



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

**ESTUDIO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA EN CALIENTE DE
ACEROS AVANZADOS DE ULTRA-ALTA RESISTENCIA (A-
UHSS) MICROALEADOS CON BORO.**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

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

PRESENTA:

M.C GERARDO ALTAMIRANO GUERRERO.

ASESOR:

DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS.

ASESOR EXTERNO:

DR. JOSÉ MARÍA CABRERA MARRERO.

Morelia, Michoacán, México; Febrero de 2014.

Agradecimientos

A mis directores de tesis, Dr. Ignacio Mejía Granados y Dr. José María Cabrera Marrero, por su magistral dirección, confianza, paciencia, apoyo, motivación, enseñanza, disponibilidad y dedicación que siempre mostraron durante el desarrollo de este trabajo de investigación.

A los miembros de la mesa sinodal: Dr. Victor Hugo López Morelos, Dr. Rafael García Hernández, Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde, Dr. Pedro Garnica González y Dr. Francisco Reyes Calderón, por sus invaluable consejos, críticas, comentarios y sugerencias que enriquecieron este trabajo de tesis.

Al personal académico, técnico, amigos y compañeros del IIM-UMSNH que contribuyeron para que este trabajo alcanzara su meta final, en particular a Sayil López, Antonio Rodríguez y Francisco Solorio.

A mis compañeros y amigos del grupo de investigación del Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica de UPC y Fundació CTM Centre Tecnològic de Manresa, muy especialmente a Ana Hernández y Ahmed Boulaajaj por toda su disposición y ayuda en las pruebas experimentales.

INSTITUCIONES:

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico otorgado durante el estudio del doctorado.

*Al Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica de la **Universitat Politècnica de Catalunya (UPC)** y la **Fundació CTM Centre Tecnològic de Manresa**, en España, por todo el apoyo y asistencia técnica brindada durante la estancia de investigación doctoral.*

Índice general.

RESUMEN.....	IX
ABSTRACT.	XI
INTRODUCCIÓN.	1
HIPÓTESIS.	9
OBJETIVOS.....	10
JUSTIFICACIÓN.....	11
CAPÍTULO 1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	13
1.1 ACEROS AVANZADOS DE ALTA RESISTENCIA (AHSS).....	13
1.1.1 Definición y descripción general	13
1.1.2 Clasificación y denominación de los aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS).....	14
1.1.3 Propiedades y aplicaciones de los aceros A-UHSS.....	16
1.1.4 Efecto de los elementos de aleación en las propiedades mecánicas de los aceros	17
1.1.5 Efecto del Boro.....	19
1.2 LOCALIZACIÓN DEL BORO EN LA RED DEL HIERRO.....	20
1.2.1 Solubilidad del boro en hierro	20
1.2.2 Naturaleza del boro en la red de hierro.....	21
1.3 MECANISMOS DE SEGREGACIÓN INTERGRANULAR	23
1.3.1 Segregación de equilibrio del boro	23
1.3.2 Segregación de no equilibrio del boro	24
1.4 DUCTILIDAD EN CALIENTE Y SU RELACIÓN CON LA APARICIÓN DE GRIETAS EN ACEROS AVANZADOS DE ALTA RESISTENCIA.....	26
1.4.1 Evaluación de la ductilidad en caliente.....	26
1.4.2 Descripción de la curva de ductilidad en caliente	27
1.4.2.1 Valle de ductilidad a temperaturas intermedias.....	28
1.4.2.2 Zona de alta ductilidad a bajas temperaturas.....	31
1.4.2.3 Zona de alta ductilidad a altas temperaturas	32
1.4.3 Factores que afectan la ductilidad en caliente	33
1.4.3.1 Efecto de los elementos de aleación	33
1.4.3.2 Efecto del Boro.....	36
1.4.3.3 Efecto de la microestructura	38
1.4.3.4 Efecto de la velocidad de enfriamiento.....	38
1.5 ASPECTOS METALÚRGICOS DE LA FLUENCIA EN CALIENTE DE ACEROS AVANZADOS DE ALTA RESISTENCIA.	39

1.5.1	<i>Descripción de la curva de fluencia en caliente</i>	39
1.5.2	<i>Mecanismo de endurecimiento por deformación</i>	41
1.5.3	<i>Mecanismo de Ablandamiento por restauración</i>	43
1.5.4	<i>Mecanismo de recristalización dinámica</i>	44
1.5.4.1	Mecanismos de nucleación de la recristalización dinámica	45
1.5.4.2	Efecto de los elementos de aleación sobre la recristalización dinámica	46
1.5.4.3	Interacción entre la recristalización estática y la precipitación inducida por deformación.	48
1.5.5	<i>Efecto de las variables del proceso y tamaño de grano austenítico sobre la recristalización dinámica.</i>	53
1.6	MODELOS MATEMÁTICOS PARA EL COMPORTAMIENTO DE FLUENCIA EN CALIENTE	54
1.6.1	<i>Modelado de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica</i>	54
1.6.1.1	Modelo de Kocks	55
1.6.1.2	Modelos de Estrin, Mecking y Bergstrom	56
1.6.1.3	Modelo de Montheillet	57
1.6.2	<i>Modelado de la etapa de recristalización dinámica</i>	58
1.6.3	<i>Modelado de la etapa de estado estable</i>	59
1.6.3.1	Modelos basados en el comportamiento mecánico	59
1.7	CINÉTICA DE TRANSFORMACIÓN DE FASES BAJO ENFRIAMIENTO CONTINUO DE ACEROS AVANZADOS DE ALTA RESISTENCIA. .	61
1.7.1	<i>Transformación ferrítico-perlítica</i>	61
1.7.2	<i>Transformación bainítica</i>	64
1.7.3	<i>Transformación martensítica</i>	66
1.7.3.1	Efecto de la composición química sobre la transformación martensítica	69
CAPÍTULO 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL		72
2.1	FABRICACIÓN DE LOS ACEROS AVANZADOS DE ULTRA-ALTA RESISTENCIA (A-UHSS)	73
2.2	CARACTERIZACIÓN METALGRÁFICA Y MECÁNICA EN CONDICIÓN DE LAMINACIÓN EN CALIENTE Y TEMPLE.	74
2.3	DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL	74
2.4	ANÁLISIS TERMODINÁMICO MEDIANTE FACTSAGE	75
2.5	ENSAYOS DE TRACCIÓN EN CALIENTE	76
2.5.1	<i>Equipo utilizado para ensayos de tracción en caliente</i>	77
2.5.2	<i>Caracterización metalográfica SEM-EDS</i>	79
2.6	ENSAYOS DE COMPRESIÓN EN CALIENTE	79
2.6.1	<i>Determinación del inicio de la recristalización dinámica</i>	81
2.6.2	<i>Modelado de las curvas de fluencia en caliente</i>	82
2.6.2.1	Modelado de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica	82
2.6.2.2	Modelado del inicio de recristalización dinámica	84

2.6.2.3	Modelado de la cinética de recristalización dinámica	85
2.6.2.4	Modelado de la etapa de estado estable	85
2.7	ENSAYOS DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS	86
2.7.1	<i>Equipo utilizado para ensayos de relajación de esfuerzos</i>	88
2.7.2	<i>Construcción de los diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT)</i>	89
2.7.3	<i>Caracterización de precipitados</i>	89
2.8	<i>Ensayos de dilatometría con enfriamiento continuo controlado</i>	90
2.8.1	<i>Construcción de los diagramas de transformación por enfriamiento continuo (CCT)</i>	91
2.8.2	<i>Caracterización metalográfica</i>	92
2.8.3	<i>Ensayos de microdureza Vickers</i>	93
CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....		94
3.1	MICROESTRUCTURAS Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS ACEROS EN CONDICIÓN DE LAMINACIÓN Y TEMPLE.	94
3.2	TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO INICIAL	96
3.3	RESULTADOS DE ANÁLISIS TERMODINÁMICO EN <i>FACTSAGE</i>	98
3.4	RESULTADOS DE LOS ENSAYOS DE TRACCIÓN EN CALIENTE	100
3.4.1	<i>Evaluación de la ductilidad en caliente</i>	100
3.4.2	<i>Análisis mediante SEM–EDS de las puntas de fractura</i>	104
3.4.3	<i>Estudio fractográfico</i>	112
3.5	RESULTADOS DE LOS ENSAYOS DE COMPRESIÓN EN CALIENTE	114
3.5.1	<i>Curvas de fluencia en caliente</i>	114
3.5.2	<i>Determinación de los parámetros críticos para el inicio de la recristalización dinámica.</i>	123
3.5.3	<i>Modelado de las curvas de fluencia en caliente</i>	131
3.5.3.1	Etapa de endurecimiento y restauración dinámica (DRV).....	132
3.5.3.2	Inicio de la recristalización dinámica.....	133
3.5.3.3	Cinética de recristalización dinámica	135
3.5.3.4	Parámetros de esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable	140
3.5.3.5	Curvas de fluencia experimentales vs curvas teóricas	141
3.6	RESULTADOS DE LOS ENSAYOS DE RELAJACIÓN DE ESFUERZOS	146
3.6.1	<i>Curvas de relajación de esfuerzos</i>	146
3.6.2	<i>Diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT)</i>	149
3.6.3	<i>Análisis de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM)</i>	154
3.7	RESULTADOS DE LOS ENSAYOS DE DILATOMETRÍA DE ENFRIAMIENTO CONTINUO	162
3.7.1	<i>Temperaturas de transformación intercríticas</i>	162
3.7.2	<i>Curvas de dilatometría</i>	164
3.7.3	<i>Análisis microestructural por microscopía óptica</i>	167

3.7.4	<i>Perfiles de dureza</i>	169
3.7.5	<i>Diagramas experimentales de transformación de enfriamiento continuo (CCT)</i>	171
CAPÍTULO 4 CONCLUSIONES.....		180
RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS.		185
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.		186
ANEXO A. PUBLICACIONES CIENTIFICAS.		203

Índice de figuras.

CAPÍTULO 1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	13
Figura 1.1 Diagrama de elongación vs. resistencia a la tensión de aceros de alta resistencia (HSS) convencionales y aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) [1].	14
Figura 1.2 Efecto del boro sobre el diagrama de fases Fe-Fe ₃ C [105].	20
Figura 1.3 Diagrama de fases del sistema Fe-B [108].	21
Figura 1.4 Diagrama esquemático de la curva de ductilidad en caliente controlada por transformación de fase para aceros C-Mn [10].	27
Figura 1.5 Modelo esquemático mostrando la formación de grietas mediante deslizamiento en los límites de grano. las flechas indican el deslizamiento del límite y el sentido de traslación [9].	28
Figura 1.6 Ilustración esquemática mostrando coalescencia de huecos intergranular por deformación en la región de austenítica de baja temperatura (a-c) y en la región bifásica $\gamma - \alpha$ (d-f) [136].	29
Figura 1.7 Fragilización por la formación de una capa fina de ferrita inducida por deformación [9].	30
Figura 1.8 Falla intergranular por supresión de la recrystalización en la austenita: (a) precipitación casi continua de M ₂₃ C ₆ , (b) formación de microcavidades alrededor de las partículas de M ₂₃ C ₆ y (c) coalescencia de microcavidades [136].	31
Figura 1.9 Comportamiento de fluencia del Fe- γ bajo deformación a elevada temperatura [119].	41
Figura 1.10 Representación esquemática de las etapas de endurecimiento de un monocristal [182].	42
Figura 1.11 Representación esquemática de las curvas de fluencia en conformado en caliente, mostrando ablandamiento por restauración [182].	43
Figura 1.12 Diferentes etapas de la restauración dinámica para un material deformado: (a) generación de dislocaciones, (b) formación de celdas, (c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, (d) formación de subgranos y (e) su crecimiento [39].	44
Figura 1.13 Evolución microestructural durante la DRX: (a-d) tamaño de grano inicial grande y (e) tamaño de grano inicial pequeño. (a-c) <i>necklace</i> y (d) estructura totalmente recrystalizada [39].	46
Figura 1.14 Efecto de los elementos aleantes en solución sólida o precipitados sobre el inicio de la recrystalización dinámica [192].	48
Figura 1.15 Curvas de relajación de esfuerzos de un acero Nb+B y un acero base sin microalea solubilizados a 1100 °C y deformados 5% a 850 °C [193].	50
Figura 1.16 Diagramas ptt para un acero Nb+B y un acero microaleado al Nb [193].	50
Figura 1.17 Diagrama Recrystalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) [202].	53
Figura 1.18 Tipos de ferrita presentes en función del contenido de boro, (a) acero sin boro, (b) acero con 20 ppm de B y (c) acero con 40 ppm de B [92].	62
Figura 1.19 Esquema ilustrativo del mecanismo de formación de la perlita [227].	64
Figura 1.20 Representación esquemática de la transición de bainita superior a inferior [87].	66
Figura 1.21 Energías libres de austenita γ y martensita α , [231].	68
Figura 1.22 Efecto del contenido de carbono en el acero sobre las temperaturas de inicio (M_s) y final (M_f) de transformación martensítica [87].	69
Figura 1.23 Representación esquemática de la influencia del boro sobre el comportamiento de transformación de fase [92].	70
Figura 1.24 Evolución de la dureza de la martensita en función del contenido de carbono en el acero [236].	71
CAPÍTULO 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	72
Figura 2.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental.	72
Figura 2.2 Ciclo térmico de tratamiento de temple.	75
Figura 2.3 Programa <i>FactSage 6.1</i> empleado en el cálculo termodinámico.	75
Figura 2.4 Ciclo termomecánico para los ensayos de tracción en caliente.	76
Figura 2.5: (a) máquina universal de ensayos mecánicos <i>instron 4507</i> , (b) consola de control, (c) horno de radiación <i>e4 quad elliptical heating chamber</i> , (d) y (e) mordazas de <i>tzm-vac</i> , (f) tanque de suministro de Ar, (g) tubo de cuarzo, (h) sistema de temple, (i) probeta de compresión, (j) lámparas infrarrojas y (k) probeta de tracción.	78

Figura 2.6 Ciclo termomecánico para los ensayos de compresión en caliente.	80
Figura 2.7 Procedimiento utilizado para la determinación de los parámetros críticos asociados con el inicio real de la recristalización dinámica.	82
Figura 2.8 Ciclo termomecánico para los ensayos de relajación de esfuerzos.	87
Figura 2.9 Ciclo termomecánico para los ensayos de relajación interrumpida.	87
Figura 2.10 Equipo utilizado para la realización de los ensayos de relajación de tensiones: (a) componentes electrónicos, (b) consola, (c) cámara de ensayos, (d) sistema hidráulico, (e) bomba de vacío, (f) unidad de deformación, (g) termopares, (h) probeta de relajación de esfuerzos, (i) bobina de inducción y (j) mordazas.	88
Figura 2.11 Método de determinación de inicio Ps y final Pf de precipitación en las curvas de relajación de esfuerzos.	89
Figura 2.12 Ciclo térmico para los ensayos de dilatometría de enfriamiento continuo.	90
Figura 2.13 Ejemplo de curva dilatométrica mostrando la forma de determinación de las temperaturas intercríticas Ac_1 , Ac_3 y Ms	91
Figura 2.14 Ejemplo de curva dilatométrica mostrando el procedimiento de determinación de las temperaturas de transformación de fase.	92

CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN..... 94

Figura 3.1 Micrografías de SEM de los aceros en condición de laminación en caliente + temple: (a) acero libre de boro, (b) acero con 33 ppm de B, (c) acero con 126 ppm de B y (d) acero con 214 ppm de B.	95
Figura 3.2 Propiedades mecánicas de los aceros en condición de laminación en caliente + temple: (a) curvas ingenieriles de esfuerzo-deformación $\sigma - \epsilon$ y (b) curvas de resistencia máxima, esfuerzo de fluencia y elongación en función del contenido de boro en los aceros [248].	96
Figura 3.3 Micrografías ópticas del tamaño de grano austenítico inicial de los aceros: a) acero B0 (0 ppm de B) y b) acero B5 (214 ppm de B).	97
Figura 3.4 Diagramas predictivos de transformaciones de fase de equilibrio calculados mediante <i>factsage</i> : (a) 0 ppm B, (b) 14 ppm B, (c) 33 ppm B, (d) 82 ppm B, (e) 126 ppmB y (f) 214 ppm B.	99
Figura 3.5 Curvas de fluencia esfuerzo verdadero-deformación verdadera $\sigma - \epsilon$ en función de la temperatura.	101
Figura 3.6 Curvas de esfuerzo pico σ_p en función de la temperatura: a) rango de temperatura de 650 a 1000 °C y b) rango de temperatura de 900 a 1000 °C.	102
Figura 3.7 Curvas de ductilidad en caliente.	104
Figura 3.8 Micrografías de SEM de la sección longitudinal transversal de los aceros ensayados a 650 °C: a) acero B1 (14 ppm de B) y b) acero B5 (214 ppm de B). las flechas indican la dirección de tracción.	105
Figura 3.9 Imágenes de mapeos y espectrograma correspondiente de sem-eds tomadas sobre grietas para el acero sin contenido de boro (B0) ensayado a 650 °C.	107
Figura 3.10 Micrografías de SEM y espectrograma EDS respectivo tomado sobre un límite de grano austenítico en la proximidad de la superficie de fractura del acero con 214 ppm de B (B5), ensayado a 650 °C.	108
Figura 3.11 Imágenes de mapeos y espectrograma correspondiente de SEM-EDS del acero B5 deformado a 650 °C.	109
Figura 3.12 Imágenes de mapeos SEM-EDS tomadas en el acero B4 (126 ppm B) deformado a 650 °C.	110
Figura 3.13 Mapeos y análisis puntual SEM-EDS del acero B5 (214 ppm B) ensayado a 1000 °C.	111
Figura 3.14 Fractografías de SEM de las muestras ensayadas a 650 °C: (a, b) acero B0 (0 ppm B) y (c, d) acero B5 (214 ppm B).	112
Figura 3.15 Fractografías de SEM de las muestras ensayadas a 1000 °C: (a, b) acero B0 (0 ppm B) y (c, d) acero B5 (214 ppm B).	113
Figura 3.16 Curvas de fluencia en caliente para los aceros B0 y B1.	116
Figura 3.17 Curvas de fluencia en caliente para los aceros B2 y B3.	117
Figura 3.18 Curvas de fluencia en caliente para los aceros B4 y B5.	118
Figura 3.19 Dependencia del esfuerzo pico σ_p y deformacion pico ϵ_p de la velocidad de deformacion $\dot{\epsilon}$ a temperatura constante.	121
Figura 3.20 Análisis de la velocidad de endurecimiento por deformación θ para los aceros B0 y B5 a 950 °C y 0.1, 0.01 y 0.001 s ⁻¹	124
Figura 3.21 Dependencia del esfuerzo crítico σ_c y deformacion crítica ϵ_c de la velocidad de deformacion $\dot{\epsilon}$ a temperatura constante.	127

Figura 3.22 Dependencia de la deformación crítica ϵ_c para el inicio de la recristalización dinámica del parámetro de Zener-Hollomon Z .	131
Figura 3.23 Dependencia de los parámetros de ablandamiento (θ) y endurecimiento (U) del parámetro de Zener-Hollomon Z .	133
Figura 3.24 Dependencia de la deformación pico ϵ_p del parámetro de zener-hollomon Z .	135
Figura 3.25 Representación doble logarítmica de la fracción volumétrica recristalizada (x) en función del tiempo $\epsilon - \epsilon_p/\epsilon$ para la determinación del exponente de avrami (k) para los aceros B0 y B5.	137
Figura 3.26 Relación entre el exponente de Avrami (k) y el parámetro de Zener-Hollomon (Z).	138
Figura 3.29 Comparación entre las curvas de fluencia experimentales (líneas sólidas) y las teóricas (símbolos) de los aceros B0 y B1.	143
Figura 3.31 Comparación entre las curvas de fluencia experimentales (líneas sólidas) y las teóricas (símbolos) de los aceros B4 y B5.	145
Figura 3.32 Curvas de relajación de esfuerzos para cada acero A-UHSS estudiado.	147
Figura 3.33 Diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT), representando los tiempos mínimos de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación para cada acero estudiado.	153
Figura 3.34 Diagramas PTT de los aceros B0 y B5, mostrando las temperaturas y los tiempos de relajación de esfuerzos interrumpidos.	154
Figura 3.35 Extracción de precipitados por réplica de carbono por tem mostrando la evolución de la precipitación a 850 °C y diferentes tiempos de relajación de esfuerzos para el acero B0.	156
Figura 3.36 (a) y (c) imágenes características de precipitados de tem del acero B0 ensayado a 850 °C y 600 s de relajación, (b) y (d) espectrograma TEM-EDS correspondientes.	157
Figura 3.37 Extracción de precipitados por réplica de carbono por tem mostrando la evolución de la precipitación a 850 °C y diferentes tiempos de relajación de esfuerzos para el acero B5.	159
Figura 3.38 Imágenes de precipitados con su respectivo TEM-EDS del acero B5 ensayado a 850 °C y 600 s de relajación.	161
Figura 3.39 Curvas dilatómetricas mostrando inicio (Ac_1) y final (Ac_3) de transformación ferrita + perlita \rightarrow austenita e inicio (M_s) de transformación martensítica: (a) 0 ppm B, (b) 14 ppm B, (c) 33 ppm B, (d) 82 ppm B, (e) 26 ppm B y (f) 214 ppm B.	163
Figura 3.40 Curvas dilatómetricas de transformación de fase de enfriamiento continuo.	165
Figura 3.41 Comparación de las curvas de dilatometría del acero sin boro (B0) y el acero con 214 ppm (B5) obtenidas a diferentes velocidades de enfriamiento: a) 0.25 °C/s, b) 2.5 °C/s, c) 20 °C/s y d) 100 °C/s.	166
Figura 3.42 Microestructuras del acero B0 sin contenido de boro obtenidas a diferentes velocidades enfriamientos: a) 0.1 °C/s, b) 1 °C/s, c) 5 °C/s, 10 °C/s, 50 °C/s y 200 °C/s.	168
Figura 3.43 Microestructuras del acero B5 con 214 ppm de boro obtenidas a diferentes velocidades enfriamientos: a) 0.1 °C/s, b) 1 °C/s, c) 5 °C/s, 10 °C/s, 50 °C/s y 200 °C/s.	169
Figura 3.44 Evolución de la dureza de los aceros en función de la velocidad de enfriamiento.	170
Figura 3.45 Diagrama experimental CCT del acero sin contenido de boro (B0).	172
Figura 3.46 Diagrama experimental CCT del acero con 14 ppm de boro (B1).	172
Figura 3.47 Diagrama experimental CCT del acero con 33 ppm de boro (B2).	173
Figura 3.48 Diagrama experimental CCT del acero con 82 ppm de boro (B3).	173
Figura 3.49 Diagrama experimental CCT del acero con 126 ppm de boro (B4).	174
Figura 3.50 Diagrama experimental CCT del acero con 124 ppm de boro (B5).	174
Figura 3.51 Diagrama teórico de transformación isotérmica y enfriamiento continuo (TTT-CCT) del acero sin contenido de boro (B0), determinado por el software comercial “TTT/CCT prediction” [325, 326].	175
Figura 3.52 Diagrama teórico de transformación isotérmica y enfriamiento continuo (TTT-CCT) del acero con 82 ppm de boro (B3), determinado por el software comercial “TTT/CCT prediction” [325, 326].	176
Figura 3.53 Diagrama teórico de transformación isotérmica y enfriamiento continuo (TTT-CCT) del acero con 214 ppm de boro (B5), determinado por el software comercial “TTT/CCT prediction” [325, 326].	176

Índice de tablas.

