. Carter: "Transmission electron microscopy: a textbook for materials science", Chapter 10: Specimen preparation, Ed. Springer, 2009, p. 185.
- [178] Catalog XIII A: Electron Microscopy Sciences, A galaxy of products for microscopy and histology, p. 416.
- [179] G. Fehérvári: "Calculation of solidification during continuous casting and its experimental verification", Materials Science Forum, Vols. 473-474, 2005, pp. 329-334.
- [180] R.G. Santos, J.L. Peralta, M.D. C. Sobral, S.R. Andrade, P.R. Mei: "Microstructure formation in thin slab casting", International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies, Universidad Carlos III, Madrid, España, 2001, p. 1-7
- [181] B. Chalmers: "Principles of solidification", John Wiley & Sons, Inc., USA, 1964, p. 117-183.
- [182] Z. Jiyang: "Colour Metallography of Cast Iron", Fellow of Institute of Cast Metal Engineers, UK (Dalian University of Technology, China), 2009, pp. 255-267.
- [183] M.E. Gliksmán: "Principles of solidification: An introduction to modern casting and crystal growth concepts", Materials Science and Engineering Department, University of Florida, Springer, 2011, p. 305-395.



- [184] J. Zhang, H. Di, K. Mao, X. Wang, Z. Han, T. Ma: "Processing maps for hot deformation of a high-Mn TWIP steel: A comparative study of various criteria based on dynamic materials model", *Mater. Sci. Eng. A* 587 (2013) 110-122.
- [185] D. Chandrasekaran, Ph.D. Dissertation Thesis, Royal Institute of Technology, Sweden, 2003.
- [186] F. Reyes-Calderon, I. Mejía, A. boulaajaj, J.M. Cabrera: "Effect of microalloying elements (Nb, V and Ti) on the hot flow behavior of high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel", *Mater. Sci. Eng. A* 560 (2013) 552-560.
- [187] B. Mintz, *Mater. Sci. Technol.* 12 (1996) 132-136.
- [188] F. Reyes-Calderón: "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.
- [189] N. Hansen, B. Bay, *Acta Metall.* 29 (1981) 65-77.
- [190] R.D. Doherty, J.W. Martin, *Trans. Am. Soc. Met.* 57 (1964) 874-884.
- [191] B. Mintz, R. Abushosha, J.J. Jonas, Influence of dynamic recrystallization on the tensile ductility of steels in the temperature range 700 to 1115°C, *ISIJ Int.*, 32, (1992), 241-49.
- [192] L. Bäcke: "Modelling the microstructural evolution during hot deformation of microalloyed steels", Ph.D. Dissertation Thesis, University of Lulea, Sweden, 2009.
- [193] J. Ruete-Ibarrola: "Hot deformation of a microalloyed steel", Universidad Pública de Navarra, España, 2012.
- [194] B.V. Petukhov: "Effect of solid-solution softening of crystalline materials: review", *Crystallography reports*, 52 (2007) 113-124.
- [195] J.F. Chávez-Alcalá, *ISIJ Int.* 41 (2001) 1532-1540.
- [196] R. Radis, E. Kozeschnik: "Kinetics of AlN precipitation in microalloyed steel", *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 18 (2010) pp. 1-16.
- [197] T. Gladman, F.B. Pickering, *J. Iron and Steel Inst.* 205 (1967) 653-664.
- [198] K.J. Irvine, F.B. Pickering, T. Gladman, *J. Iron and Steel Inst.* 205 (1967) 161-182.
- [199] R. Abushosha, S. Ayyad, B. Mintz, *Mater. Sci. Technol.* 14 (1998) 346-351.
- [200] L. Erasmus, *J. Iron and Steel Inst.* 202 (1964) 32-41.
- [201] V. Massardier, V. Guétaz, J. Merlin, M. Solar, *Mater. Sci. Forum*, 426-432 (2003) 1267-1292.
- [202] F.G. Wilson, T. Gladman, *Inter. Mater. Rev.* 33 (1998) 221-286.
- [203] X. Kim: "Multiphase particle-size grouping model of precipitation and its application to thermal processing of microalloyed steel", Ph.D. Dissertation Thesis, University of Illinois, 2012. p. 138.
- [204] B.G. Thomas, J.K. Brimacombe, I.V. Samarasekera: "The formation of panel cracking in steel ingots: a state of the art review", *ISS Transactions*, 7 (1986) 7-20.
- [205] E.S. Szekeres: "A review of strand casting factors affecting transverse cracking", *Proceedings of 6th International Conference on clean steel*, Balatonfüred, Hungary, 2002, pp. 324-338.
- [206] H. Mae, X.Teng, Y.Bai, T.Wierzbicki, *Int. J. Solids Struct.* 45 (2008) 1430-1444.
- [207] J. Kliber: "Metallography exploration of TWIP steels", *Metal* 5 (2012), Rep. Checa, p. 23.
- [208] J. Calvo: "Efecto de los elementos residuales e impurezas en la ductilidad y mecanismos de fragilización en caliente de un acero de construcción 0.23C-0.9Mn-0.13Si", Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Catalunya, España, 2006, p. 81-93.
- [209] Higuera-Cobos, Moreno-Tellez, Suárez-Tovar: "Evolución microestructural del acero austenítico al Mn sometido a tratamiento térmico de temple y revenido", *Revista de Ingenierías*, Universidad de Medellín, 2010.
- [210] D.N. Crowther, B. Mintz, *Materials Science and Technology*, 2 (1986) 1099-1105.
- [211] J. Calvo, J. M. Cabrera, J. M. Prado: "Ductilidad en caliente y mecanismos de fractura de un acero de construcción", *Revista de Metalurgia*, Vol. 42, No. 1, 2006, p.p. 11-17.