CAPÍTULO 1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	13
Tabla 1.1 Ejemplos de grados de aceros comerciales a-uhss clasificados por ULSAB-AVC [1].	16
Tabla 1.2 Radio atómico de elementos de aleación en aceros [74].	22
Tabla 1.3. Energías de enlace entre átomos de boro y defectos de la red cristalina [74].	23
Tabla 1.4 Características de cada tipo de segregación [74].	26
CAPÍTULO 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	72
Tabla 2.1 Composición química de los aceros (% peso).	73
Tabla 2.2 Relaciones de Mn:S actual (Mn:S) _a y crítica (Mn:S) _c de los aceros.	73
Tabla 2.3 Matriz experimental para ensayos de tracción en caliente.	77
Tabla 2.4 Matriz experimental para ensayos de compresión en caliente.	80
CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	94
Tabla 3.1 Tamaño de grano austenítico de partida de los aceros.	97
Tabla 3.2 Valores de esfuerzo pico σ_p , deformación pico ϵ_p , esfuerzo de estado estable σ_{ss} , y deformación de estado estable ϵ_{ss} , recopilados a partir de las curvas de fluencia para todos los aceros y condiciones de ensayo. Los valores de esfuerzo están en MPa.	119
Tabla 3.3 Valores de esfuerzo pico σ_p , esfuerzo crítico σ_c , y relación crítica de esfuerzo $R\sigma$ para todos los aceros y condiciones de ensayo. los valores de esfuerzo están en MPa.	129
Tabla 3.4 Valores de deformación pico ϵ_p , deformación crítica ϵ_c y relación crítica de deformación ($R\epsilon$), para todos los aceros y condiciones de ensayo.	130
Tabla 3.5 Constantes derivadas para $t_{50\%}$ (ecuación (1.17)).	139
Tabla 3.6 Resumen de los parámetros constitutivos utilizados en la predicción de las curvas de fluencia en caliente para los seis aceros A-UHSS estudiados.	142
Tabla 3.7 Tiempos experimentales de inicio P_s y final P_f de precipitación.	148
figura 3.33 diagramas de precipitación-tiempo-temperatura (ptt), representando los tiempos mínimos de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación para cada acero estudiado.	153
Tabla 3.8 Temperaturas de transformación ac_1 , ac_3 y m_s determinadas experimentalmente por dilatometría y expresiones algebraicas de yurioka [321], para todos los aceros estudiados.	164

RESUMEN.

En el presente trabajo de investigación se estudia el efecto de adiciones de boro (14, 33, 82, 126 y 214 ppm) sobre el comportamiento a deformación plástica en caliente, la cinética de precipitación inducida por deformación y las transformaciones de fases de un acero experimental de bajo contenido de carbono avanzado de ultra-alta resistencia (A-UHSS).

Para el estudio de la ductilidad en caliente, probetas extraídas de los diferentes aceros fueron sometidas a ensayos de tracción a cinco diferentes temperaturas (650, 750, 800, 900 y 1000 °C) y una velocidad de deformación constante de 10^{-3} s^{-1} . La reducción de área ($R.A$) de los especímenes ensayados hasta la fractura fue tomada como medida de la ductilidad en caliente. En general, los resultados revelan un notable mejoramiento en la ductilidad en caliente de los aceros con las adiciones de boro. Comparando la curva de ductilidad del acero con el mayor contenido de boro (B5, 214 ppm de B) y el acero sin boro (B0), el incremento de ductilidad en términos de $R.A$ es mayor del 100%. En contraste, la recuperación típica de la ductilidad en caliente a bajas temperaturas asociada a la ausencia de recristalización y transformación masiva de ferrita no se presenta en estos aceros. En general, los resultados son discutidos en términos de segregación de boro y precipitación sobre los límites de grano austeníticos durante el enfriamiento desde el rango austenítico y subsecuente deformación plástica.

Por otro lado, para el estudio del comportamiento de fluencia en caliente de los aceros se efectuaron ensayos experimentales de compresión uniaxial a diferentes temperaturas (950, 1000, 1050 y 1100 °C) y diferentes velocidades de deformación (0.001, 0.01 y 0.1 s^{-1}). Los resultados indican que las condiciones críticas para el inicio de la recristalización dinámica (DRX) son altamente dependientes de los parámetros de deformación (temperatura y velocidad de deformación). Además, el esfuerzo crítico (σ_c) y deformación crítica (ε_c) tienden a disminuir con el incremento del contenido de boro en los aceros. El acero con 214 ppm de boro exhibió el efecto más grande de ablandamiento. Dicho comportamiento se atribuye en términos generales a un efecto de arrastre de soluto por átomos de boro sobre los límites de grano austeníticos y también a un efecto de ablandamiento por solución sólida. Por otra parte, las relaciones esfuerzo-deformación como una función de la temperatura y la velocidad de deformación fueron

exitosamente descritas sobre la base de la aproximación propuesta por Estrin, Mecking, y Bergström, vía la ecuación clásica de Avrami y mediante la función convencional de seno hiperbólico. Las ecuaciones constitutivas desarrolladas de esta manera proveyeron una excelente descripción de las curvas de fluencia en caliente experimentales.

Adicionalmente, para estudiar la influencia del boro en los aceros sobre la cinética de precipitación inducida por deformación y su interacción con la recristalización estática, se llevaron a cabo ensayos de relajación de esfuerzos bajo un amplio rango de temperaturas de 650-1100 °C y una velocidad de deformación previa constante de 0.1 s⁻¹. Los resultados indican que la presencia de boro ayuda a retardar la recristalización de la austenita después de la deformación, lo cual se relaciona principalmente con segregación de boro a las dislocaciones y la formación de precipitados complejos de boro. Los diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) determinados adoptaron la forma clásica de “C”. La adición de boro tiende a acelerar la cinética de precipitación inducida por deformación e induce a que ésta de inicio a mayores temperaturas. Estos datos son analizados en términos de la fuerza motriz necesaria para la precipitación, la cual es controlada por el grado de sobresaturación del elemento microaleante y en función de segregación del boro y de complejos boro-vacancias (segregación de no equilibrio) hacia dislocaciones y límites de grano.

Finalmente, para investigar la influencia de la adición de boro sobre la cinética de transformación de fases bajo condiciones de enfriamiento continuo, se realizaron pruebas de dilatometría para un rango de velocidades de enfriamiento de 0.1 a 200 °C/s. En general, los diagramas de transformación de enfriamiento continuo (CCT) construidos muestran que la adición de boro retrasa la cinética de transformación de fase de austenita a ferrita, promoviendo de esta manera la formación de estructuras bainítico-martensíticas. Así mismo, la adición de boro desplaza las curvas CCT hacia la derecha, aumentando la templabilidad de los aceros. Estos resultados están asociados con la habilidad de los átomos de boro para segregar hacia límites de grano austeníticos, los cuales reducen los sitios preferenciales para la nucleación y desarrollo de estructuras ferrítico-perlíticas.

Palabras clave: Aceros avanzados de alta resistencia, fluencia en caliente, cinética de precipitación, transformaciones de fase.

ABSTRACT.

This research work studies the effect of boron additions (14, 33, 82, 126, and 214 ppm) on the hot plastic deformation behavior, the kinetics of strain-induced precipitation and phase transformation of an experimental low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS).

In order to study the hot ductility behavior, specimens were subjected to hot tensile test at different temperatures (650, 700, 750, 800, 900 and 1000 °C) under a constant true strain rate of 10^{-3} s^{-1} . The reduction of area (RA) of the tested samples until fracture was taken as a measure of the hot ductility. In general, results revealed a marked improvement in hot ductility of steels by the additions of boron. By comparing the ductility curve of the steel with the highest boron content (B5, 214 ppm B) and the curve for the steel without boron (B0), the increase of hot ductility in terms of RA is over 100%. In contrast, the typical recovery of hot ductility at lower temperatures associated to the absence of recrystallization and massive ferrite transformation does not appear in these steels. In general, results are discussed in terms of boron segregation and precipitation on austenitic grain boundaries during cooling from austenitic range and subsequent plastic deformation.

On the other hand, uniaxial hot-compression tests at different temperatures (950, 1000, 1050 and 1100 °C) and different strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s^{-1}) were carried out to study the hot flow behavior. The results indicated that the critical conditions for the onset of dynamic recrystallization (DRX) are highly dependent of the deformation parameters (temperature and strain rate). In addition, the stress (σ_c) and critical strain (ϵ_c) tend to decrease as boron content increases. The steel with 214 ppm of boron content exhibited the greatest softening effect. Such a behavior is attributed to the solute drag effect by boron atoms on the austenitic grain boundaries and also to a solid solution softening effect. On the other hand, the stress-strain relationships as a function of temperature and strain rate were successfully described on the basis of the approach proposed by Estrin, Mecking, and Bergström, together with the classical Avrami equation and by means the conventional hyperbolic sine function. The constitutive equations developed in this way provided an excellent description of the experimental hot flow curves.

Furthermore, to study the influence of the boron content in the steels on the kinetics of strain-induced precipitation and its interaction with the static recrystallization, stress relaxation tests under a wide range of temperatures of 650-1100 °C and a constant pre-strain rate of 0.1 s^{-1} were conducted. The results showed that the presence of boron helps to retard the recrystallization of austenite after deformation. The Precipitation-Time-Temperature (PTT) diagrams determined adopted the typical “C” shape. The addition of boron tends to accelerate the kinetics of strain-induced precipitation and induces it to occur at higher temperatures. These data are analyzed in terms of the driving force necessary for the precipitation, which in turn is controlled by the degree of supersaturation of microalloying element and as a function of segregation of boron and of boron-vacancy complexes (non-equilibrium segregation) to dislocations and grain boundaries.

Finally, to investigate the influence of boron addition on the phase transformation kinetics under continuous cooling conditions, dilatometry tests were conducted over a range of cooling rates of 0.1 to 200 °/s. In general, the continuous cooling transformation (CCT) diagrams constructed show that the boron addition retards the decomposition kinetics of austenite to ferrite, thereby promoting the formation of bainitic-martensitic structures. Likewise, the boron addition to A-UHSS shifts the CCT curves to the right increasing the hardenability of steels. These results are associated with the ability of the atoms of boron to segregate towards the austenitic grain boundaries, which reduce the preferential sites for nucleation and development of ferritic-pearlitic structures.

Key words: Advanced high strength steel, hot flow, kinetics of precipitation, phase transformation.

INTRODUCCIÓN.

Los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, Advanced High Strength Steels) surgen por el proceso de evolución al que se ha visto sometida la industria automotriz en cuanto a la necesidad de reducir el peso del automóvil y mejorar de manera continua la seguridad y la economía en el consumo del combustible, buscando al mismo tiempo reducir los costos y contaminación ambiental [1]. Estos nuevos materiales son resultado de los programas ULSAB (*Ultra-Light Steel Auto Body*) y ULSAB-AVC (*Advanced Vehicles Concepts*), auspiciados por 35 empresas fabricantes de acero a nivel mundial, los cuales en el año 2002 presentaron los aceros AHSS, de tal forma que actualmente es la industria que se encuentra a la vanguardia en el empleo de los mismos.

Actualmente no existe una definición específica para los aceros de ultra-alta resistencia, pero en su mayoría los aceros con límite de elasticidad superior a 550 MPa y resistencia a la tracción por arriba de 700 MPa son referidos como A-UHSS (*Advanced Ultra-High Strength Steels*). Dentro de estos aceros de reciente desarrollo se pueden mencionar a las siguientes familias principales: aceros de doble fase (*DP, Dual Phase*), aceros de plasticidad inducida por transformación (*TRIP, Transformation Induced Plasticity*), aceros de fase compleja (*CP, Complex Phase*), aceros martensíticos (*MART.*), aceros de plasticidad inducida por maclaje (*TWIP, Twinning Induced Plasticity*) y aceros al boro (*BS, Boron Steels*), los cuales son esencialmente aceros de microestructuras múltiples caracterizados por una atractiva combinación de propiedades mecánicas de alta resistencia, buena ductilidad y tenacidad [1-8]. Debido a esto, en los últimos años la aplicación de estos nuevos grados de aceros en la industria automotriz ha incrementado significativamente, particularmente en la manufactura de estructuras de carrocería, donde se requiere una alta resistencia, rigidez y absorción de energía para cada una de las partes que la conforman. Sin embargo, para consolidar la aplicación industrial de estos aceros es imperativo conocer su comportamiento durante la deformación plástica en caliente y su cinética de transformación de fases bajo condiciones de enfriamiento continuo.

Durante años la deformación plástica en caliente ha sido empleada para conferirle al acero y otras aleaciones metálicas las geometrías deseadas. Hoy en día se cuentan por decenas los procesos de conformado en caliente de materiales metálicos. Las razones del empleo de este tipo

de conformación son al menos dos: fácil obtención de la forma deseada y mejora y optimización de las propiedades mecánicas del material mediante el control de la microestructura. Sin embargo, dependiendo del material y del proceso pueden surgir problemas de conformado por falta de ductilidad en caliente.

La ductilidad en caliente de diferentes tipos de acero ha sido objeto de numerosos estudios al estar relacionada con la aparición de grietas transversales en la superficie de algunos productos de colada continua. Las grietas se propagan durante la operación de enderezado, en la que la superficie superior del planchón o palanquilla queda sometida a esfuerzos de tracción a temperaturas en el intervalo de 700 a 1000 °C, zona en la que se aprecia una caída de la ductilidad para la mayoría de los aceros, de acuerdo a los resultados obtenidos en ensayos de tracción isotérmicos a altas temperaturas [9-12]. La causa de esta pérdida de ductilidad puede tener más de un origen: transformación de fases, segregación de impurezas o elementos residuales, precipitación y/o ausencia de recristalización dinámica (*DRX, Dynamic recrystallization*).

Como es bien sabido, los aceros suelen contener elementos residuales tales como Cu, S, Sn, As, P, y Sb, los cuales en su mayoría tienen un efecto perjudicial sobre las propiedades mecánicas de los aceros y en particular, sobre la ductilidad en caliente [9-22]. En general, el problema está relacionado con una fragilización provocada por segregaciones de estos elementos a los límites de grano o interdendríticos. Se sabe también que los peores comportamientos de ductilidad en caliente se obtienen cuando existen a la vez varios elementos residuales en la composición del acero, especialmente si estos elementos son el Cu y el Sn [18-20]. En este caso la pérdida de ductilidad se relaciona con la segregación del Cu y del Sn a los límites de grano retardando su movimiento y favoreciendo la formación de cavidades alrededor de partículas tales como MnS y AlN.

Por otro lado, está comprobado que el problema de agrietamiento transversal en productos de colada continua afecta principalmente a los aceros microaleados debido a su fuerte tendencia a formar precipitados que fragilizan los límites de grano [9-11]. Los elementos que presentan mayor influencia son el Al, por la posible formación de AlN, el Nb que puede formar Nb(C,N) y el V que forma principalmente V(C,N) [23]. Estos precipitados pueden formarse en los límites de grano, provocando la inhibición de la recristalización dinámica [24] y favoreciendo la fractura

intergranular, bien por deslizamiento en los límites de grano o bien por la formación de cavidades en las zonas libres de precipitados. Cuanto más finos sean los precipitados, la ductilidad será peor porque éstos estarán más cerca unos de los otros y favorecerán la propagación de las grietas que se hayan podido formar. Los precipitados se pueden formar tanto al interior de los granos como en sus límites, provocando una fragilización intergranular debida a la diferencia de resistencia entre la matriz endurecida por precipitación y los límites de grano donde se encuentran zonas libres de precipitados. Esto da lugar a una fractura en la región austenítica de tipo mixto por la combinación entre la coalescencia de microhuecos y el deslizamiento en los límites de grano [9-11, 25- 27]. El Nb es particularmente perjudicial porque los Nb(C,N) que se forman en la austenita precipitan rápidamente y son muy finos.

En contraparte, se ha demostrado que la adición de elementos microaleantes tales como el boro mejora notablemente la ductilidad en caliente del acero. A temperaturas relativamente bajas, donde las fases austenita y ferrita coexisten, tal efecto benéfico del boro se relaciona principalmente con precipitación de $Fe_{23}(B,C)_6$ en la matriz [28]. Estos precipitados actúan como sitios preferenciales para la nucleación intragranular de ferrita en lugar de transgranular, mejorando la homogeneidad de la deformación y por consiguiente la ductilidad en caliente del acero [29]. A temperaturas mayores que la intercrítica, es decir, en la región única de austenita, el mejoramiento de la ductilidad se imputa a diversos factores tales como precipitación preferencial de BN y retraso en la cinética de transformación de austenita a ferrita, lo cual presumiblemente evita la formación de una delgada capa de ferrita en los límites de grano de la austenita, incrementándose la resistencia al deslizamiento en los límites de grano durante la deformación en caliente [12]. Por otro lado, se reporta que la segregación del boro hacia los límites de grano de la austenita puede cambiar las características termodinámicas de los mismos, lo cual tiene un efecto positivo sobre el ablandamiento de la austenita durante la fluencia en caliente [30]. Otras investigaciones [31], afirman que el aumento de la ductilidad en caliente con las adiciones de boro, es debido a que éste se concentra en los límites de grano alterando el carácter de la interface límite de grano-precipitados o matriz-precipitados de una manera tal que suprime la formación de microcavidades. Otras posibles explicaciones dadas son que el boro siendo un átomo pequeño, segrega rápidamente y puede tomar sitios vacantes que de otro modo constituirían los sitios de nucleación para finos y detrimentales precipitados tales como Nb(C,N) y TiN [10]. El boro segregado a los límites de grano previene la segregación de impurezas

dañinas tales como el S [32]. El boro causa una precipitación gruesa que ocurre en los límites de grano en lugar de una precipitación fina dentro de la matriz, reduciendo los esfuerzos que actúan sobre los límites [29]. Junto a estos postulados, el mejor de los casos en los que el boro mejora la formabilidad puede ser el observado en el compuesto Ni_3Al , el cual es extremadamente frágil pero la adición de tan solo 200 ppm de boro lo convierten en un compuesto dúctil [33].