- [212] W. T. Nachtrab, Y. T. Chou: "High temperature ductility loss in carbon-manganese and niobium-treated steels", *Metallurgical Transactions A*, No. 17, 1986, pp. 1995-2006.
- [213] J. Calvo, J. M. Cabrera, J. M. Prado: "Fracture mechanisms and ductility at high temperatures of a carbon steel", <http://www.icf11.com/proceeding/EXTENDED/5522.pdf>
- [214] J.K. Brimacombe: "The challenge of quality in continuous casting processes", *Metallurgical and Materials Transactions B*, No. 30, 1999, pp. 553-566.
- [215] W. T. Lankford: "Some considerations of strength and ductility in continuous-casting process", *Metallurgical Transactions A*, No. 3, 1972, pp. 1331-1357.
- [216] E. Hurtado, P. Garnica, A. López: "Uso del parámetro de redondez para evaluar la cavitación intergranular en un acero de bajo carbono microaleado con niobio deformado isotérmicamente", *Información Tecnológica*, Vol. 6, No. 4, 2005, pp. 45-51, versión en línea: http://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-0764200
- [217] H.C. Chang, N.J. Grant: "Mechanism of intercrystalline fracture", *AIME Transactions*, Vol. 206, 1956, pp. 544-550.
- [218] H. Qiu, H. Mori, M. Enoki, T. Kishi: "Evaluation of ductile fracture of structural steels by microvoid model", *ISIJ International*, Vol. 39, No. 4, 1999, pp. 358-364.
- [219] J.L.G. Velazquez: "Metalurgia Mecánica", Ed. Limusa, 1999, p. 50.
- [220] E. Hurtado-Delgado, R.D. Morales: "Hot ductility and fracture mechanisms of a C-Mn-Nb-Al steel", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 32 B, 2001, pp. 919-927.
- [221] H. Riedel: "Fracture at high temperatures", Springer-Verlag Publishing, Dusseldorf, Germany, p. 67-84.
- [222] A.K. Ghosh, D.H. Bae, S.L. Semiatin: "Modeling of cavity initiation and early growth during superplastic and hot deformation", in Furrer and S.L. Semiatin eds., *Fundamental of Modeling for Metals Processing*, ASM Metals Handbook, Vol. 22A, ASM International, 2009, p. 339-345.
- [223] C. Yoon-Suk, K. Sung-Joon, P. Ik-Min, K. Kwang-Woo, Y. In-Suk: "Boron distribution in a low-alloy steel", *Metals and Materials*, Vol. 3, 1997, pp. 118-124.
- [224] T.R. Anthony: "Solute segregation in vacancy gradients generated by sintering and temperature Changes", *Acta Metall.*, vol. 17, 1969, p. 603.
- [225] M.K. Miller, P.J. Pareige, K.F. Russell: "Seeing and Catching Atoms", An Oak Ridge National Laboratory Report, TN, 2001.
- [226] M.T. Perrot-Simonetta, A. Kobylanski: "Influence of trace elements on hot ductility of an ultra high purity invar alloy", *J. Phys. IV*, 5 (1995) C7-323-C7-334.
- [227] F.H. Samuel, S. Yue, J.J. Jonas, K.R. Barnes, *ISIJ Int.* 30 (1990) 216-225.
- [228] I. Salvatori, T. Inoue, K. Nagai, *ISIJ Int.* 42 (2002) 744-750.
- [229] H. Mirzadeh, J.M. Cabrera, A. Najafizadeh, P.R. Calvillo: "EBSD study of a hot deformed austenitic stainless steel", *Mater. Sci. Eng. A* 538 (2012) 236-245.
- [230] S. Mitsche, P. Poelt, C. Sommitsch, *J. Microsc.* 227 (2007) 267-274.
- [231] A.E. Salas-Reyes, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, A. Boulaajaj, J. Calvo, J.M. Cabrera: "Hot ductility behavior of high-Mn austenitic Fe-22Mn-1.5Al-1.5Si-0.45C TWIP steels microalloyed with Ti and V", *Mater. Sci. Eng. A* 611 (2014) 77-89.
- [232] Baker, E.M. Schulson: "The Effect of boron on the chemistry of grain boundaries in stoichiometric Ni3Al", *Philosophical Magazine*, 57, (3), (1988), pp. 379-385.
- [233] E.M. Schulson, T. P. Weihs, I. Baker, H.J. Frost, J.A. Horton: "Grain boundary accommodation of slip in Ni3Al containing boron", *Acta Metall.* 34, (7), (1986), pp. 1395-1399.
- [234] E.M. Schulson, T.P. Weihs, D.V. Viens, I. Baker, Discussion of "the role of boron in ductilizing Ni3Al", *Acta Metall.*, 33, (1985), p. 1587.
- [235] I. Mejía, G. Altamirano, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* 610 (2014) 116-125.