Por otro lado, se ha establecido que las propiedades finales de los materiales deformados en caliente están influenciadas considerablemente por la naturaleza de los fenómenos que tienen lugar durante y después de la deformación. Durante el conformado en caliente del acero, independientemente del proceso industrial utilizado, el fenómeno más importante que controla la microestructura resultante es la recrystalización de la austenita [34], que a su vez depende de la composición química, microestructura de partida (tamaño de grano) y condiciones de deformación (temperatura y velocidad de deformación). Tres tipos de recrystalización pueden tener lugar durante o después del trabajado en caliente del acero: dinámica, estática y metadinámica [35, 36]. *La recrystalización dinámica (DRX, Dynamic Recrystallization)* se da simultáneamente con el esfuerzo aplicado, mientras que *la recrystalización estática (SRX, Static Recrystallization)* ocurre después de la deformación, cuando se da un tiempo apropiado para la nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de deformación. *La recrystalización metadinámica (MDRX, Meta-Dynamic Recrystallization)* se lleva a cabo cuando se ha rebasado una deformación crítica, pero no hay esfuerzo aplicado y tiene lugar después de la deformación por el crecimiento continuo de núcleos formados como consecuencia de la recrystalización dinámica. Cada uno de estos fenómenos puede afectar la evolución microestructural bajo ciertas condiciones de operación. Sin embargo, para los procesos de deformación en caliente más comerciales la recrystalización dinámica es el mecanismo más importante [37]. La recrystalización dinámica involucra la nucleación y el crecimiento de nuevos granos con baja densidad de dislocaciones a expensas de los granos deformados y durante su aparición y transcurso disminuye considerablemente la resistencia del material, mientras que la ductilidad aumenta. Cuando este tipo de mecanismo de ablandamiento está operando, tanto la nucleación como el crecimiento toman lugar mientras la deformación está siendo aplicada [38-42]. A partir de simulaciones de laboratorio tales como ensayos mecánicos de compresión, tracción y torsión en caliente que permiten simular procesos industriales del conformado de metales y aleaciones, la aparición de la

recristalización dinámica se indica por un valor de esfuerzo máximo o pico (σ_p) bien definido en la curva experimental esfuerzo-deformación ($\sigma - \varepsilon$). Sin embargo, se ha demostrado [39, 43, 44] que la recristalización dinámica en realidad inicia antes de la deformación correspondiente al esfuerzo pico. Este umbral de deformación es conocido como deformación crítica (ε_c) y se vincula con la cantidad mínima de energía almacenada inducida por deformación necesaria para iniciar la recristalización [45] y la cual depende fuertemente de la composición química del acero bajo consideración [39, 43, 44]. En ese sentido, varios autores [38, 46] coinciden que los átomos sustitucionales en el acero de elementos tales como el Si y el P tienden a incrementar la energía de activación para la deformación de la austenita (Q_{def}) y consecuentemente retrasan el inicio de la recristalización dinámica, mientras que elementos intersticiales tales como el C y B promueven una disminución de dicha energía y, por consiguiente, aceleran el inicio de la recristalización dinámica [47-49]. Estudios de fluencia en caliente en aceros microaleados [49-53] revelan que adiciones de boro al acero resultan en una disminución de la deformación crítica, acelerando el inicio de la recristalización dinámica. Sin embargo, el papel desempeñado por los átomos de boro durante la deformación plástica en caliente del acero aún no está del todo establecido. Algunos investigadores [49] refieren que el efecto de refinamiento del tamaño de grano austenítico y la presencia de partículas de boro precipitadas durante el proceso de deformación en caliente (y si son grandes con mayor razón) ayudan a iniciar el proceso de la recristalización dinámica. Otros más [54-57] afirman que durante la deformación en caliente el boro segrega hacia los límites de grano de la austenita promoviendo la actividad en los mismos, generando un incremento en la movilidad de las dislocaciones en el límite de grano que facilita la aparición o inicio de la recristalización dinámica. Desde este punto de vista, se puede concluir que los límites de grano pueden actuar aún más como sitios potenciales para la nucleación de la recristalización dinámica cuando el boro está presente.

Por otra parte, durante el conformado en caliente, la deformación aplicada a los aceros provoca un aumento considerable en la densidad de defectos en la austenita, lo cual produce un aumento en el número de posibles lugares de nucleación de los precipitados, de tal manera que esta precipitación inducida por la deformación se puede cuantificar en aproximadamente diez veces superior a la de la producida sin deformación [58]. Se conoce que la precipitación inducida por deformación es la que produce precipitados más finos y es por ello más perjudicial que la

precipitación que se produce antes de la deformación. Si existe una fracción volumétrica adecuada, estos precipitados finos serán capaces de retardar el progreso de la recristalización estática, así como el crecimiento de grano recristalizado anclando los límites de grano en movimiento o incluso llegar a la inhibición total de la recristalización. Por lo anterior, diversas técnicas experimentales han sido utilizadas en los últimos años para seguir la cinética de precipitación tales como ensayos de dureza [59], resistividad eléctrica [60] y ensayos de relajación de esfuerzos [61-67], ésta última presentando una alta sensibilidad para detectar los pequeños precipitados que aparecen en la primera etapa de precipitación.

Los resultados de diversas investigaciones sobre el estudio de la cinética de precipitación y su interacción con la recristalización estática indican que la microaleación con Nb, V, Ti y Al en aceros al carbono logran retrasar de manera importante tanto la recristalización dinámica como la estática durante la deformación a altas temperaturas, siendo los precipitados de Nb(C,N) los que presentan el efecto más fuerte en el retardo de la recristalización [67-72].

En cuanto al efecto del boro, la relativamente poca información disponible indica que la adición individual de boro a aceros al carbono no retarda la recristalización de la austenita [73, 74]. Por el contrario, se reporta que la presencia de boro acelera la precipitación inducida por deformación de carbonitruros y retarda la recristalización estática de la austenita cuando se presenta en combinación con elementos como Nb y el Cu, indicando la existencia de una sinergia entre el Nb y Cu con los átomos de boro [75, 76]. Estos resultados son explicados en términos de la teoría clásica de la nucleación, sobre la base de la cual se demuestra que la aceleración de la cinética de nucleación de la precipitación puede ser atribuida a la segregación del boro y de complejos boro-vacancias (segregación de no equilibrio) hacia dislocaciones y límites de grano, tanto como a un incremento en el coeficiente de difusión del Nb con la presencia de boro y a un aumento en la densidad atómica intersticial, de modo que la fuerza motriz de nucleación es incrementada y el tiempo de inicio de precipitación (P_s , *precipitation start*) es disminuido.

Como se mencionó inicialmente, otro de los aspectos importantes que se requiere conocer en los aceros avanzados de alta o ultra-alta resistencia es la cinética de transformación de fases bajo condiciones de enfriamiento continuo, la cual puede ser determinada mediante la obtención de los diagramas de transformación de enfriamiento continuo CCT (*Continuous-Cooling-*

Transformation) [77, 78]. En la práctica, estos diagramas son generalmente utilizados para predecir la microestructura y propiedades mecánicas que se obtendrían después de determinados tratamientos térmicos o termomecánicos [79, 80]. En general, los diagramas CCT son construidos a partir de la realización de tratamientos térmicos de austenización y enfriamiento a diferentes velocidades en probetas cilíndricas de dimensiones específicas. Los puntos de inicio y final de transformación son generalmente detectados por técnicas dilatométricas con [81, 82] o sin [83-85] deformación antes del enfriamiento. La localización de los puntos de transformación de fase usando dicha técnica experimental tiene su fundamento teórico en el hecho de que el paso de un estado alotrópico a otro induce una variación de volumen específico atómico, que justifica la variación dimensional observada a nivel macroscópico.

La forma de las curvas CCT depende principalmente de la composición química del acero, tamaño de grano austenítico, así como del tiempo y temperatura de homogenización [86]. Para comprender la influencia de los elementos de aleación sobre las transformaciones de fases hay que tener en cuenta primeramente que dichos elementos se pueden dividir genéricamente en alfégenos y gammágenos [87-89]. Los elementos alfégenos aumentan el campo de existencia de la ferrita, y por tanto disminuyen el de la austenita. Dentro de estos elementos se encuentran el B, Cr, Mo, V, Ti, Si y Nb y su adición provoca un aumento de las temperaturas intercríticas de inicio y final de la transformación de la austenita en calentamiento (Ac_1 y Ac_3). Los elementos gammágenos tales como el Ni, C, Mn, Cu y Pb, aumentan el campo de existencia de la austenita ocasionando por tanto una disminución de las temperaturas Ac_1 y Ac_3 . La transformación martensítica en los aceros se ve también afectada por los elementos de aleación, a excepción del Co y del Al que elevan la temperatura de inicio de transformación martensítica (M_s), todos los elementos de aleación tienden a bajar dicha temperatura, siendo el Mn, seguido del Cr los que más influencia tienen [88]. Prácticamente todos los elementos de aleación en el acero tienen tendencia a retrasar la descomposición de la austenita. En el caso de las transformaciones producidas por nucleación y crecimiento (ferrita, perlita y bainita), este retraso se debe a la necesidad de difundir no sólo el carbono, sino todos los elementos en solución sólida en la austenita. En general, el Mn, Ni y Cr son los elementos que tienen más influencia sobre las temperaturas de formación de la ferrita y de la perlita. Por otro lado, se reporta que la segregación a los límites de grano austeníticos de elementos microaleantes tales como Mo, Nb, V y Ti, suprimen o retardan por efecto de arrastre de soluto la formación de fases blandas como la ferrita

y perlita, aumentando con ello la templabilidad de los aceros [90]. Este mismo efecto ha sido observado al adicionar al acero pequeños porcentajes de boro [91-92]. En el contexto de aceros de fase múltiple, el boro es el único elemento de aleación en que un contenido soluble de 0.0010 a 0.0030% en peso puede proveer un efecto de templabilidad equivalente a adiciones aproximadas de 0.5% de otros elementos tales como el Mn, Cr y Mo [93]. Del mismo modo, hay reportes [94] de que la adición de pequeñas cantidades de boro produce un efecto idéntico sobre la templabilidad del acero que el agregar grandes porcentajes de carbono. Existen cuatro principales explicaciones acerca del mecanismo del efecto del boro sobre la templabilidad e incremento de la resistencia mecánica [95]: La primera es que la segregación del boro hacia los límites de grano austeníticos reduce la energía de los mismos, y a su vez el número de sitios para la nucleación preferencial de la ferrita. La segunda es que el boro reduce el coeficiente de auto-difusión del hierro en los límites de grano y disminuye la velocidad de nucleación de la ferrita. La tercera, ya que los límites de grano son sitios preferenciales para la nucleación de la ferrita, cuando el boro segrega a los límites de grano, estos sitios desaparecerán. Por último, finos boruros coherentes con la matriz se forman a lo largo de los límites de grano, resultando más difícil la nucleación de la ferrita en la interface boruro-matriz.

HIPÓTESIS.

De acuerdo a investigaciones teóricas y experimentales reportadas en bibliografía, se plantea la hipótesis de que pequeñas adiciones de boro (14, 33, 82, 126 y 214 ppm) a un acero avanzado de ultra-alta resistencia (A-UHSS) de bajo contenido de carbono NiCrVCu, producirá los siguientes efectos:

- ✓ Aumento de la ductilidad en caliente debido a que los átomos de boro tienden a segregarse a los límites de grano austeníticos a elevadas temperaturas y ocupar lugares vacantes inducidos por deformación, lo cual podría prevenir la segregación de impurezas y nucleación de finos y perjudiciales precipitados, evitando la formación e interconexión de micro-grietas y con ello, incrementando la cohesión de los límites de grano.
- ✓ Aumento de la fluencia en caliente debido a que el boro como elemento intersticial puede segregarse y mejorar la movilidad de las dislocaciones en los límites de grano, permitiendo con ello un flujo plástico más fácil en la red austenítica y facilitando además, la nucleación de la recristalización dinámica.
- ✓ Disminución de los valores de esfuerzo y deformación críticos y en consecuencia, adelanto del inicio de la recristalización dinámica debido a que las adiciones de boro pueden generar un ablandamiento por solución sólida.
- ✓ Retraso de la recristalización de la austenita debido a que precipitados de boro pueden afectar el movimiento de las dislocaciones por un fenómeno de anclaje; y aceleración de la cinética de nucleación de la precipitación debido a que los carbonitruros de boro inducidos por deformación pueden precipitar más fácilmente que carbonitruros simples.
- ✓ Aumento substancial de la templabilidad debido a que el boro tiende a retrasar la cinética de descomposición de austenita a ferrita, desplazando las curvas de transformación TTT/CCT hacia la derecha, abriendo el campo de austenita metaestable para la obtención de estructuras martensíticas.

OBJETIVOS.

Objetivo general:

Estudiar el efecto de distintas adiciones de boro (14, 33, 82, 126 y 214 ppm) sobre el comportamiento a deformación plástica en caliente, cinética de precipitación inducida por deformación y cinética de transformación de fases de aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) de bajo contenido de carbono NiCrVCu.

Objetivos específicos:

1. Estudiar el efecto del boro sobre la ductilidad en caliente mediante ensayos de tracción uniaxial a diferentes temperaturas (650, 750, 800, 900 y 1000 °C) y una velocidad de deformación constante de 10^{-3} s^{-1} .
2. Estudiar el efecto del boro sobre la fluencia en caliente de los aceros mediante ensayos de compresión uniaxial a diferentes temperaturas (950, 1000, 1050 y 1100 °C) y diferentes velocidades de deformación (0.001, 0.01 y 0.1 s^{-1}).
3. Determinar las condiciones críticas de esfuerzo y deformación asociadas con el inicio de la recristalización dinámica, haciendo uso del método matemático de doble diferenciación.
4. Modelar las curvas de fluencia en caliente experimentales mediante la aplicación de ecuaciones constitutivas de base física que rigen el comportamiento de la deformación plástica en caliente.
5. Estudiar la influencia del boro en la cinética de precipitación inducida por deformación mediante ensayos de relajación de esfuerzos, así como generar los diagramas de precipitación-tiempo-temperatura (PTT).
6. Estudiar el efecto del boro sobre la cinética de transformación de fases, haciendo uso de ensayos de dilatometría para un amplio rango de velocidades de enfriamiento (0.1, 0.25, 0.5, 1, 2.5, 5, 10, 20, 50, 100 y 200 °C/s), así como generar los diagramas de transformación de fase de enfriamiento continuo (CCT).

JUSTIFICACIÓN.

La industria mundial de la automoción se rige por las preferencias de los consumidores, las regulaciones gubernamentales y las presiones competitivas. Las demandas ambientales y de los usuarios para reducir el consumo de combustible, mejorar la seguridad del conductor, garantizar la fiabilidad del producto y aumentar la rentabilidad han llevado a la industria automotriz y acerías a desarrollar una amplia gama de soluciones para satisfacer estas necesidades. Las soluciones incluyen: optimización del diseño del producto, la incorporación de materiales ligeros y la aplicación de procesos de fabricación innovadores. Todas estas soluciones están interconectadas y dependen de las propiedades y atributos del material ligero. Los nuevos grados de acero de alta resistencia con propiedades mejoradas se han desarrollado para competir con otros materiales ligeros tales como aleaciones no ferrosas de aluminio y magnesio, sobre la base de costos, rendimiento y capacidad de fabricación. En el centro de este desarrollo se encuentran las familias de aceros avanzados de alta (AHSS) y ultra-alta resistencia (A-UHSS), en los que las microestructuras son manipuladas para producir extraordinarias propiedades mecánicas. Sin embargo, junto con las ventajas que proveen estos nuevos aceros surge la necesidad de generar conocimiento científico y tecnológico sobre su comportamiento termomecánico y sus características microestructurales bajo diversas condiciones de tratamiento térmico.

La importancia de la determinación del efecto del boro sobre el comportamiento a deformación plástica en caliente reside básicamente en tres factores. En primer lugar, el esfuerzo de fluencia influye directamente en la ductilidad, de manera que un elevado esfuerzo de fluencia daría lugar a una menor ductilidad. En segundo lugar, las curvas de fluencia proporcionan información sobre los mecanismos de ablandamiento, los cuales son necesarios para incrementar la ductilidad del material. Y finalmente, el conformado en caliente permite la modificación de la estructura metalográfica y el tamaño de grano. Actualmente, el conformado en caliente no produce única y exclusivamente la geometría deseada, sino que es posible conferir las características microestructurales finales requeridas por la pieza. En consecuencia, para la simulación y control de las operaciones de conformado en caliente, es esencial conocer el comportamiento termomecánico de los aceros. Por todo esto, la deformación plástica en caliente es una de las áreas que requieren de investigaciones científicas adicionales, prestando atención

especial al papel que pueden tener los elementos de aleación y microaleación, residuales e impurezas en la composición del acero. Hasta el momento son pocos los trabajos de investigación relacionados con el efecto del boro sobre el comportamiento de ductilidad y fluencia en caliente de los aceros y, por consiguiente, la influencia y los mecanismos no han quedado del todo claros.

Por otro lado, la importancia de estudiar la cinética de transformación de fases de los aceros radica en la necesidad incesante del sector industrial por predecir la microestructura y, por ende, las propiedades mecánicas que se alcanzarían posteriores a determinados tratamientos térmicos o termomecánicos. La determinación de los diagramas de transformación isotérmica TTT (*Time-Temperature-Transformation*) proporciona un buen punto de partida para el análisis de la evolución microestructural en los aceros. Sin embargo, como la mayoría de los procesos tecnológicos de conformado en caliente de los aceros involucran enfriamientos a diferentes velocidades, dichos diagramas solo pueden ser una guía general. La cinética total de transformación de fases en enfriamiento continuo puede ser realmente descrita por los diagramas CCT (*Continuous-Cooling-Transformation*). A la vista de estos diagramas se dispone de una información precisa sobre la naturaleza de los microconstituyentes formados a partir de la austenita, para una velocidad de enfriamiento determinada, así como de las temperaturas de las transformaciones alotrópicas. Desafortunadamente, debido a su novedad, el comportamiento o cinética de transformación de fases y en particular, el efecto estricto del boro sobre la misma en los aceros avanzados de alta resistencia o ultra-alta resistencia no está bien documentado todavía.

La determinación de trabajar con un acero A-UHSS microaleado con boro viene también motivada por el alto precio de los elementos microaleantes tradicionales. En la actualidad, probablemente el boro sea el mejor elemento microaleante, considerando su bajo costo, cantidad y efecto sobre las distintas propiedades mecánicas de los aceros. Por otro lado, la razón de estudiar un acero de bajo contenido de carbono con Ni, Cr, V y Cu como elementos de aleación, se debe a la necesidad de desarrollar un acero que combine elevada dureza con buena tenacidad, soldabilidad y resistencia a la corrosión.

CAPÍTULO 1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS)

1.1.1 Definición y descripción general

Los Aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, por sus siglas en inglés) pueden definirse como aceros multifase de relativo bajo contenido de carbono y baja aleación, obtenidos a partir de composiciones químicas, tratamientos térmicos y/o termomecánicos muy específicos [1-8]. El contenido de carbono en estos aceros suele ser menor del 0.25% y los elementos aleantes y microaleantes normalmente presentes (Nb, Ti, V, Mo, Cr o B), por lo regular, en conjunto no superan el 2% en peso. La principal diferencia entre los aceros al carbono de alta resistencia (HSS, por sus siglas en inglés) convencionales y los AHSS se encuentra en su microestructura y, por ende, en sus propiedades mecánicas. Los aceros HSS convencionales constan de estructuras simples ferrítico-perlíticas, mientras que los AHSS son aceros constituidos por diversas fases (ferrita, martensita, bainita o austenita retenida) en cantidades balanceadas que resultan en aceros de elevada resistencia mecánica. La alta resistencia es derivada de efectos acumulativos tales como tamaño de grano fino, endurecimiento por solución sólida sustitucional e intersticial de elementos tales como C, Mn, Si y B, endurecimiento por precipitación de carburos y nitruros de Ti, Nb, V y/o B, endurecimiento por transformación de fase (transformación martensítica) y endurecimiento por deformación.

El Comité para las Aplicaciones Automotrices (*Committee on Automotive Applications*) del Instituto Internacional del Hierro y del Acero (*International Iron and Steel Institute*) y los programas ULSAB (*Ultra Light Steel Auto Body*) y ULSAB-AVC (*Advanced Vehicle Concept*) [1], define a los aceros HSS convencionales (*aceros al carbono-manganeso, C-Mn, aceros termoendurecidos, BH, aceros libres de intersticiales de alta resistencia, IF-HS, y aceros de alta resistencia y baja aleación, HSLA,*) a aquéllos con valores de resistencia a la tensión de 270 a 700 MPa, mientras que aceros con resistencias mayores que 700 MPa (*TRIP, DP, CP, MART y HPF*) son referidos aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS), tal como se muestra en la **Figura 1.1**.

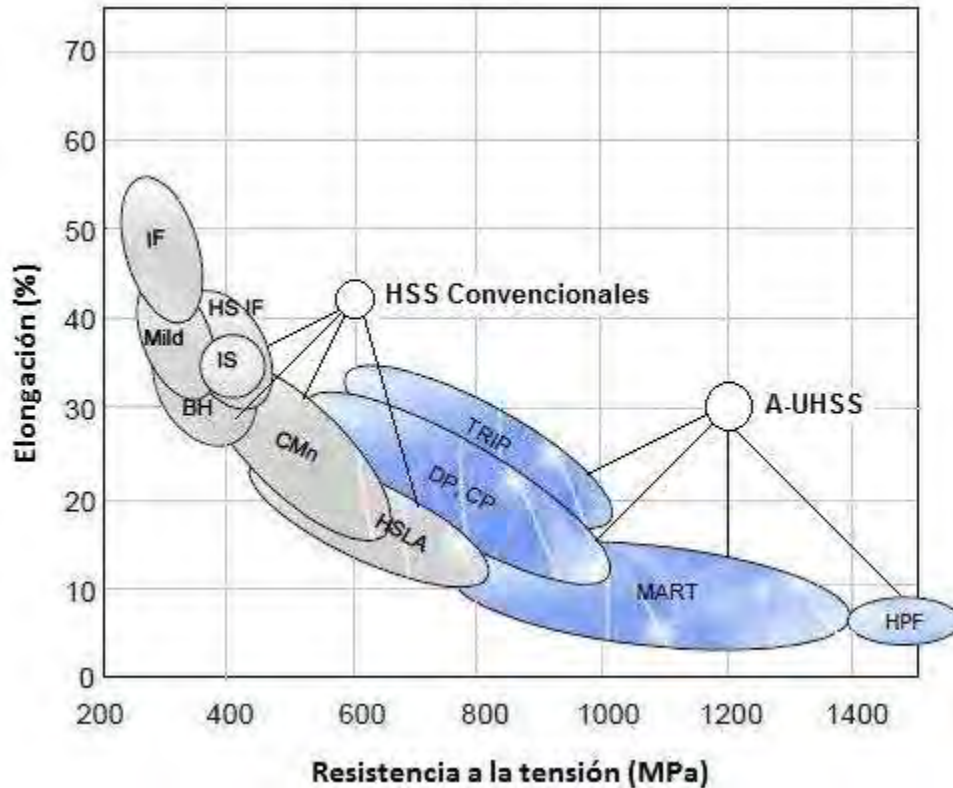


Figura 1.1 Diagrama de elongación vs resistencia a la tensión de aceros de alta resistencia (HSS) convencionales y aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) [1].

1.1.2 Clasificación y denominación de los aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS)

Los aceros A-UHSS cubren diferentes familias de aceros [1-8]. Dentro de los más comunes se encuentran los aceros de doble fase (*DP, Dual Phase*), los de plasticidad inducida por transformación (*TRIP, Transformation Induced Plasticity*), los de fase compleja (*CP, Complex Phase*), los aceros martensíticos (*MART.*) y los aceros de plasticidad inducida por maclaje (*TWIP, Twinning Induced Plasticity*). En los aceros *DP* el término dual proviene de la coexistencia de islas de martensita o bainita embebidas en una matriz de ferrita. Estos aceros son fabricados con un alto control en el enfriamiento de la austenita para posteriormente transformar ésta en martensita. Conforme la fracción de la segunda fase aumenta, la resistencia a la tensión aumenta y por consiguiente disminuye la ductilidad, por lo que las propiedades óptimas de estos aceros se logran cuando la fase de refuerzo ocupa un 20% del volumen. Los aceros *TRIP* presentan como mecanismo de endurecimiento por deformación la transformación de austenita a martensita inducida por el campo de esfuerzos generado a altos niveles de deformación. Su

microestructura consiste de una matriz ferrítica fina que contiene una dispersión de martensita y bainita con una cantidad de entre 5 y 20 % de austenita retenida. Las fases bainitas y martensitas son las encargadas de darle al material una alta resistencia. Los aceros *CP* se caracterizan por poseer una fina microestructura compuesta de pequeñas cantidades de martensita, austenita retenida y perlita en una matriz de ferrita y bainita. El afino de grano es producido por recristalización o por la acción de microaleantes (precipitación de carburos o nitruros de V, Ti, Nb, B o Al). Este tipo de aceros al igual que los *martensíticos* poseen las más altas propiedades de resistencia pero la más baja ductilidad. En comparación con los aceros *DP*, los aceros *CP* muestran un límite elástico significativamente más alto con igual o mayor resistencia a la tracción. En los aceros *martensíticos* la austenita presente durante la laminación en caliente o recocido se transforma casi en su mayoría a martensita durante el proceso de templado, de manera que también presentan cantidades mínimas de bainita y ferrita. Dentro del grado de aceros multifase, los aceros *martensíticos* muestran el más alto nivel de resistencia a la tracción, alcanzando valores de hasta 1700 MPa. Los aceros *TWIP* tienen un alto contenido de manganeso (17-24%) que hace que el acero sea completamente austenítico a temperatura ambiente. Esto da lugar a que el principal modo de deformación sea el maclaje dentro de los granos. El maclaje causa un alto valor de velocidad de endurecimiento instantáneo con una microestructura muy fina. Los límites de las maclas resultantes actúan como límites de grano y refuerzan el acero. Los aceros *TWIP* combinan una resistencia extremadamente alta con una excelente formabilidad.

La industria del acero en forma global, ha recomendado un sistema de denominación para estos aceros consistente en sus siglas seguidas de su valor de resistencia a la cedencia y su resistencia máxima, para todos los grados de acero [1]. Bajo esta nomenclatura, los aceros son identificados como “XX aaa/bbb”, donde:

XX = Grado de acero.

aaa = Esfuerzo de cedencia en MPa.

bbb = Resistencia máxima en MPa.

La **Tabla 1.1** muestra algunos ejemplos de la denominación y propiedades mecánicas típicas de una gama de grados de aceros comerciales A-UHSS.

Tabla 1.1 Ejemplos de grados de aceros comerciales A-UHSS clasificados por ULSAB-AVC [1].

Grado de acero	Esfuerzo de cedencia (MPa)	Resistencia máxima (MPa)	% Elongación
HSLA 350/450	350	450	23-27
DP 300/500	300	500	30-34
DP 350/600	350	600	24-30
TRIP 450/800	450	800	26-32
DP 500/800	500	800	14-20
CP 700/800	700	800	10-15
DP 700/1000	700	1000	12-17
MS 1250/1520	1250	1520	4-6

1.1.3 Propiedades y aplicaciones de los aceros A-UHSS

Las propiedades mecánicas y formabilidad tecnológica de los aceros A-UHSS son dependientes de las proporciones relativas y propiedades mecánicas de los constituyentes microestructurales individuales [4, 96, 97]. En este sentido, su comportamiento mecánico puede ser comparado con materiales compuestos consistiendo de una matriz y componentes de refuerzo. En general, en estos aceros de última generación, la ferrita forma la matriz mientras las fases endurecedoras son martensita y/o bainita, lo cual ofrece una atractiva combinación de alta resistencia y excelente tenacidad y ductilidad.

La excelente combinación de propiedades mecánicas hace de los aceros A-UHSS una elección atractiva para la fabricación de componentes automotrices. Los usos más comunes son en parachoques, barras de protección lateral, largueros frontales, travesaños, arco y refuerzo longitudinal del techo, barras de impacto lateral de las puertas, etc. [1]. Algunos ejemplos de aplicaciones en otros segmentos o sectores son en la construcción de maquinaria pesada, estructuras de edificios, plataformas marítimas y tuberías [98-101], en aplicaciones críticas como en la fabricación de cubiertas de motores de cohetes, trenes de aterrizaje de aviones, turbinas y recipientes a presión [102].

1.1.4 Efecto de los elementos de aleación en las propiedades mecánicas de los aceros

Las excelentes propiedades mecánicas de los aceros A-UHSS dependen en su gran mayoría de la composición química. Los mecanismos de refinamiento de grano, transformaciones de fase, endurecimiento por solución sólida y precipitación, los cuales controlan directa o indirectamente los niveles de dureza y resistencia mecánica son dependientes de la composición química del acero. A continuación se describe de manera sintetizada el efecto individual de algunos elementos de aleación y microaleación regularmente presentes en estos aceros [87-89, 103].

✓ Carbono

Es un elemento que actúa como estabilizador de la austenita (gammágeno). Aumenta la templabilidad de los aceros. Es considerado el principal elemento endurecedor de los aceros. La dureza y resistencia a la tensión incrementan en la medida que se incrementa el contenido de C hasta aproximadamente 0.85% en peso. Por el contrario, la ductilidad y soldabilidad disminuyen con el incremento del contenido de C.

✓ Manganeso

Disminuye la temperatura de transformación de austenita a ferrita, es decir, es un elemento estabilizador de la austenita. A partir de 1.5% en peso contribuye al incremento de la dureza y resistencia del acero pero en menor medida que el C. Tiene un significativo efecto sobre la templabilidad de los aceros. El estudio de la influencia del Mn sobre el conformado a elevadas temperaturas de aceros de baja aleación es quizá el más limitado. Se cree que el Mn no afecta significativamente a los mecanismos de deformación, sobre todo a bajos niveles de aleación ya que es un estabilizador de la austenita y su estructura de red y radio atómico es similar.

✓ Níquel

Es un elemento que actúa como estabilizador de la austenita, sin afinidad por el C y completamente soluble en el Fe. Al no tener afinidad por el C y ser completamente soluble, no forma carburos, con lo que se encuentra en solución en la ferrita reforzándola, y por lo tanto, aumentando la tenacidad del acero. Tiende a aumentar la resistencia a la cedencia y mejora la ductilidad y la resistencia a la fatiga. Al emplearse conjuntamente con el Cr incrementa aún más

la dureza y la resistencia al desgaste. A elevadas temperaturas potencia el efecto del B en los aceros [104].

✓ **Cromo**

El Cr restringe el campo de existencia del hierro gamma (γ) para favorecer la expansión del hierro alfa (α) de manera que para contenidos de Cr superiores al 12 % aproximadamente, la aleación conserva la estructura ferrítica desde la temperatura ambiente hasta su fusión. Es un fuerte formador de carburos, lo que le convierte en un elemento endurecedor que mejora bastante las propiedades mecánicas de los aceros. Mejora la templabilidad y tiende a incrementar la resistencia a la cedencia y resistencia al desgaste. Se añade normalmente junto al Cu para mejorar la resistencia a la corrosión ya que juntos generan una capa de óxido protectora de los acero.

✓ **Vanadio**

Al igual que el Cr, el V es un elemento estabilizador de la ferrita, es decir, su adición provoca un aumento de las temperaturas intercríticas de inicio (Ac_1) y final (Ac_3) de la formación de austenita. Es uno de los contribuyentes primarios al fortalecimiento por precipitación en aceros microaleados. Es un fuerte formador de carburos o nitruros en los límites de grano de la austenita dando lugar a un endurecimiento por precipitación del acero, por lo tanto, un aumento en el contenido de V se traduce en una disminución de la ductilidad del acero. Se utiliza para el control del tamaño de grano en los aceros en condición de rolado. Su adición en los aceros de baja y mediana aleación genera un refinamiento de grano. La temperatura de transición de impacto también aumenta cuando se agrega V. Retarda el crecimiento de grano incluso después de las exposiciones largas a altas temperaturas y ayuda a controlar las estructuras granulares durante el tratamiento térmico.

✓ **Cobre**

El Cu a diferencia de los elementos anteriores, se ha utilizado muy poco en los aceros avanzados de alta resistencia o ultra-alta resistencia. Además de provocar un endurecimiento en la ferrita, este elemento de aleación mejora la dureza y la tenacidad acompañados de un retraso en el temple. En un tratamiento termomecánico, éste aparece como un fino precipitado de Cu (precipitado epsilon) coherente con la matriz y conglomerados (*clusters*) esféricos BCC ricos en

Cu de orden nanométrico que aumentan la dureza del acero. Debido a su tendencia moderada a segregar, puede precipitar en la ferrita reforzándola y dando lugar a una considerable pérdida de la ductilidad para rangos de temperatura bajos (600 a 750 °C).

1.1.5 Efecto del Boro

El boro es uno de los elementos microaleantes recientemente usados para la obtención de aceros avanzados de alta resistencia o ultra-alta resistencia. Es considerado el elemento más significativo en la contracción del campo de la austenita, por lo tanto, sus adiciones provocan siempre un aumento de las temperaturas Ac_1 y Ac_3 . La fracción volumétrica de austenita presente es directamente proporcional al contenido de boro en el acero (ver **Figura 1.2**) [105].

Como se mencionó anteriormente, el boro es un elemento de aleación que en cantidades muy pequeñas tiene una extraordinaria eficacia para mejorar la templabilidad. Es el único elemento de aleación en que un contenido soluble de 0.0010 a 0.0030% en peso puede proveer un efecto de templabilidad equivalente a adiciones aproximadas de 0.5% de otros elementos tales como el Mn, Cr y Mo [93]. Así mismo, La adición de pequeñas cantidades de boro produce un efecto idéntico en el acero que el agregar grandes porcentajes de C (equivalente hasta en 15 veces más) [94]. Adiciones de 10-25 ppm de boro en aceros de bajo contenido de carbono mejoran tanto la resistencia como la tenacidad, mientras que altos contenidos proporcionan mejoramiento de la resistencia pero se produce una disminución de la tenacidad. Una adición de boro superior a 0.01% en los aceros austeníticos aumenta su resistencia a altas temperaturas [106]. Los niveles residuales de boro (20 a 40 ppm) en los aceros tienen una gran influencia sobre la microestructura y dureza de uniones soldadas. La cinética de descomposición de austenita a ferrita se retarda resultando en la formación de microestructuras bainítico-martensíticas en el metal de soldadura [91]. Las adiciones de boro también producen un efecto notable sobre el tipo, tamaño y morfología de las estructuras ferríticas. Conforme aumenta el contenido de boro en los aceros decrece la presencia de la ferrita alotriomórfica y prácticamente desaparece la ferrita Widmanstätten [92].

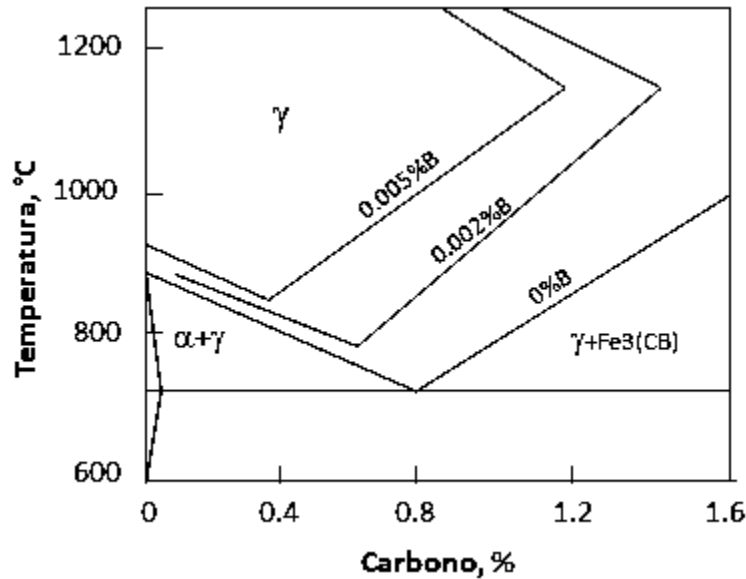


Figura 1.2 Efecto del boro sobre el diagrama de fases Fe-Fe₃C [105].

1.2 Localización del boro en la red del hierro

1.2.1 Solubilidad del boro en hierro

La solubilidad del boro en el hierro ha sido investigada desde los inicios de los aceros al boro, habiéndose publicado diferentes valores para los límites de hierro alfa y gamma [107]. Debido a las muy pequeñas cantidades de boro añadido al acero, la pureza de los materiales utilizados para determinar la solubilidad se vuelve extremadamente importante. Las solubilidades reportadas por diferentes investigadores han tendido a niveles más bajos ya que la pureza de los materiales se ha incrementado, lo que demuestra que existe una fuerte interacción entre el boro y otros elementos, en particular intersticiales, los cuales pueden estar presentes en el hierro. La Figura 1.3 muestra los diagramas de fase para el extremo inferior-boro del sistema Fe-B reportado por Brown *et al.* [108]. Cabe señalar que hay poca información disponible respecto al efecto de boro sobre la solubilidad del carbono, aunque varios autores [109, 110] han reportado que, en el caso de aceros austeníticos, la adición de boro no tiene ningún efecto sobre la solubilidad del carbono.

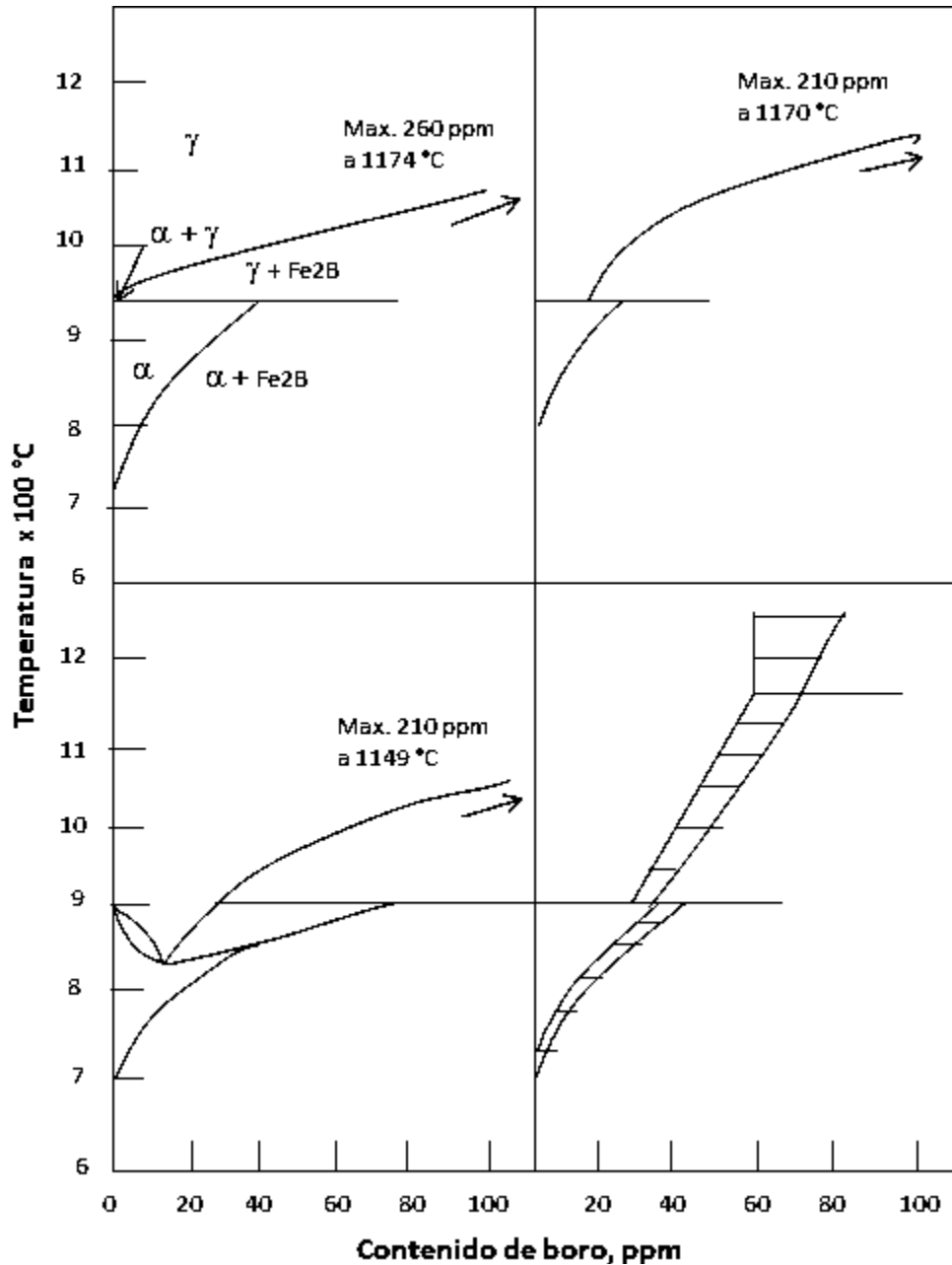


Figura 1.3 Diagrama de fases del sistema Fe-B [108].