- [236] B.V. Petukhov, *Crystallogr. Rep.* 52 (2007) 113–124.
- [237] H.L. Andrade, M.G. Akben, J.J. Jonas, *Metall. Mater. Trans. A* 14 (1983) 1967–1977.
- [238] F.B. Pickering, *Physical Metallurgy and the Design of Steels*, Applied Science Publishers, London, 1978.
- [239] S.H. Cho, K.B. Kang, J.J. Jonas, *ISIJ Int.* 41 (2001) 766–773.
- [240] F. Siciliano, J.J. Jonas, *Metall. Mater. Trans. A* 31 (2000) 511–530.
- [241] S.F. Medina, J.E. Mancilla, *ISIJ Int.* 36 (1996) 1063–1069.
- [242] D. Hull, J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, Butterworth–Heinemann, Oxford, 2007.
- [243] G.R. Razavi, M.S. Rizi, H.M. Zadeh, *Mater. Technol.* 47 (2013) 611–614.
- [244] N.D. Ryan, H.J. McQueen, E. Evangelista, *Mater. Sci. Eng. A* 81 (1986) 259–272.
- [245] H.J. McQueen, N. Jin, N.D. Ryan, *Mater. Sci. Eng. A* 190 (1995) 43–53.
- [246] H. Luo, P. Zhao, *Ironmak. Steelmak.* 28 (2001) 439–443.
- [247] V. Lazic, D. Milosavljevic, S. Aleksandrovic, P. Marinkovic, G. Dogdanovic,
- [248] B. Nedeljkovic, *Tribol. Ind.* 32 (2010) 11–20.
- [249] H. Mohrbacher, *J. Iron Steel Res. Int.* 18 (2011) 785–791.
- [250] B. Bacroix, Ph.D. thesis, McGill University, Montreal, Canada, 1982.
- [251] A.P. Coldren, G.T. Ellis, *J. Met.* 32 (1980) 41.
- [252] M. Assefopu-Dezfully, B.A. Hugaas, A. Brownrigg, *Mater. Sci. Technol.* 6 (1990) 1210–1214.
- [253] H. Wada, R.D. Pehlke, *Metall. Trans. B* 16 (1985) 815–822.
- [254] B. Pareda, A.I. Fernández, B. López, J.M. Rodríguez-Ibabe, *ISIJ Int.* 47 (2007) 860–868.
- [255] F. Tehovnik, D.S. Petrovic, F. Vode, J. Burja, *Mater. Technol.* 46 (2012) 649–655.
- [256] I. Mejía, A.E. Salas-Reyes, A. Bedolla-Jacuinde, J. Calvo, J.M. Cabrera: “Effect of Nb and Mo on the hot ductility behavior of high-manganese austenitic Fe-21Mn-1.3Al-1.5Si-0.5C TWIP steel”, *Mater. Sci. Eng. A* 616 (2014) 229–239.
- [257] H. Yan. “Influence of shear bonding on the formation of brass-type textures in polycrystalline fcc metals with low SFE”, *J. Mater. Sci. Technol.* 30 (2014) 408–416.
- [258] A.A. Saleh: “Microstructure and texture evolution in a twinning-induced plasticity steel during uniaxial tension”, Research online, 2013.
- [259] R.H. Re, Abbaschian R. *Physical metallurgy principles*. Boston: PWS-Kent, 1992.
- [260] J.G. Jung, J.S. Park, J. Kim, Y.K. Lee: “Carbide precipitation kinetics in austenite of a Nb-Ti-V microalloyed steel”, *Mater. Sci. Eng. A* 528 (2011) 5529–5535.
- [261] S.S. Hansen, J.B. Vander Sande, M. Cohen, *Metall. Trans. A* 11 (1980) 387–402.
- [262] O. Kwon, A.J. DeArdo, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 529–538.
- [263] R.D.K. Misra, T.V. Balasubramanian, P. Rama Rao, *J. Mater. Sci.* 6 (1987) p. 125.
- [264] C. Ouchi, K. Matsumoto, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.* 22 (1982) 181–189.
- [265] Y. Maehara, Y. Ohmori, *Mater. Sci. Eng. A* 62 (1984) 109–119.
- [266] Z. Mohamed, *Mater. Sci. Eng. A* 326 (2002) 255–260.
- [267] R. Perez, A. Garcia, J.A. Juarez, On the structural characteristics of precipitates in boron microalloyed steels, *Scr. Metall. Mater.*, 28, (1993), pp. 931–936.
- [268] J.A. Juarez-Islas, R. Perez, J.L. Albarran, O. Flores, L. Martinez, SEM and HREM characterization of precipitation in a boron microalloyed steel, *Materials Letters*, 28, (1994), pp. 197–202.
- [269] G. Henry, Ph. Maitrepierre, B. Michaut, B. Thomas, Cinétique et morphologie de la précipitation intergranulaire de borocarbures M23(B,C)6 dans les aciers, *Journal de Physique*, 36, (1975), pp. 245–261.
- [270] G. Henry, J. Philibert, *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 67, (1970), pp. 233–251.
- [271] K. Yamamoto, H. G. Suzuki, Y. Oona, N. Nodec and T. Inoue: Formation mechanism and prevention of facial cracks of continuously cast steel slabs containing boron’, *Tetsu-to- Hagane*, 1987, 73, (1), 111–122.