1.2.2 Naturaleza del boro en la red de hierro

Al igual que en el caso de la determinación de la solubilidad, también existe controversia en cuanto a si el boro forma una solución sólida intersticial o sustitucional en la red del hierro. El radio atómico del boro es un valor intermedio entre los asociados con cada modo de solución (ver **Tabla 1.2**) y se han presentado muchos datos contradictorios soportando una u otra idea. Sobre la naturaleza del boro en el hierro α , difracciones de rayos-X del parámetro de red del hierro α

[111], experimentos de difusión [112] y medidas de fricción interna [113], refieren solución sólida sustitucional. Por otro lado, las mediciones de la fricción interna realizadas por otros autores sugieren una solución sólida intersticial en el hierro α [108]. Algunos autores han sugerido también sobre la base de las mismas mediciones que el boro pudiera estar tanto en posiciones intersticiales como sustitucionales [114].

Tabla 1.2 Radio atómico de elementos de aleación en aceros [74].

Elemento	N	C	B	Fe	Mn	Mo	Ti	Nb
Radio atómico (Å)	0.71	0.77	0.97	1.274	1.312	1.40	1.462	1.468

La localización de los átomos de boro en la red de la austenita también ha sido objeto de cierta controversia. Los datos obtenidos por Nicholson [115] dieron velocidades de difusión y una energía de activación apropiada a solubilidad intersticial. Del mismo modo, una discontinuidad pronunciada fue observada por Goldhoff y Spretnak [116] en experimentos de expansión térmica dentro de la región de la austenita, lo que sugiere que hay una transición en la posición de los átomos de boro en la red lejos de los sitios sustitucionales con el aumento de la temperatura. En oposición a los resultados anteriores, los estudios de espaciado reticular [117] han demostrado contracción reticular cuando se añade boro a la austenita, lo que sugiere una localización sustitucional de los átomos de boro.

Como ya se ha sugerido, uno de los factores más importantes que pueden ser responsables de tal incertidumbre acerca de la ubicación de los átomos de boro en la red del hierro es la falta de pureza de los materiales investigados, según lo reportado por Goldschmidt [118]. La presencia simultánea de carbono como un átomo intersticial-competitivo, o de silicio como un átomo sustitucional-competitivo, puede tener una profunda influencia en la posición del boro. Para explicar estas observaciones aparentemente contradictorias, es absolutamente necesario un conocimiento detallado de la interacción entre los átomos de boro y otros defectos en la red tales como vacancias, átomos de soluto sustitucionales e intersticiales, dislocaciones y límites de grano. Pequeños cambios en las condiciones de tratamiento térmico e historial de deformación de las muestras, los cuales pueden modificar las concentraciones de defectos también pueden afectar las mediciones experimentales de los parámetros físicos relacionados con la ubicación de los átomos de boro.

1.3 Mecanismos de segregación intergranular

El término de segregación intergranular se utiliza para describir la concentración localizada de átomos de solutos en los límites de grano. Existen dos tipos de segregación intergranular, la segregación de equilibrio y la de no-equilibrio. En las segregaciones de equilibrio, los átomos de soluto ocupan los sitios en los límites de grano para minimizar la energía libre del sistema, se trata de un proceso termodinámico. Las segregaciones de no-equilibrio, sin embargo, son un proceso cinético en el que los átomos de soluto forman pares o asociaciones con las vacancias que se desplazan al límite de grano. Los aceros microaleados al boro pueden presentar ambos mecanismos de segregación intergranular [61, 63, 119].

1.3.1 Segregación de equilibrio del boro

El fenómeno de la segregación de equilibrio de solutos a las interfaces en sólidos ha sido descrito por McLean [120]. Desde entonces, varios autores han revisado periódicamente las últimas novedades con respecto a la comprensión del fenómeno y las técnicas utilizadas para estudiar dicha segregación [121, 122]. Debido a las grandes diferencias de tamaño entre el boro y los átomos de la matriz, la energía de enlace elástica para las dislocaciones y los límites de grano es muy fuerte, como se muestra en la **Tabla 1.3**. La fuerza impulsora para este tipo de segregación es entonces la minimización de la energía libre superficial que se produce por la segregación de átomos de soluto a estos sitios.

Tabla 1.3. Energías de enlace entre átomos de boro y defectos de la red cristalina [74].

Defecto cristalino	Energía de enlace	
	KJ/mol	eV
Límites de grano	40.2	0.42
	55.3	0.57
Dislocaciones	≈58	≈0.6
Vacancias	48.3	0.5

La segregación de equilibrio consiste básicamente en el movimiento de átomos de soluto desde la matriz hacia los límites de grano, lo cual minimiza la energía libre del sistema. En dicho mecanismo, los átomos de boro que difunden hacia los límites de grano son principalmente

mantenidos en estos sitios que presumiblemente son de alta distorsión. Para este caso la estructura segregada forma una condición de equilibrio estable. La segregación de equilibrio es un proceso que aumenta conforme la temperatura decrece [119] y se induce químicamente por fuerzas conductoras como:

- a) La reducción en la energía libre que ocurre cuando un átomo de impureza se mueve dentro de regiones de desorden que rodean los límites de grano
- b) La saturación de los enlaces libres de la superficie que interactúan con los átomos del elemento disuelto, sobre todo en el caso de elementos intersticiales como el boro.
- c) La diferencia entre la energía superficial del hierro y la del elemento disuelto.
- d) La disposición en energía elástica causada por la liberación de átomos en disolución (tanto intersticiales como sustitucionales).
- e) La ionización de los elementos disueltos [123].

La segregación de equilibrio es directamente proporcional a la concentración del elemento de aleación en el hierro, por lo que en el caso de aceros microaleados al boro aumenta conforme lo hace el contenido de boro, y además es fundamental para que ocurra la recristalización porque a causa de él, la energía superficial decrece [124, 125].

1.3.2 Segregación de no equilibrio del boro

La segregación de no equilibrio de boro a las interfaces fue observado por primera vez por Westbrook [122], quien detectó un aumento de la dureza de los límites de grano en un número de aleaciones no ferrosas templadas. Westbrook relacionó este incremento con la segregación atómica a los límites de grano producido durante el enfriamiento. Las bases teóricas de la segregación de no equilibrio fueron establecidas por primera vez por Aust *et al.* [125] y por Anthony [126]. Los mecanismos propuestos para la segregación de no equilibrio se originan en el postulado de que las vacancias móviles y las impurezas pueden formar fases o compuestos complejos, tal como es reportado por Bercovici *et al.* [127]. El equilibrio que debe existir entre las tres especies (vacancias, impurezas aisladas y complejos) durante el enfriamiento y el hecho de que las vacancias son aniquiladas en las dislocaciones, límites de grano y las interfaces dará lugar a la segregación de los átomos de soluto a estos sitios. Después de mantener a una temperatura dada (por ejemplo la temperatura de tratamiento de solución), las concentraciones en

volumen de las vacancias $[v]$, átomos de boro $[B]$ y complejos $[c]$ son uniformes, y el equilibrio termodinámico puede ser escrito como:

$$[v] + [B] = [c] \dots \dots \dots (1.1)$$

Durante el enfriamiento se produce una sobresaturación de lugares vacantes y átomos de boro pero cerca de los límites de grano, la sobresaturación con respecto a las vacantes es rápidamente reducida por su migración a los límites. Con el fin de mantener el equilibrio determinado por la **ecuación (1.1)**, la concentración de complejos debe disminuir; los complejos también migran a los límites de grano y en consecuencia la concentración de boro debe aumentar en estos lugares. Simultáneamente, lejos de la zona de límite de grano, donde las vacantes no pueden ser aniquiladas, la sobresaturación inducida de vacancias debe moverse hacia la derecha (relación 1.1), conduciendo a un aumento en la concentración de los complejos. El gradiente de concentración entonces induce la difusión de los complejos vacancia-boro a la zona de límite de grano y entonces mantiene una alta concentración de átomos de boro en estas regiones, las cuales de otro modo tenderían a ser reducidas por difusión posterior. Williams *et al.* [128] aplicaron este concepto para el caso de la segregación de no-equilibrio de boro a los límites de grano de austenita en aceros inoxidable austeníticos AISI 316 tratados en solución. En su análisis, asumen que para que el mecanismo anterior sea operativo durante el enfriamiento, la movilidad de los complejos debe ser más alta que la individual de vacancias y átomos de boro. De acuerdo con este punto de vista, ellos asumen que la difusividad de los complejos boro-vacancias es aproximadamente 70 veces más rápida que la de los átomos de boro y también mucho más alta que la de las vacancias. Basado en los resultados experimentales reportados por tales autores también se supone [129] que el boro es llevado a los límites de grano en la forma de boro-divacancias o monovacancias a temperaturas superiores o inferiores a 1000 °C, respectivamente. La cinética del proceso de segregación de no equilibrio ha sido estudiada por diversos autores, y se han utilizado ambas aproximaciones, experimentales y teóricas. Para el caso de la segregación de boro, los estudios experimentales se han centrado principalmente en aceros inoxidable [128, 130] y en aceros de baja aleación [76, 131]. Las diferencias en la composición, el tratamiento térmico y la velocidad de enfriamiento hacen que sea difícil hacer comparaciones entre los diferentes resultados. Sin embargo, se han propuesto relaciones para predecir la velocidad de desarrollo de la segregación de no-equilibrio [128]. La **Tabla 1.4** resume las dos principales

características que pueden, en principio, ser utilizadas para distinguir la segregación de no equilibrio de la de equilibrio.

Tabla 1.4 Características de cada tipo de segregación [74].

Segregación de equilibrio	Segregación de no equilibrio
La segregación disminuye cuando la temperatura incrementa.	La segregación incrementa cuando la temperatura incrementa.
El estado de energía más bajo corresponde a la segregación equilibrio.	El estado de energía más bajo corresponde a la distribución uniforme de soluto (a altas temperaturas).

1.4 Ductilidad en caliente y su relación con la aparición de grietas en aceros avanzados de alta resistencia.

Como se apuntó anteriormente, la ductilidad en caliente de diferentes grados de acero ha sido objeto de diversos estudios al estar relacionada con la presencia de grietas transversales en la superficie de algunos productos de colada continua. Tales grietas suelen aparecer y propagarse durante la operación de enderezado a temperaturas (700-1000 °C) y velocidades de deformación (0.001 a 0.0001 s⁻¹) para las que la mayoría de aceros presentan pérdidas de ductilidad [9-12]. Esta relación que se ha podido establecer entre el agrietamiento transversal y la ductilidad en caliente, ha permitido reducir la incidencia de la aparición de grietas superficiales gracias a los datos obtenidos mediante ensayos de laboratorio tales como el de tracción, flexión o torsión en caliente, que permiten simular la etapa de enderezado.

1.4.1 Evaluación de la ductilidad en caliente

El ensayo de flexión en caliente es el que permite simular de mejor manera las condiciones termo-mecánicas que se dan en la superficie del producto semi-elaborado durante la operación de enderezado en la colada continua. Para este tipo de ensayos, la medida de la ductilidad se realiza mediante la severidad del agrietamiento superficial de la probeta [132], pero debido a la dificultad que supone cuantificar este parámetro, dicho ensayo es escasamente utilizado [9]. El ensayo de torsión en caliente también se utiliza con el mismo fin, sin embargo, en este caso las deformaciones implicadas son muy grandes y además resulta difícil interpretar las superficies de fractura, por lo que éste tampoco es el más conveniente para evaluar la ductilidad en caliente del acero [9, 133]. A pesar de los inconvenientes que presenta el ensayo de

tracción en caliente tales como la aparición del fenómeno de estricción, el cual no permite controlar la velocidad de deformación, éste es el más efectivo y utilizado de forma generalizada para evaluar la susceptibilidad de un acero a presentar agrietamiento transversal [9-12, 133].

1.4.2 Descripción de la curva de ductilidad en caliente

La curva de ductilidad en caliente representa el porcentaje de reducción de área (%*RA*) de los especímenes ensayados en tracción hasta la fractura como una función de la temperatura. Los valores de reducción de área (%*RA*) de las probetas se toman como medida de la ductilidad. Es frecuente establecer un valor umbral de %*RA* por debajo del cual se considera la posibilidad de que aparezcan grietas transversales en el acero durante el proceso de colada continua. Un valor conservador y que se puede utilizar para cualquier tipo de acero y condición de ensayo es 60%, aunque puede disminuir para determinadas composiciones, ciclos térmicos y velocidades de deformación [134]. Para la mayoría de aceros C-Mn la curva de ductilidad en caliente se caracteriza por la existencia de tres zonas claramente diferenciadas (ver **Figura 1.4**): a) Zona 1 valle de ductilidad a temperaturas intermedias, b) Zona 2 de alta ductilidad a bajas temperaturas y c) Zona 3 de alta ductilidad a altas temperaturas [9-11].

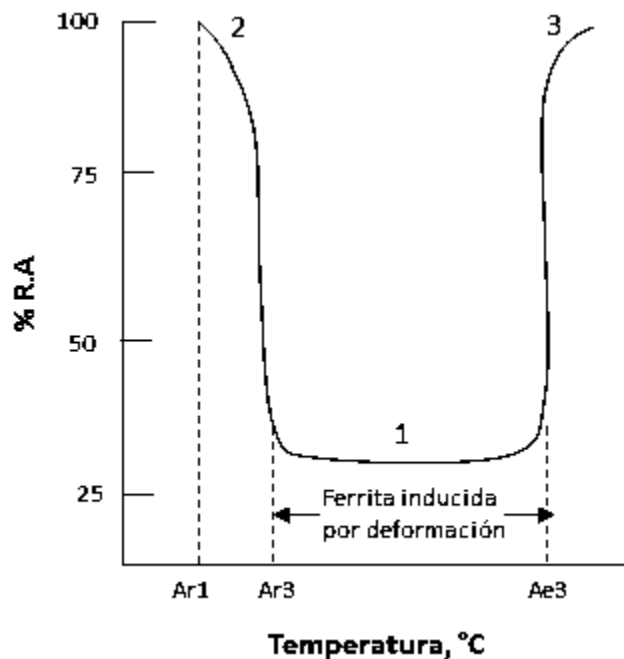


Figura 1.4 Diagrama esquemático de la curva de ductilidad en caliente controlada por transformación de fase para aceros C-Mn [10].

1.4.2.1 Valle de ductilidad a temperaturas intermedias

El valle o pozo de ductilidad (Zona 1) ocurre en la región de baja temperatura de la austenita, incluyendo la transformación de fase de austenita a ferrita, es decir, desde 700 a aproximadamente 900 °C, dependiendo de la composición del acero [9]. La baja ductilidad exhibida en esta zona está siempre relacionada con fractura intergranular en los límites de grano de la austenita y puede ser explicada por cuatro posibles mecanismos:

1. Deslizamiento en los límites de grano

Se define como la deformación plástica limitada a los límites de grano. Este mecanismo ocurre con mayor frecuencia en la austenita que en la ferrita, ya que la austenita presenta poca capacidad de recuperar dinámicamente impidiendo la relajación de los esfuerzos acumulados en los puntos triples de los límites de grano, lo que conduce a una fractura intergranular frágil [9]. El deslizamiento en los límites de grano que se esquematiza en la **Figura 1.5** es considerado como el principal mecanismo de deformación y fractura bajo condiciones de *creep*, es decir, para velocidades de deformación de 10^{-4}s^{-1} e inferiores.

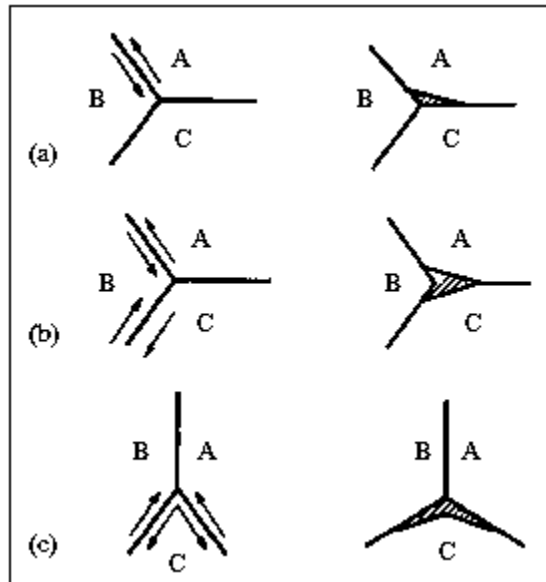


Figura 1.5 Modelo esquemático mostrando la formación de grietas mediante deslizamiento en los límites de grano. Las flechas indican el deslizamiento del límite y el sentido de traslación [9].

2. Creación de zonas libres de precipitados

Como ya se mencionó anteriormente, las velocidades empleadas en la etapa de enderezado durante la colada continua son lentas. Precipitación dinámica y precipitación inducida por deformación de Nb(C, N), AlN, V(C, N) ocurre a velocidades lentas de deformación y dentro de un rango crítico de temperatura [135]. En la región monofásica de austenita, los precipitados se forman preferencialmente en los límites de grano austeníticos, lo cual da lugar a la creación de zonas blandas libres de precipitados (*PFZ, Precipitate Free Zone*) adyacente a los límites de grano donde se concentra la deformación. Se forman microcavidades por descohesión de la interface precipitado-matriz, eventualmente resultando en una coalescencia de huecos y propagación de grietas a lo largo de los límites de grano. La fractura que se produce cuando actúa este mecanismo es intergranular dúctil y se asocia principalmente con precipitación fina sobre los límites de grano [9-11, 132-136]. El mecanismo se esquematiza en las etapas a, b y c mostradas en la **Figura 1.6**.

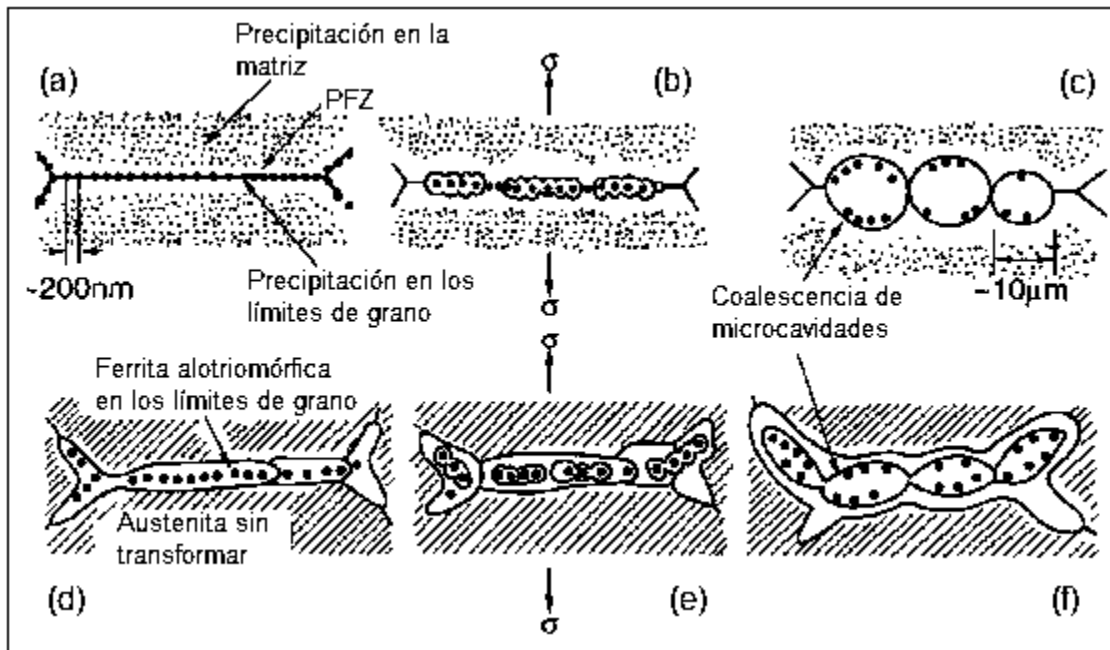


Figura 1.6 Ilustración esquemática mostrando coalescencia de huecos intergranular por deformación en la región de austenítica de baja temperatura (a-c) y en la región bifásica $\gamma - \alpha$ (d-f) [136].