- [272] M. Lagerquist and R. Lagneborg: 'The influence of boron on the creep properties of austenitic stainless steel', *Scand. J. Metall.*, 1972, 1, 81–86.
- [273] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* 480 (2008) 49-55.
- [274] X.M. Wang, X.L. He, *ISIJ Int.* 42 (2002) (Suppl.) S38-S46.
- [275] E.M. Schulson, T.P. Weihs, D.V. Viens, I. Baker, *Acta Metall.* 33 (1985) 1587-1591.
- [276] L.Q. Chen, Z.C. Qiu, C.Y. Wang, T. Yu. *Alloys Compd.* 428 (2007) 49-53.
- [277] M. Lagerquist, R. Langenborg, *Scand. J. Metall.* 1 (1972) 81-89.
- [278] E.D. Hondros, M.P. Seah, *Int. Met. Rev.* 22 (1977) 262-301.
- [279] C. Scott, P. Cugy, in: *Proceedings of the International Symposium on Auto-mobile Steel, 2009*, pp. 211–221.
- [280] F. errard, C. Scott, *ISIJ Int.* 47 (2007) 1168–1177.
- [281] H.W. Yen, M. Huang, C.P. Scott, J.R. Yang: "Interactions between deformation-induced defects and carbides in a vanadium-containing TWIP steel", *Manuscript for Scripta Materialia*, 2012.
- [282] P. Villars, *Pearson's Handbook: Crystallographic Data for Intermetallic Phases*, ASM International, Material Park, OH, 1997.
- [283] C.P. Scott, D. Milbourn, M. Huang, F. Perrad: "Opportunities for vanadium in AHSS for the automotive sector", *Proceedings of the 2nd Internatinal Symposium on Automobile Steel, 2012*, pp. 94-99.
- [284] C.P. Scott, B. Remy, J.L. Collet, A. Cael, C. Bao, F. Danoix, B. Malard, C. Curfs: "Precipitation strengthening in high manganese austenitic TWIP steels", *Int. J. Mat. Res.* 102 (2011) 538-549.
- [285] A. Grajcar, W. Borek, *Arch. Civil Mech. Eng.* 8 (2008) 29–38.