3. Formación de capas delgadas de ferrita sobre los límites grano austeníticos

Durante el enfriamiento puede formarse ferrita inducida por deformación a temperaturas

por encima de la temperatura Ar_3 (temperatura de inicio de transformación a una velocidad de enfriamiento constante) o incluso a temperaturas tan altas como Ae_3 (temperatura de transformación de equilibrio de la austenita en ferrita) [9-11, 134, 137]. Esta ferrita en forma de capas finas de aproximadamente 5 a 20 μm de espesor, al ser más blanda actúa en forma similar que las zonas libres de precipitados, es decir, conduce a una concentración de la deformación y consecuentemente a una descohesión en los precipitados situados sobre los límites de grano de la austenita (etapas d, e y f de la **Figura 1.6**). La fractura que se produce cuando actúa este mecanismo también es intergranular dúctil. Precipitados tales como MnS son usualmente encontrados en dichas capas de ferrita [138], tal como se ilustra en la **Figura 1.7**. La ductilidad mejora a medida que la capa de ferrita se engrosa, lo que reduce la concentración de tensión en los límites de grano.

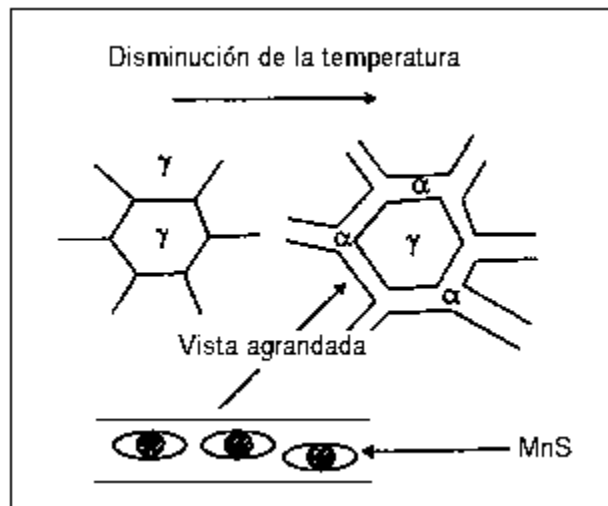


Figura 1.7 Fragilización por la formación de una capa fina de ferrita inducida por deformación [9].

4. Supresión de la recristalización dinámica en la austenita

Ocurre debido a la precipitación en los límites de grano de finos carburos o nitruros durante la deformación, conocida como precipitación dinámica [139]. La movilidad en los límites de grano es reducida, conduciendo a un crecimiento de huecos o cavidades alrededor de los precipitados, facilitando entonces la propagación intergranular de grietas, aun en una microestructura completamente austenítica [140]. Este mecanismo se asocia generalmente con aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA). Inicialmente, la precipitación casi continua de

partículas tales como $M_{23}C_6$ y $Nb(C,N)$ ocurre sobre los límites de grano de la austenita (**Figura 1.8a**), entonces se forman microcavidades (**Figura 1.8b**) seguido de la coalescencia de las mismas (**Figura 1.8c**). Mintz y Arrowsmith [21] encontraron que los planchones de acero donde no hubo pérdidas por rechazo del producto debido a la formación de grietas tenían una distribución gruesa de $Nb(C,N)$ en los límites de grano de la austenita, mientras que los productos semi-elaborados rechazados por grietas tenían precipitación fina en los límites de grano. El efecto del tamaño de partícula observado en la ductilidad en caliente está relacionado con el efecto del tamaño de partícula sobre la movilidad del límite de grano: partículas más gruesas con un espaciamiento entre partículas más grande son menos perjudiciales para la movilidad del límite de grano y la ductilidad en caliente que las partículas finas, densamente espaciadas [140].

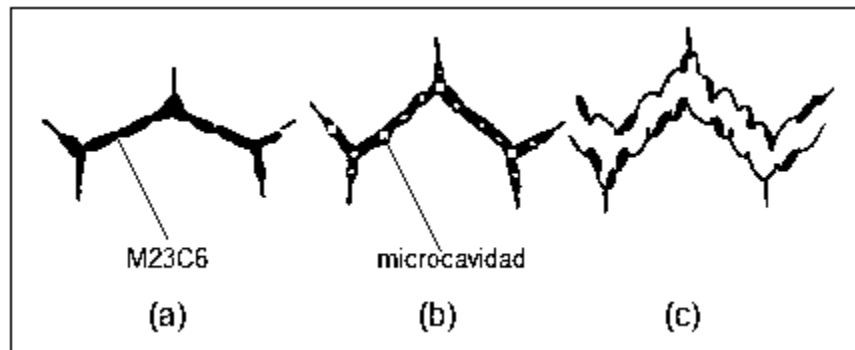


Figura 1.8 Falla intergranular por supresión de la recrystalización en la austenita: (a) precipitación casi continua de $M_{23}C_6$, (b) formación de microcavidades alrededor de las partículas de $M_{23}C_6$ y (c) coalescencia de microcavidades [136].

Cuando el proceso de enderezado en la colada continua se lleva a cabo a temperaturas que coinciden con el valle de ductilidad, las posibilidades de que aparezca el agrietamiento superficial son mayores y dependen de los valores que la ductilidad alcance en el valle de la curva de ductilidad.

1.4.2.2 Zona de alta ductilidad a bajas temperaturas

La recuperación de la ductilidad a bajas temperaturas (Zona 2) se consigue cuando aumenta la fracción en volumen de ferrita [9-11, 134, 137]. En ese caso, la ferrita ya no se encuentra en forma de una fina capa rodeando los límites de grano austeníticos y, por lo tanto, no concentra las deformaciones en dichas regiones. Además, la diferencia de resistencia entre la

ferrita y la austenita disminuye al bajar la temperatura, aumenta la deformación plástica en la austenita y, lo que es más importante, disminuye la deformación en la ferrita, de forma que ésta ya no se localiza en lugares preferentes. Por otro lado, al estar la ferrita presente en mayores proporciones y dada su alta energía de falla de apilamiento, se está favoreciendo el fenómeno de ablandamiento por recuperación dinámica, lo que favorece el aumento de la ductilidad. Así pues, la observación de la curva de reducción de área en función de la temperatura permite conocer los intervalos de temperatura a los que es más aconsejable llevar a cabo el enderezado. Trabajar en el intervalo de alta ductilidad a bajas temperaturas permite prevenir la formación de grietas en aceros con contenidos en carbono inferiores al 0.3% por la formación de grandes cantidades de ferrita antes de la deformación. Con mayores contenidos en carbono, es necesario llegar a menores temperaturas (600 a 700 °C) que producen capas más gruesas de ferrita inducida por deformación y la diferencia entre la resistencia de la austenita y la de la ferrita es menor, lo que disminuye la concentración de las deformaciones en los límites de grano.

1.4.2.3 Zona de alta ductilidad a altas temperaturas

La recuperación de la ductilidad a altas temperaturas (Zona 3) puede ser debida a la desaparición de la fina capa de ferrita, de manera que no habrá localización de las deformaciones que facilite una fractura intergranular [9-11, 134, 137]. Cuando la recuperación de la ductilidad se produce a temperaturas superiores a A_{e3} , la ductilidad mejora gracias a que los mecanismos de fragilización que podrían actuar en este intervalo de temperaturas (existencia de zonas libres de precipitados y deslizamiento en el límite de grano) han dejado de actuar. Por un lado, al aumentar la temperatura se favorece la disolución de los elementos microaleantes que pudieran estar en forma de precipitados tanto en la matriz como en los límites de grano y esto sucederá a mayores o menores temperaturas dependiendo del tipo de precipitado y de su solubilidad en la austenita. Por otro lado, temperaturas más elevadas también implican menores esfuerzos de fluencia al aumentar la “recuperación dinámica”, lo que reduce la concentración de esfuerzos en los lugares de nucleación de grietas. Además, a mayores temperaturas se favorece la recristalización dinámica [10]. Este fenómeno permite mejorar la ductilidad porque implica la migración de los límites de grano de tal modo que las grietas ya iniciadas se aíslan de los límites de grano iniciales y se dificulta su crecimiento y unión.

1.4.3 Factores que afectan la ductilidad en caliente

Son diversos los factores que afectan la ductilidad en caliente del acero, no obstante, se considera a la composición química, microestructura (tamaño de grano) y velocidad de enfriamiento posterior al tratamiento térmico de austenización como los más importantes [9-11]. La morfología de la curva de ductilidad en caliente del acero y más concretamente, la profundidad y ancho del valle de ductilidad depende en demasía de estos parámetros.

1.4.3.1 Efecto de los elementos de aleación

Cada elemento de aleación o microaleación en el acero tiene un impacto sobre la ductilidad en caliente del acero. Sin embargo, para la mayoría de casos su efecto es específico del tipo de acero y procedimiento de ensayo usado en cada investigación. A continuación se describe en forma general el efecto individual de algunos elementos de aleación y microaleación regularmente presentes en los aceros avanzados de ultra-alta resistencia.

- **Efecto del Carbono**

El C es uno de los elementos de aleación más importantes, el cual puede cambiar el comportamiento en caliente tanto como la microestructura y cinética de transformaciones metalúrgicas del acero. Sin embargo, hay pocos estudios relacionados con el efecto del contenido del mismo sobre la ductilidad en caliente de los aceros y, por tanto, su efecto es un tanto contradictorio [9-11, 141]. El ancho y profundidad del valle de ductilidad suele estar controlado por los porcentajes de C en el acero. Se ha demostrado que reduciendo el nivel de C, el cual incrementa la velocidad de transformación de austenita a ferrita es más efectivo en fomentar la formación de grandes cantidades de ferrita inducida por deformación justo por debajo de Ae_3 , resultando en valles de ductilidad muy estrechos. Los niveles de carbono deben ser $<0.1\%$ en peso para que esto ocurra. En aceros C-Mn, para contenidos de hasta 0.3% , la pérdida de ductilidad se traslada a menores temperaturas al aumentar el contenido en C debido a su efecto sobre Ar_3 . A partir de $0.3\%C$, la caída de la ductilidad se traslada a mayores temperaturas. Crowther y Mintz [23] justifican este comportamiento bajo la suposición de que el carbono aumenta la energía de activación para la recrystalización dinámica, no obstante, este argumento es discutible teniendo en cuenta que otros autores [142] consideran que el efecto es mínimo, y en todo caso el carbono disminuiría dicha energía de activación. Wray [143, 144] llevó a cabo

ensayos de tracción a diferentes temperaturas para determinar el efecto del carbono sobre el esfuerzo de fluencia a lentas velocidades de deformación, reportando que al incrementar el contenido de carbono en el acero disminuye el endurecimiento por deformación y el esfuerzo de fluencia. Los resultados son relacionados con un efecto de ablandamiento por solución sólida. Otras investigaciones [47] demuestran que la energía de activación aparente para la deformación (Q_{def}) disminuye con el incremento del contenido de carbono, lo cual resulta en una más rápida velocidad de recristalización y recuperación en el acero.

- **Efecto del Níquel**

El Ni tiene un efecto benéfico sobre la ductilidad en caliente del acero, ya que estabiliza la austenita y aumenta la solubilidad del Cu en ésta, disminuyendo de este modo la energía de activación para la precipitación de CuS [145]. Una relación Ni:Cu de 1.5-2.0:1 es requerida para incrementar la solubilidad del Cu en la austenita para prevenir el mecanismo de fragilización conocido como “hot shortness” [146]. Cominelli *et al.* [147], explican en aceros microaleados Ti-Nb, que la mejora de la ductilidad en caliente con las adiciones de Ni se debe a que dicho elemento ayuda al crecimiento de los precipitados (carbonitruros de Ti/Nb), facilitando la fluencia en caliente del acero. Imai [148] también encontró que 0.3%Ni agregado a un acero conteniendo 0.3%Cu suprime el agrietamiento superficial del acero durante la deformación en caliente.

- **Efecto del Cromo**

La influencia del Cr sobre la ductilidad en caliente del acero se ha estudiado muy poco. Sin embargo, se ha comprobado que pequeñas adiciones a aceros de bajo contenido de carbono promueven la formación de un mayor número de bandas de corte durante el laminado en caliente. Por lo tanto, se dice que adiciones de Cr pueden dar lugar a la producción de aceros de bajo carbono laminados en caliente con formabilidades mejoradas [149]. Toroghinezhad *et al.* [150] corroboran lo anterior en un estudio realizado en aceros de bajo contenido de carbono microaleados con boro. Ellos notaron que las adiciones de Cr mejoran la formabilidad del material laminado en caliente y lo vinculan con la concentración de bandas de corte que promueven la formación de las texturas favorables para dicho beneficio. Por su parte, Golja [151] reporta que en aceros con contenidos de 3%Cr en adelante, los CrC tienen un efecto muy

negativo sobre la ductilidad en caliente de los aceros, sin embargo, encuentra que adicionando W y/o Mo, el efecto negativo del Cr puede ser disminuido o incluso eliminado.

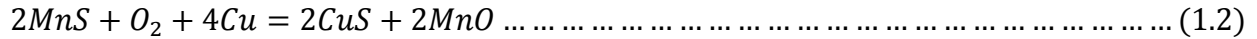
- **Efecto del Vanadio**

Los elementos microaleantes tales como el V juegan un papel importante en la aparición de grietas en los aceros por su 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. Como ya fue señalado, los precipitados en los límites de grano facilitan la nucleación, crecimiento e interconexión de grietas, dando lugar a una disminución de la ductilidad en caliente del acero por el mecanismo de falla intergranular [9-11]. Adiciones de V por lo general no dan ningún problema de agrietamiento en caliente durante la colada continua cuando el contenido de N en el acero es bajo [152, 153]. Sin embargo, aceros con altos contenidos de V y N son susceptibles a sufrir una disminución de la ductilidad en caliente por la precipitación de partículas de VN [153-156]. En su análisis estadístico de datos de diferentes investigaciones, Hannerz [12] propone que con un alto contenido de nitrógeno (0.016%N), el contenido de V tiene que ser superior a 0.07% para producir un deterioro significativo en la ductilidad en caliente. Por otro lado, en una comparación directa entre la ductilidad en caliente de aceros microaleados con V y aceros microaleados con Nb, Mintz y Abushosha [153] corroboran que la ductilidad disminuye siempre con el incremento del V y N y que los precipitados de BN son menos perjudiciales que los Nb(C,N). Por su parte, Ayada *et al.* [157], reportan en aceros de medio contenido de carbono, que finos VC pueden precipitar durante y después de la deformación en caliente suprimiendo la recuperación y recristalización dinámica. Sin embargo, encuentran que adicionando pequeñas cantidades de boro dicho efecto es contrarrestado.

- **Efecto del Cobre**

El Cu es perjudicial para la ductilidad en caliente del acero bajo ciertas condiciones. El punto de fusión del Cu puro es 1085°C, por lo que la mayoría de las fases ricas en Cu serán fundidas a las temperaturas de tratamiento de solución del acero. El problema de agrietamiento superficial, también llamado “*hot shortness*”, se reporta que puede ser debido a la formación de una capa líquida de Cu que penetra a lo largo de los límites de grano de la austenita durante el procesado en caliente [158]. En pruebas de ductilidad en caliente se ha encontrado que el Cu no

tiene ningún efecto sobre la ductilidad del acero cuando éstas se llevan a cabo bajo una atmósfera inerte, mientras ensayos al aire revelan una disminución de la ductilidad debido a la formación de finos sulfuros u oxisulfuros de Cu mayoritariamente en los límites de grano, según la siguiente reacción [145]:



Hannerz [12], examinó el efecto de 1% en peso de Cu en aceros C-Mn, no encontrando una influencia significativa sobre la ductilidad en caliente a temperaturas mayores de 700°C. Sin embargo, los ensayos realizados por debajo de los 700 °C mostraron una gran disminución de la ductilidad, la cual atribuye a la presencia de finas partículas de CuS en los límites de grano austeníticos que favorecieron la formación de cavidades y, consecuentemente fractura intergranular. Mintz *et al.* [9-11], reportan que el efecto negativo del Cu residual sobre la ductilidad en caliente se da a partir contenidos mayores que 0.15%Cu para aceros sin contenidos de Ni. De igual manera se refiere que la combinación del Cu con Sn ó Sb causa una mayor incidencia de agrietamiento transversal puesto que estos elementos reducen la solubilidad del Cu en la austenita y bajan el punto de fusión de la fase enriquecida en Cu, Sn y/o Sb.

1.4.3.2 Efecto del Boro

Por lo que hace referencia al efecto del boro, la mayoría de las escasas investigaciones realizadas coinciden en que el boro mejora la ductilidad en caliente del acero, en un grado similar o mayor que elementos tales como Ti [159], Ca [160], Zr o Y [161]. Dicho mejoramiento es asociado a diversos factores tales como segregación de átomos solutos de boro hacia límites de grano austeníticos [12, 32, 49-53], precipitación de Fe₂₃(B,C)₆ o Fe(CB)₃ en la matriz en la región bifásica austenita-ferrita [29, 35], precipitación preferencial de BN y retardo de la cinética de transformación de austenita a ferrita [10, 12] y disminución de la deformación para el inicio de la recristalización dinámica [49-53].

Según diversos investigadores [162-166], la gran mejora en la ductilidad en caliente del acero por la adición de boro se debe principalmente al incremento en la cohesión de los límites de grano. Esto surge de la segregación de boro en los límites de grano de la austenita, el cual ocupa sitios de nucleación preferencial y disminuye la energía de límite de grano de la austenita, suprimiendo la transformación de la misma e incrementando la cohesión de sus límites [167].

Lagerquist y Langenborg [168] fundamentan el mejoramiento de la ductilidad en caliente, indicando que debido a que el boro es un átomo pequeño, éste puede segregarse rápidamente a los límites de grano, reduciendo la tendencia de fractura intergranular por deslizamiento a través de los mismos durante la deformación en caliente.

Luo *et al.* [35] encontraron en aceros microaleados de bajo carbono que el boro mejora la ductilidad en caliente ya sea por precipitación de $\text{Fe}(\text{CB})_3$ por debajo de $980\text{ }^\circ\text{C}$ o por la segregación de átomos de boro que presumiblemente anclan las vacancias inducidas a los límites de grano por deformación, previniendo de este modo la formación y propagación de microfisuras en los mismos y, a su vez mejorando la ductilidad en caliente de acero.

Por otro lado, se ha demostrado que los precipitados de $\text{Fe}_{23}(\text{CB})_6$ tienen efectos variantes sobre la nucleación de ferrita proeutectoide, dependiendo de sus tamaños [104]; finos precipitados retardan la nucleación de la ferrita y precipitados burdos o grandes promueven la nucleación de la ferrita. En ese sentido, Kim *et al.* [28] revelan que el mejoramiento de la ductilidad se debe a que precipitados de $\text{Fe}_{23}(\text{CB})_6$, evidenciados al interior de los límites de grano austeníticos pueden actuar como sitios preferenciales para la nucleación intragranular de la ferrita, la cual se cree mejora la homogeneidad de la deformación y, por consiguiente, la ductilidad en caliente del acero. Dicha suposición concuerda con los resultados de Ueda *et al.* [29] quienes reportaron una nucleación mejorada de ferrita intragranular por adición de boro.

En otros estudios, varios investigadores [49, 169-172] han demostrado que para que el boro sea realmente eficaz en la mejora de la ductilidad en caliente debe encontrarse en el acero en porcentajes suficientes para combinarse con el N y formar BN en lugar de precipitados de AlN, los cuales son considerados muy perjudiciales para la ductilidad en caliente [169]. Los trabajos de López-Chipres *et al.* [49], Marique y Messien [172], y Boratto *et al.* [172], recomiendan que la relación B:N debe estar por encima de 0.8, es decir, por encima de la estequiométrica para remover todo el N en solución y asegurar una buena ductilidad en caliente del acero.

Más recientemente, investigaciones realizadas por Mejía *et al.* [51] en aceros AHSS revelan que la mejora de la ductilidad en caliente por los contenidos de boro en el acero es producto también, de una disminución de la energía de activación para la recristalización dinámica (Q_{rec}).

1.4.3.3 Efecto de la microestructura

Aunque resulta complicado determinar el efecto aislado de la microestructura sobre la ductilidad en caliente, parece existir una concordancia en que una disminución del tamaño de grano permite obtener mejores ductilidades en base a lo siguiente [173]:

- ✓ Cuando el mecanismo que está actuando es el deslizamiento en 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 de 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 en caliente por migración de los límites de grano puesto que la deformación crítica para que se den condiciones de recristalización disminuye con el tamaño de grano.
- ✓ Un menor tamaño de grano también afectará a la precipitación de la ferrita que tendrá más lugares para nuclear. Se formará una ferrita más equiaxial y, por lo tanto, menos perjudicial.

1.4.3.4 Efecto de la velocidad de enfriamiento

La velocidad de enfriamiento posterior al tratamiento de solubilización del acero es otro parámetro que juega un papel importante en la optimización de la ductilidad durante la deformación plástica en caliente. El tamaño, distribución, y localización de precipitados dependen directamente de la velocidad de enfriamiento. En general, la ductilidad en caliente de aceros microaleados es más baja cuando los precipitados son finos y ocurre tanto en los límites de grano como al interior de la matriz [140].

Una gran cantidad de trabajos de investigación se han llevado a cabo sobre la influencia de la velocidad de enfriamiento en la ductilidad en caliente para un amplio rango de aceros [26, 159, 174-176]. En aceros de bajo carbono, Abushosha [26, 174, 175] destaca que una disminución en la velocidad de enfriamiento repercute en lo siguiente:

- ✓ Un crecimiento de MnS en la ferrita localizada alrededor de los granos austeníticos, lo cual disminuye la facilidad de coalescencia micro-huecos.
- ✓ Capas de ferrita más amplias, lo cual disminuye la concentración de la deformación; ambas favoreciendo la fractura transgranular y mejorando la ductilidad en caliente.

Del mismo modo, la velocidad de enfriamiento es particularmente importante para alcanzar el máximo beneficio del boro sobre la ductilidad en caliente del acero y el rango de velocidad de enfriamiento óptimo recomendado es 18 a 100 K/min [177, 178].

Cho *et al.* [170] demostraron que la ductilidad en caliente de aceros microaleados con boro depende fuertemente de la distribución y localización de BN, los cuales, a su vez, quedaron determinados por la velocidad de enfriamiento. Cuando la velocidad de enfriamiento fue la más alta, el número de finos BN fue alto en el rango de temperatura donde se registró la menor reducción de área.

Yamamoto *et al.* [177] reportaron que la zona de fragilización o valle de ductilidad desapareció completamente al disminuir la velocidad de enfriamiento de 20 a 0.1 °C/s en un acero microaleado con boro y vanadio. Ellos mostraron que la disminución en la velocidad de enfriamiento trasladó la precipitación de BN de los límites austeníticos a la matriz, recuperándose notablemente la ductilidad. Similarmente, Chung y Cho [179] mostraron que la ductilidad en caliente fue mejorada mediante la disminución de la velocidad de enfriamiento de 40 a 10 °C/s, comportamiento imputado sobre todo a una menor ocupación de partículas de BN sobre los límites de grano.

1.5 Aspectos metalúrgicos de la fluencia en caliente de aceros avanzados de alta resistencia.

1.5.1 Descripción de la curva de fluencia en caliente

La deformación plástica en caliente es el método más común para proveer al acero y otras aleaciones metálicas formas útiles. La principal ventaja de la deformación en caliente es que se pueden conseguir grandes deformaciones con poco o nulo endurecimiento por deformación. Como regla general, se dice que un material está sometido a trabajo en caliente cuando la temperatura es superior al 40% de la temperatura de fusión del mismo ($0.4 T_f$). En términos

metalúrgicos, el material está sometido a condiciones de alta temperatura cuando es capaz de restaurar y recrystalizar [180].

Mediante ensayos mecánicos de laboratorio de compresión uniaxial en caliente es posible simular procesos industriales como forja, laminación, extrusión, etc. A partir de ellos, se obtienen curvas de fluencia que son una representación gráfica del esfuerzo verdadero en función de la deformación verdadera y que reflejan el comportamiento de un material conformado en caliente. Desde un punto de vista microestructural, dichas curvas pueden ser divididas en tres etapas sucesivas, las cuales son dependientes de las condiciones de deformación (temperatura y velocidad de deformación) y de propiedades intrínsecas del material tales como la energía de falla de apilamiento [39]. En la primera etapa, correspondiente a bajas deformaciones, tienen lugar el endurecimiento y restauración dinámica. Esta etapa se caracteriza por la elongación de los granos, la formación de subgranos dentro de los granos deformados y un aumento de la densidad de dislocaciones. La segunda etapa (región pasado el esfuerzo pico, σ_p) está caracterizada por un ablandamiento continuo como resultado del progreso de la recrystalización dinámica. A deformaciones elevadas, tercera etapa, se alcanza el estado estable o estacionario ($\sigma_{SS}, \epsilon_{SS}$) y la estructura final se hace equiaxial. La recrystalización dinámica puede tomar lugar en dos formas diferentes: a) recrystalización dinámica simple, con curvas de fluencia de un solo pico, logradas con bajas temperaturas y altas velocidades de deformación, y b) recrystalización dinámica múltiple, donde las curvas de fluencia son cíclicas, obtenidas a elevadas temperaturas y/o bajas velocidades de deformación. Ambos comportamientos se presentan en la **Figura 1.9**. En el caso particular de relativamente grandes velocidades de deformación o muy bajas temperaturas, la recrystalización dinámica puede ser inhibida, siendo la restauración dinámica el único mecanismo de ablandamiento activo. La restauración dinámica será el mecanismo de ablandamiento dominante en ausencia de recrystalización dinámica.

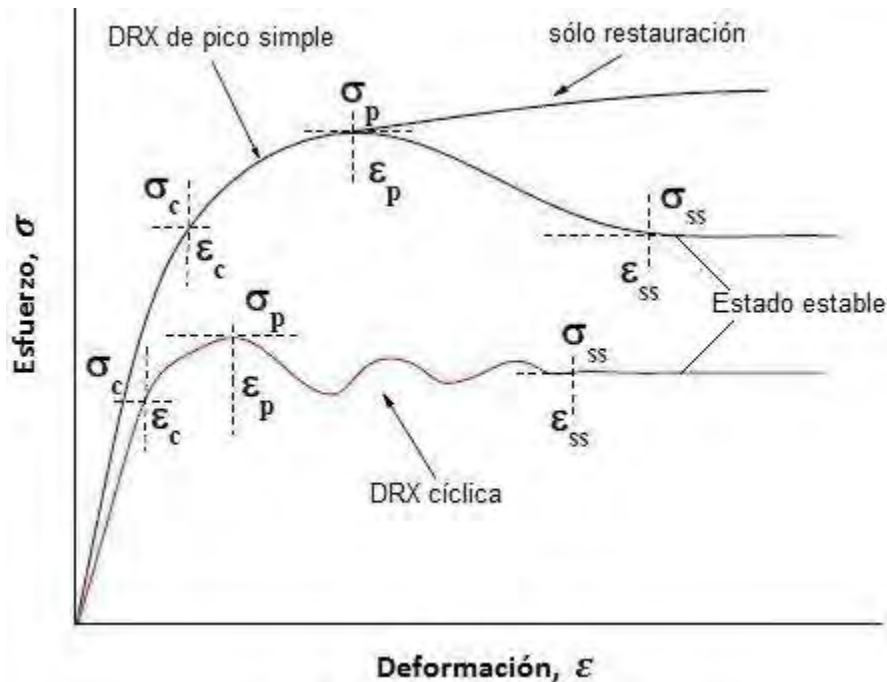


Figura 1.9 Comportamiento de fluencia del Fe- γ bajo deformación a elevada temperatura [119].

En los siguientes apartados, se efectúa un análisis de los mecanismos involucrados durante el endurecimiento y durante los procesos dinámicos de ablandamiento de recuperación y recristalización dinámica, haciendo especial hincapié, para éste último, en el rol que juegan los elementos de microaleación. También se presentan las ecuaciones descriptivas de tales fenómenos y que rigen el control de la deformación plástica en caliente del acero.

1.5.2 Mecanismo de endurecimiento por deformación

La deformación plástica de un material metálico se realiza principalmente por el mecanismo de deslizamiento (aunque otros mecanismos como el maclado puedan también intervenir) gracias al movimiento de las dislocaciones bajo el efecto de un esfuerzo cortante que actúa en el plano y en la dirección de deslizamiento [181, 182]. A medida que se deforma el material aumenta la resistencia de éste a la deformación, es decir, sufre un endurecimiento por deformación. Este endurecimiento se debe a la dificultad que encuentran las dislocaciones para moverse libremente por su plano de deslizamiento. Las dos causas que se oponen principalmente a este movimiento son interacciones con otras dislocaciones, y en segundo lugar, pero no menos importante, el apilamiento de dislocaciones al encontrar un obstáculo en su camino. El endurecimiento en un material metálico se pone de manifiesto tanto mecánica como

microestructuralmente. Desde el punto de vista mecánico ocurre un aumento en la resistencia del metal durante la deformación irreversible cuando el esfuerzo aplicado supera su límite elástico y tiene como consecuencia el aumento de la dureza. A nivel microestructural se manifiesta un aumento de la densidad de dislocaciones, activando las fuentes que generan dislocaciones (Frank-Read) y la formación de celdas de subgranos. En un monocristal durante el endurecimiento se caracterizan tres etapas diferentes según el valor de esfuerzo aplicado (ver **Figura 1.10**). La etapa I corresponde a la región donde el cristal casi no sufre endurecimiento por deformación. Las dislocaciones se mueven largas distancias sin encontrar obstáculos y sólo un sistema de deslizamiento está activado, a esta etapa de la deformación se la conoce por "deslizamiento fácil" o "fluencia laminar". La etapa II corresponde a la parte lineal de la curva, en la que el endurecimiento por deformación aumenta rápidamente. En esta etapa se activan nuevos planos de deslizamiento y las dislocaciones ven dificultado su crecimiento por apilamiento de las mismas por obstáculos. En la etapa III va disminuyendo la velocidad de endurecimiento de una manera parabólica. En ella se produce la liberación de parte de las dislocaciones apiladas en obstáculos en la etapa anterior, reduciéndose de esta forma el campo de tensiones internas. En policristales BCC el endurecimiento por deformación empieza a partir de la etapa II. A altas temperaturas, en monocristales puros o policristales se reconoce generalmente que empieza en la zona III.

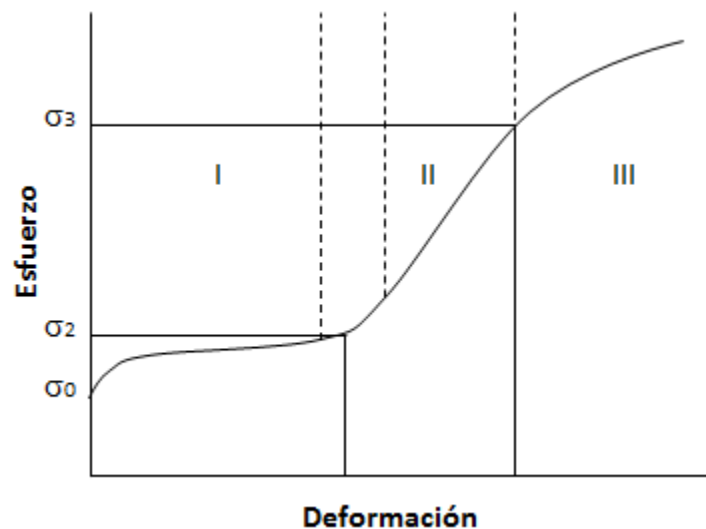


Figura 1.10 Representación esquemática de las etapas de endurecimiento de un monocristal [182].

1.5.3 Mecanismo de Ablandamiento por restauración

La curva de fluencia correspondiente al proceso de restauración dinámica ha sido siempre esquematizada de una manera muy sencilla (**Figura 1.11**) [181, 182]: a un dominio I casi lineal correspondiente a la deformación elástica y a un inicio de la deformación plástica (deformación microplástica) sucede un dominio de endurecimiento por deformación II donde la pendiente de la curva decrece hasta anularse y un dominio III correspondiente al régimen estacionario donde el esfuerzo, σ , se hace constante ya que la velocidad de restauración es igual a la velocidad de producción de dislocaciones.

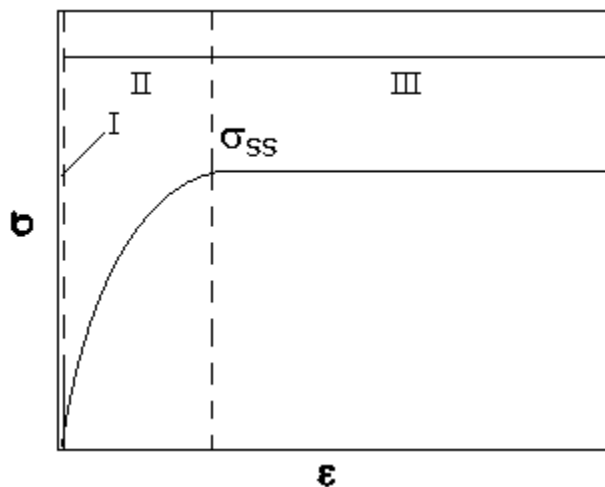


Figura 1.11 Representación esquemática de las curvas de fluencia en conformado en caliente, mostrando ablandamiento por restauración [182].

Diferentes autores [40, 41] han estudiado la evolución estructural de materiales durante un proceso de restauración dinámica y se admite generalmente que la restauración dinámica aparece como un equilibrio entre la creación de dislocaciones durante el endurecimiento por deformación y el reordenamiento y la aniquilación continua de dislocaciones, de tal manera que la densidad de dislocaciones queda constante una vez alcanzado el estado estacionario. Dislocaciones de signos opuestos se aniquilan mutuamente o se ordenan para formar células de relativamente baja densidad de dislocaciones limitadas por zonas de alta densidad de dislocación (**Figura 1.12**). Todo ello sin llegar a formarse verdaderos nuevos granos. La influencia que tiene la restauración sobre el siguiente proceso, la recristalización, es ambigua. Por una parte son dos procesos competitivos, ya que durante la restauración la estructura evoluciona hacia un estado más estable, lo cual implica que la fuerza motriz para la recristalización es menor. Por otra parte es un proceso

imprescindible para que pueda ocurrir la nucleación de granos recristalizados por coalescencia o crecimiento de subgranos.

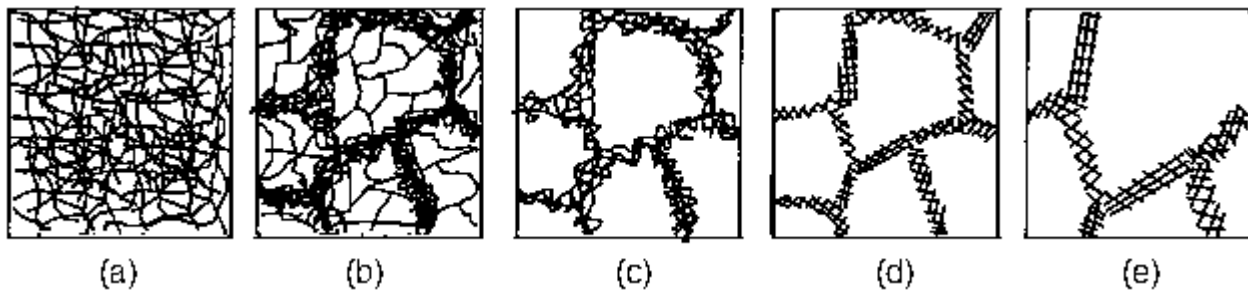


Figura 1.12 Diferentes etapas de la restauración dinámica para un material deformado: (a) generación de dislocaciones, (b) formación de celdas, (c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, (d) formación de subgranos y (e) su crecimiento [39].

1.5.4 Mecanismo de recristalización dinámica

En metales de media y baja energía de falla de apilamiento (generalmente todos los FCC) tales como la austenita en los aceros, la restauración dinámica progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación. Cuando se supera una densidad crítica, se inician nuevos granos durante la deformación, fenómeno conocido como recristalización dinámica [39]. El término "dinámica" se usa para distinguirla de la recristalización estática que puede ocurrir una vez acabada la deformación. La recristalización dinámica, al igual que la estática ocurre mediante nucleación y crecimiento de nuevos granos y, además, tiene una apariencia característica debido a que la recristalización y la deformación ocurren al mismo tiempo. Dicho fenómeno igualmente tiene una manifestación tanto mecánica como microestructural. Básicamente consiste en la formación por nucleación y crecimiento de una nueva estructura de granos libres de deformación, es decir, granos recristalizados a partir de la estructura de granos deformados que permite eliminar una parte de las dislocaciones generadas durante la etapa de endurecimiento y restauración dinámica. La etapa de transición entre el endurecimiento por deformación, restauración dinámica y la recristalización está asociada a una caída clara en el esfuerzo de fluencia (ver **figura 1.9**), donde la recristalización dinámica, que modifica fuertemente la microestructura, es el mecanismo responsable del ablandamiento producido. La formación de nuevos granos esencialmente en los bordes de granos deformados y su crecimiento mediante la migración de sus bordes bajo la fuerza motriz consecuencia de la diferencia en densidad de dislocaciones, es el mecanismo que

disminuye la densidad de dislocaciones de una forma más eficaz que la restauración dinámica. Dicho fenómeno no se pone de manifiesto hasta pasar una cierta deformación llamada deformación crítica (ε_c) en la que aparecen los primeros núcleos [42], y la cual corresponde a una densidad de dislocaciones críticas [183]. Cuando el proceso de ablandamiento es gobernado por recristalización dinámica, el esfuerzo de fluencia pasa por un esfuerzo pico (σ_p) y entonces cae a un régimen de esfuerzo y deformación de estado estable ($\sigma_{ss} - \varepsilon_{ss}$) tal como se puede ver en la **Figura 1.9**.

Según algunos autores [44, 184], la deformación crítica (ε_c) está relacionada con la de pico (ε_p) como $\varepsilon_c = 0.6-0.8\varepsilon_p$. En este valor de deformación, la nucleación está en su inicio y los primeros gérmenes libres de dislocaciones son tan pequeños que apenas inducen ablandamiento mecánico. Una vez que la deformación progresa, y aumenta la nucleación y se alcanza el máximo de la curva esfuerzo-deformación, la recristalización dinámica toma el control de la fluencia del material. Sin embargo, dado que las velocidades de endurecimiento en la vecindad del pico de la curva son pequeñas se suele tomar el esfuerzo de máximo o de pico y su deformación asociada como el inicio de la recristalización dinámica.

1.5.4.1 Mecanismos de nucleación de la recristalización dinámica

Al contrario de otras transformaciones, la recristalización dinámica es un cambio estructural irreversible caracterizado por la nucleación y crecimiento de nuevos granos a expensas de la matriz deformada. La nucleación consiste en la formación de intercaras debida a la generación de dislocaciones, restauración simultánea, y reordenamiento de la estructura [185]. Estas intercaras serán el núcleo de la recristalización dinámica una vez alcanzada una deformación crítica. El núcleo crecerá por el proceso de migración del límite de grano. Al contrario de la recristalización estática, donde una cantidad fija de energía almacenada debe ser liberada mediante procesos de disipación envolviendo nucleación y crecimiento, la energía es continuamente suministrada en el material a una velocidad dada y se disipa mediante procesos de ablandamiento en la recristalización dinámica. Puesto que, bajo condiciones de conformado en caliente, el material actúa esencialmente como un disipador de energía, la fuerza motriz para la migración de intercaras es la reducción en la energía total de las intercaras. Cuando la nucleación y el crecimiento ocurren simultáneamente, el más lento de los dos controlará la recristalización

dinámica. Aunque los mecanismos de nucleación no son tan conocidos como los de la recristalización estática clásica, se admite, en general, que la nucleación de la recristalización dinámica, independientemente de si es de pico simple o cíclica, se produce preferencialmente en los bordes de grano pre-existentes, conocida como nucleación en forma de collar (“*necklace*”) (ver **Figura 1.13**).