Anexos A.

Publicaciones científicas.

En revistas indexadas.

A.E. Salas-Reyes, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, A. Boulaaja, J. Calvo, J.M. Cabrera: "Hot ductility behavior of high-Mn austenitic Fe-22Mn-1.5Al-1.5Si-0.45C TWIP steels microalloyed with Ti and V", *Materials Science and Engineering A* 611 (2014) 77-89.

I. Mejía, A.E. Salas-Reyes, A. Bedolla-Jacuinde, J. Calvo, J.M. Cabrera: "Effect of Nb and Mo on the hot ductility behavior of a high-manganese austenitic Fe-21Mn-1.3Al-1.5Si-0.5C TWIP steel", *Materials Science and Engineering A* 616 (2014) 229-239.

Presentación en congresos.

A.E. Salas-Reyes, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, J. Calvo, J.M. Cabrera: "Effect of microalloying elements (Ti, V and Nb) on the hot ductility behavior of high-Mn austenitic Fe-22Mn-1.5Al-1.5Si-0.45C TWIP steel", 25th AeroMat Conference and Exposition, Orlando, USA, June 2014.

A.E. Salas-Reyes, I. Mejía, J.M. Cabrera: "Microstructure and crystallographic texture development of microalloyed twinning induced plasticity (TWIP) steels under uniaxial hot-tensile conditions", International Materials Research Congress, Cancún, Mexico, August 2014.



Hot ductility behavior of high-Mn austenitic Fe–22Mn–1.5Al–1.5Si–0.45C TWIP steels microalloyed with Ti and V



A.E. Salas-Reyes^a, I. Mejía^{a,*}, A. Bedolla-Jacuinte^a, A. Boulaajaj^{b,c}, J. Calvo^{b,c}, J.M. Cabrera^{b,c}

^a Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "U-5", Ciudad Universitaria, 58030 Morelia, Michoacán, México

^b Departament de Ciència dels Materials (Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, Spain

^c Institut CTM Centre Tecnològic, Plaça de la Glòria, 2, 08243 Masnou, Spain

ARTICLE INFO

Article history:

Received 24 February 2014

Received in revised form

26 May 2014

Accepted 26 May 2014

Available online 4 June 2014

Keywords:

High-Mn austenitic TWIP steel

Ti and V microalloying elements

Hot ductility

Hot cracking

Dynamic recrystallization (DRX)

ABSTRACT

This research work studies the influence of microalloying elements (Ti and V) and the solidification route on the hot ductility behavior of high-manganese TWIP steels. Uniaxial hot tensile tests in the temperature range of 700–1100 °C under a constant strain rate of 10^{-3} s^{-1} were carried out. Hot ductility as a function of reduction of area (RA) showed a significant improvement in the V-microalloyed TWIP steel, when compared to a non-microalloyed TWIP steel with a similar composition, in the intermediate temperature range of 800–900 °C. The highest value of 86% RA is attributed to the onset of dynamic recrystallization (DRX) near to the fracture tip. On the other hand, Ti addition to TWIP steel did not exhibit any improvement on the hot ductility, resulting in the worst hot ductility behavior, with a maximum value of 34% RA. The TWIP steels solidified in metallic ingot molds (MM) showed higher peak stress (σ_p) and ductility values than the sand mold (SM) cast ingots at low and intermediate temperatures, respectively, which is associated with the finer microstructure generated during solidification. Grain boundary sliding was recognized as the failure mechanism associated with second-phase particles precipitated at the grain boundaries, which play the role of nucleation and propagation sites of void-cracks.

© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

During the last decade, high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steels have been the object of intense worldwide scientific activity [1], because these new kind of advanced steels combine exceptional properties of strength and ductility, which are particularly promising [2]. TWIP steels have been widely considered for many industrial applications, particularly in the automotive sector, high speed-trains and building industries [3,4].

The hot working behavior of high-Mn TWIP steels is of primary importance to assess manufacturing routes, consisting of different steps of hot forming and cooling until room temperature. However, their hot work hardening and microstructural evolution controlled by thermal activated processes have not drawn much attention compared to their cold-working behavior [5]. The development of a new technology for the production of high-Mn austenitic TWIP steels requires knowledge about their behavior

during solidification and hot plastic deformation [6]. Thus, grain growth and grain size control during solidification process is not only of intrinsic interest but also has a great technological significance. For metallic alloys the solidification involves the formation of crystals with a preferred growth direction due to heat flux from the system to the surroundings, where most of the casting processes result in a dendritic morphology [7]. In this way, the properties of metals and alloys are highly influenced by their microstructure, which can be modified by alloying/microalloying elements, heat treatment or plastic deformation. Accordingly with metal forming processes, in a microstructure with fine grains the dislocations can move only a short distance before encountering an obstacle, i.e. grain boundary. Therefore, a metal is stronger when it has finer grain microstructure [8]. It is well known [9,10] that temperature (T), strain (ϵ) and strain rate ($\dot{\epsilon}$) are some of the most important parameters on determining the hot deformation behavior of metals and alloys, particularly in austenitic steels [11]. The hot deformation properties of austenitic alloys are mainly determined by the stacking fault energy (SFE). A high SFE facilitates dislocation cross-slip, which in turn promotes dynamic recovery (DRV) during hot deformation. The DRV process brings about high ductility and low deformation stresses during hot

* Corresponding author. Tel.: +52 443 322 3500/4034.

fax: +52 443 322 3500/4010.

E-mail addresses: mejia@umich.mx, I.mejia.garcia@upm.edu (I. Mejía).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.05.072>

0921-5093/© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.



Effect of Nb and Mo on the hot ductility behavior of a high-manganese austenitic Fe–21Mn–1.3Al–1.5Si–0.5C TWIP steel



I. Mejía^{a,*}, A.E. Salas-Reyes^a, A. Bedolla-Jacuinte^a, J. Calvo^{b,c}, J.M. Cabrera^{b,c}

^a Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "11-S", Ciudad Universitaria, 58056 Morelia, Michoacán, México

^b Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ITSEIB – Universidad Politécnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, Spain

^c Fundació CTM Centre Tecnològic, Plaça de la Glòria, 2, 08243 Maresme, Spain

ARTICLE INFO

Article history:

Received 16 June 2014

Received in revised form

30 July 2014

Accepted 11 August 2014

Available online 19 August 2014

Keywords:

High-manganese austenitic TWIP steel

Nb and Mo microalloying elements

Hot ductility

Dynamic recrystallization (DRX)

ABSTRACT

This research work studies the influence of single microalloying elements (Nb and Mo) and the solidification route on the hot ductility behavior of a high-manganese austenitic Twinning Induced Plasticity (TWIP) steel. For this purpose uniaxial hot tensile tests in the temperature range of 700–1100 °C under a constant true strain rate (10^{-3} s^{-1}) were carried out to evaluate the hot ductility as a function of reduction in area (RA). In general, results revealed a beneficial influence of Nb and Mo additions to TWIP steels on the hot ductility behavior, particularly in the intermediate temperature range of 800–900 °C, where the reduction of area (RA) value can be as high as 73%. The hot ductility behavior of the present TWIP steels is discussed in terms of solid-solution strengthening, solute drag phenomenon, dynamic recrystallization (DRX) and grain boundary precipitation. Ductile fracture type was recognized as the material failure surface containing many dimples in almost all the studied cases.

© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

High-manganese steels, characterized by strength-ductility products of 40,000–60,000 MPaK, have reached the stage of large-scale industrial testing. The present industrial focus is mainly on TWIP steels with the following compositional range: 15–25 Mn wt%, with 0–3 Al wt%, 0–3 Si wt% and 0.2–0.6 C wt% [1]. In the automotive industry, significant progress has been made concerning safety, fuel economy, resistance and comfort. For this purpose, a novel ultra high strength steel with TWIP effect has been developed, showing a good combination of strength and ductility [2]. High-manganese steels are typically austenitic steels, i.e., face-centered cubic (FCC) alloys. These kinds of steels exhibit different hardening mechanisms, such as transformation-induced plasticity (TRIP), twinning-induced plasticity (TWIP) or microband-induced plasticity (MBIP), which are strongly dependent on the stacking fault energy (SFE) [3]. The main explanations for the excellent balance between flow stresses and ductility of these alloys are an atypical dynamical strain ageing (DSA) mechanism and the occurrence of deformation mechanisms subsidiary to dislocation glide [3]. According to Gutierrez-Urrutia and Raabe [4] the superior combination of strength and ductility of TWIP

steels is due to the multiple-stage strain hardening behavior associated with dislocation substructure refinement and subsequent activation of deformation twinning, which leads to a steady increase of the strain hardening. At elevated temperatures twinning is reduced, however, the dislocation slip is always one of the dominating defects [5,6]. According to Steinmetz et al. [7] temperature clearly delays the onset of twinning by simultaneously decreasing the flow stress, increasing the rate of dislocation annihilation through climb and increasing the SFE, which in turn increases the critical stress needed to initiate deformation twinning. They also determined that at elevated temperatures the effective shear stress never reaches the critical twinning stress. This change influences directly the microstructure, texture, work hardening and mechanical properties [8]. The suitability of TWIP steels for existing manufacturing procedures used for other steel grades, including the subsequent continuous casting, rolling, pressing, and also their good weldability should rank among their advantages [9]. Since continuous casting followed by rolling in the finishing mills, is the most flexible process for massive steel grades production, it is important to determine the plastic deformation behavior of these TWIP steels under hot-working conditions, for their successful manufacturing. During the continuous casting operation, the steel is cast in a curved mold and at some stage the strand has to be straightened so that it can be transferred from the vertical to horizontal plane. The straightening operation puts the top surface and edges of the strand into tension, and cracking can occur. Steels generally show good hot ductility at higher and

* Corresponding author. Tel.: +52 443 322 3500/4034.

Tel.: +52 443 322 3500x4010.

E-mail addresses: mejia@umich.mx, I.mejia.gonzalez@gmail.com (I. Mejía).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.030>

0921-5093/© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2014

TO WHOM IT MAY CONCERN
P r e s e n t

This is to certify that *Antonio Enrique Salas Reyes, Ignacio Mejía Granados, José María Cabrera Marrero* presented the contribution: **MICROSTRUCTURE AND CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE DEVELOPMENT OF MICROALLOYED TWINNING INDUCED PLASTICITY (TWIP) STEELS UNDER UNIAXIAL HOT-TENSILE CONDITIONS**, in the Advanced Structural Materials Symposium at the XXIII International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 17th to 21th, 2014.

Sincerely,

Armando Salinas Rodríguez
President

S4A-P011