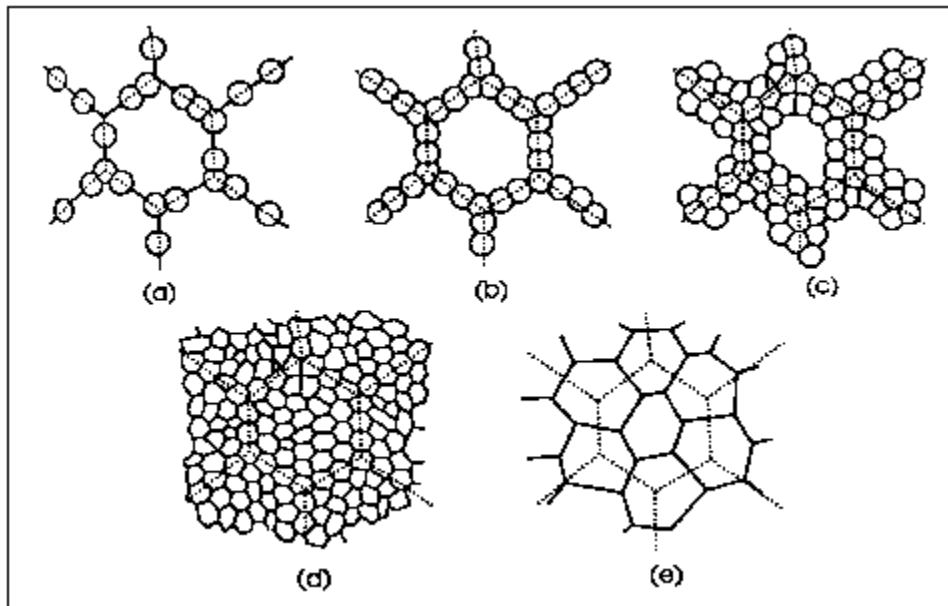


Figura 1.13 Evolución microestructural durante la DRX: (a-d) tamaño de grano inicial grande y (e) tamaño de grano inicial pequeño. (a-c) *necklace* y (d) estructura totalmente recristalizada [39].

1.5.4.2 Efecto de los elementos de aleación sobre la recristalización dinámica

La recristalización dinámica al igual que la estática es retardada por los elementos de aleación tanto en solución sólida como en forma de precipitados, en un grado que depende de la temperatura y el elemento considerado [186, 187].

a) Efecto de los elementos microaleantes en solución sólida

La influencia de los microaleantes en solución sólida se atribuye, generalmente, a una segregación en las dislocaciones en el caso de la restauración (esta forma de segregación provoca el endurecimiento del material) y en los límites de grano en el caso de la recristalización. Estas interacciones átomos-dislocaciones y átomos-límites de grano pueden ser analizadas en términos de los efectos del diámetro atómico y de las diferencias de la estructura electrónica entre el hierro

y los elementos de aleación [186, 187]. El efecto del tamaño se debe a la dilatación de la red por la adición de los elementos de sustitución que tienen un diámetro atómico más grande que el del hierro como es el caso del Nb, Mo, V y Al. Sin embargo, ha sido demostrado que el Nb tiene un efecto retardante sobre la recrystalización mucho más importante que el Al [188], aun teniendo casi la misma diferencia en diámetro atómico con el hierro, lo que quiere decir que, aunque el efecto del diámetro atómico juega un papel importante en el endurecimiento de aceros, no es suficiente para explicar el efecto de los elementos de microaleación sobre la recrystalización dinámica. Por consiguiente, hay que tener en cuenta, también, las diferencias de estructura electrónica y recordar a este efecto los trabajos de Abrahamson [189] sobre la recrystalización estática de la ferrita. Dicho autor mostró que la influencia de una adición de soluto sobre la recrystalización depende esencialmente del número de electrones s , p , d de la capa exterior del elemento en estado fundamental. A partir de estos resultados se observó que el Nb tiene un efecto mucho más importante sobre la recrystalización del hierro- α que el Al y el V. Este modelo fue aplicado a la fase austenítica por varios autores [186, 187, 190]. En todos estos trabajos se encuentra siempre la misma jerarquía de los efectos del Nb, V y Al en solución tanto sobre el endurecimiento relativo de la austenita como sobre la cinética de la recrystalización dinámica. Esto se explica si se considera que el límite elástico a alta temperatura corresponde al inicio de la restauración dinámica y que es esta misma restauración quien precede y controla la recrystalización dinámica.

b) Efecto de la precipitación de los elementos microaleantes

La **Figura 1.14** esquematiza los posibles efectos que los microaleantes ejercen sobre la recrystalización dinámica. En dicho gráfico, se representa esquemáticamente la curva de deformación pico en función de la velocidad de deformación (ϵ_p vs $\dot{\epsilon}$) para un acero de referencia sin microaleantes y para otro similar pero con microaleantes. Un primer efecto consiste en que toda la curva del acero microaleado está desplazada hacia valores mayores de deformación pico (ϵ_p), lo cual significa que existe un retraso de la recrystalización dinámica. A altas velocidades de deformación, este retraso es menor debido a que no ha habido tiempo para una precipitación y los elementos microaleantes permanecen disueltos durante la recrystalización y, por lo tanto, sólo retrasan el crecimiento de los nuevos granos mediante un mecanismo de arrastre de soluto (*drag effect*) relativamente débil. Sin embargo, cuando los elementos

microaleantes son capaces de precipitar junto con la deformación concurrente (precipitación dinámica), se produce un efecto adicional de retardo, de modo que son necesarias mayores deformaciones para producir la recrystalización [186, 187, 191]. Una vez que la precipitación finaliza, los precipitados tienden a crecer y, por lo tanto, a disminuir su efecto de anclaje sobre el movimiento de los límites de grano, desapareciendo el incremento de deformación necesario y produciendo los abultamientos intermedios que esquematiza la **figura 1.14**. Por otro lado, a bajas velocidades de deformación los precipitados se han formado antes de la recrystalización y se han engrosado, y de esta forma su efecto retardante es menor.

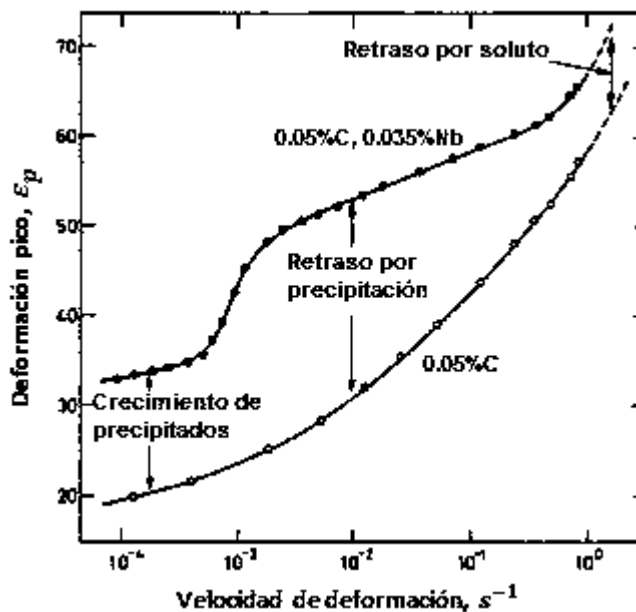


Figura 1.14 Efecto de los elementos aleantes en solución sólida o precipitados sobre el inicio de la recrystalización dinámica [192].

1.5.4.3 Interacción entre la recrystalización estática y la precipitación inducida por deformación.

En los aceros microaleados la precipitación de carburos/nitruros de los distintos elementos microaleantes inducida por deformación es un fenómeno que puede tener lugar durante el conformado en caliente de estos materiales interfiriendo con los procesos de ablandamiento estáticos que ocurren entre pasadas de deformación. Por tal motivo, la interacción recrystalización estática-precipitación inducida por deformación ha sido un tema de investigación de gran interés en los últimos años y diversas técnicas experimentales tales como ensayos de relajación de esfuerzos [61-67] han sido utilizados para el estudio de la cinética de tan importante fenómeno

metalúrgico. Para los aceros microaleados, cuando la precipitación inducida por deformación comienza, la recristalización estática (SRX) se inhibe durante un cierto tiempo antes de continuar nuevamente y completar la recristalización. Esta inhibición momentánea aparece como una meseta o “plateau” en la curva de relajación de esfuerzos. Una buena delimitación de la zona del “plateau” permite construir los diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura- (PTT). Un ejemplo ilustrativo de las curvas de relajación de esfuerzos se muestra en la **Figura 1.15**, donde se comparan las características de un acero de referencia sin microaleantes y uno microaleado al Nb+B [193]. Los comportamientos de relajación asociados con los dos aceros son casi idénticos para los primeros 12 segundos, a excepción de que el esfuerzo inicial es más alta en el acero Nb + B. La forma lineal de las curvas durante este período indica que la dependencia del tiempo del esfuerzo se puede expresar como:

$$\sigma = \sigma_0 - \alpha \ln(1 + \beta t) \dots \dots \dots (1.3)$$

Donde σ_0 es el esfuerzo inicial a $t = 0$ y α y β son constantes experimentales. Después de 12 segundos, la curva de esfuerzo vs. $\log(t)$ para el acero microaleado comienza a desviarse de la línea recta y el proceso de relajación es casi detenido, mientras que éste continúa en el acero base. Esto indica que un fenómeno (tal como la precipitación) está ocurriendo e interfiere con la relajación (recristalización estática). La comparación entre las dos curvas en esta región revela que el comportamiento de relajación del acero microaleado Nb+B puede ser descrito como una combinación de la curva de base logarítmica (**ecuación (1.3)**) y un incremento de esfuerzo, $\Delta\sigma$, como sigue:

$$\sigma = \sigma_0 - \alpha \ln(1 + \beta t) + \Delta\sigma \dots \dots \dots (1.4)$$

El punto en el cual $\Delta\sigma$ comienza a desviarse de cero, es decir, en el cual la curva de esfuerzo vs $\log(t)$ comienza a desviarse de su comportamiento lineal, es identificado como el tiempo de inicio de la precipitación (P_s). El punto en el cual $\Delta\sigma$ alcanza su valor máximo, es decir, en el cual la zona del “plateau” desaparece y la curva de relajación reanuda de nuevo su tendencia a la baja, se define como el tiempo de fin de precipitación (P_f). Un ejemplo de los diagramas PTT así determinados se muestran en la **Figura 1.16** para aceros al Nb y Nb+B, los cuales exhiben la forma característica de doble “C” a consecuencia de la competencia entre la fuerza motriz y la velocidad de difusión. La fuerza motriz para la precipitación es controlada por

el grado de sobresaturación del elemento precipitante. Uno de los puntos a distinguir en tales curvas es la nariz, que se caracteriza por ser el tiempo mínimo de incubación de la precipitación. Por encima de la nariz de la curva, la sobresaturación es baja con una reducida velocidad de nucleación y son necesarios tiempos más largos para que ocurra la precipitación. Por debajo de la nariz, la baja difusividad de los elementos precipitando es la causa de que el tiempo de inicio se prolongue.

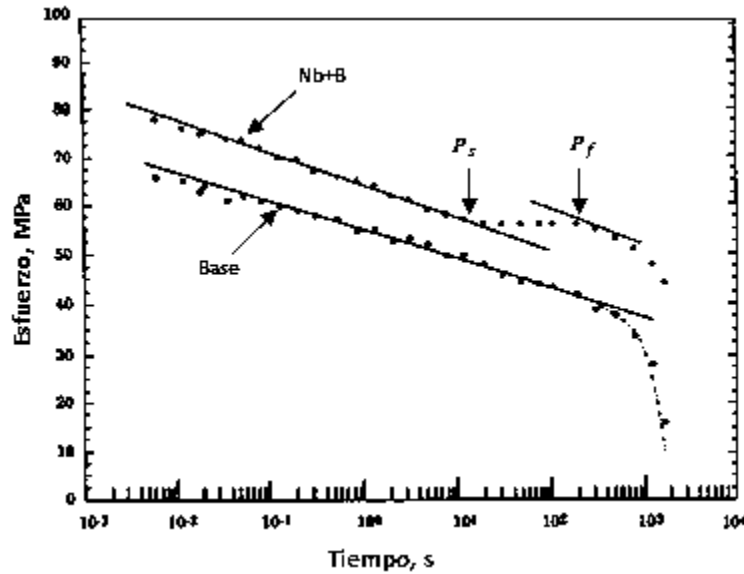


Figura 1.15 Curvas de relajación de esfuerzos de un acero Nb+B y un acero base sin microaleaer solubilizados a 1100 °C y deformados 5% a 850 °C [193].

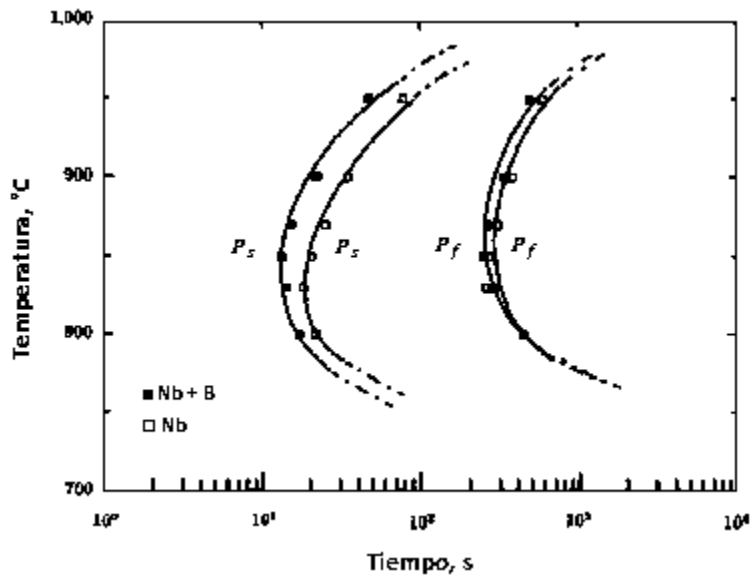


Figura 1.16 Diagramas PTT para un acero Nb+B y un acero microaleado al Nb [193].

Mediante la citada técnica experimental de relajación de esfuerzos o similares se han efectuado amplios análisis sobre el comportamiento de la precipitación dinámica y determinación de las curvas PTT de los habituales microaleantes: Nb [62, 65-67, 186, 191, 194, 195], V [186, 191, 196, 197], Ti [64, 187, 198] y recientemente el B [61-63, 193, 199, 200], destacando los siguientes resultados:

- ✓ Los diagramas PTT informan sobre el inicio de la nucleación así como de los intervalos de tiempo y temperatura de precipitación, sumamente importantes en la laminación en caliente de los aceros microaleados.
- ✓ El tiempo mínimo de incubación (nariz de la curva PTT) depende del contenido de microaleante, tamaño de grano austenítico inicial, magnitud de la deformación y velocidad de la deformación.
- ✓ Cuando el contenido del microaleante es relativamente alto, la magnitud de la deformación llega a ser poco importante.
- ✓ Adiciones de terceros elementos afectan a la cinética de la precipitación en la medida que afectan a la difusividad o actividad química del elemento microaleante considerado. Así, adiciones de Mn retrasan la cinética de precipitación de Nb(C,N), de VN y de Ti(C,N). En cambio, el B y el Si tienen efectos opuestos, es decir, aceleran la velocidad de precipitación, y en el caso del B, incluso traslada las temperaturas de disolución a valores superiores (en esta ocasión modificando el producto de solubilidad).
- ✓ Disminuciones en las concentraciones de C y N (elementos intersticiales) también alentan la cinética de precipitación por motivos similares a los anteriores, aunque su efecto es menos importante que las disminuciones de microaleantes (elementos sustitucionales). La baja movilidad de estos últimos los hacen controladores de la cinética de precipitación.
- ✓ Las cinéticas de precipitación dinámicas son por término medio entre uno y dos órdenes de magnitud más rápidas que las de la precipitación estática.
- ✓ Los efectos en retrasar la recrystalización dinámica por partículas precipitadas (altura del abultamiento intermedio, ver **Figura 1.14**) son similares, independientemente del elemento microaleante considerado, sugiriendo que es más importante el efecto por arrastre de soluto en el retraso de la recrystalización.

Por otro lado, la interacción recristalización-precipitación también puede ser representada en gráficos de Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) (**Figura 1.17**), los cuales aportan una gran información de la que se puede destacar: la temperatura y el tiempo mínimo de incubación de los precipitados, dado por la nariz de la curva de comienzo de precipitación (P_s), la temperatura a la que comienza la inhibición de la recristalización, conocida como temperatura crítica de recristalización estática (SRCT), diferente a la temperatura de no recristalización (T_{nr}), el periodo de precipitación a cualquier temperatura inferior a SRCT, la fracción recristalizada que corresponde al comienzo de la precipitación, cualquiera que sea la temperatura ($T < SRCT$) [201]. En tales diagramas RPTT, (P_s) y (P_f) representan el inicio y fin de la precipitación, R_i y R_f indican el comienzo y el fin de la recristalización y T_0 la temperatura de solubilización, siendo así termodinámicamente imposible que la precipitación ocurra por encima de T_0 , ya que los elementos permanecen en solución sólida. En este gráfico se puede observar que existe, a partir de una determinada temperatura y de un tiempo, la interacción entre la precipitación y recristalización que puede ser dividida en tres regiones: una primera en donde la recristalización tiene un comienzo y un fin sin que ocurra la interacción, lo cual es debido a que a altas temperaturas los elementos microaleantes están disueltos, y de esta forma no existe un retraso significativo y el comportamiento es semejante a un acero al carbono convencional, aunque algo más lento debido al efecto de arrastre de soluto, particularmente significativo cuando el elemento microaleante es el Nb. La segunda etapa, en donde la recristalización sufre la influencia de la precipitación provoca un mayor retraso de la recristalización precisamente por estar presentes los precipitados. Deformaciones aplicadas en este estado lleva a formar una estructura mixta, con la presencia de granos deformados debido a la inhibición de la recristalización por la precipitación, y de granos muy finos. Y teóricamente en la tercera etapa ocurre primero la precipitación y la recristalización no ocurre hasta superar la fuerza de anclaje de los precipitados.

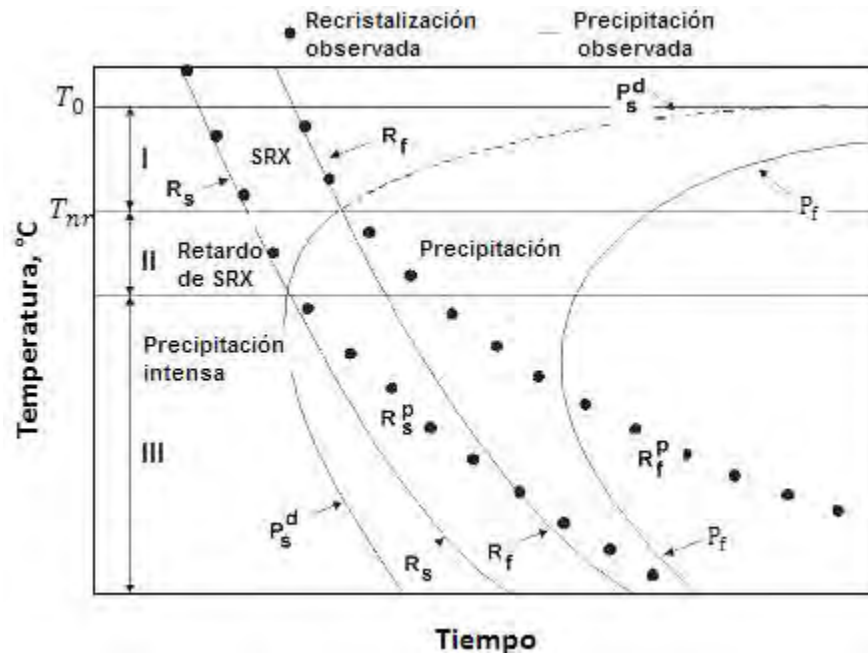


Figura 1.17 Diagrama Recristalización-Precipitación-Tiempo-Temperatura (RPTT) [202].

1.5.5 Efecto de las variables del proceso y tamaño de grano austenítico sobre la recristalización dinámica.

Además del efecto de la composición química del acero, las variables del proceso de deformación en caliente y el tamaño de grano de partida también tienen una influencia importante en el fenómeno de recristalización dinámica, la cual se resume a continuación [203]:

- a) *Deformación*: La energía almacenada en forma de aumento del área de los límites de grano, celdas de dislocaciones y subgranos proporcionan la energía impulsora para la recristalización. Un aumento en la deformación llevará a un aumento de esta energía y como consecuencia a procesos más rápidos.
- b) *Temperatura*: Tanto el proceso de nucleación como el de crecimiento son procesos térmicamente activados. Un aumento en la temperatura lleva a mayores velocidades de recristalización.
- c) *Velocidad de deformación*: La velocidad de generación de defectos, responsables del almacenamiento de la energía, proviene del equilibrio entre el endurecimiento por deformación y del proceso de relajación o ablandamiento. Así una velocidad de deformación alta proporciona una alta energía almacenada para una deformación plástica

dada. El efecto de la velocidad de deformación está incluido en el parámetro de Zener-Hollomon (Z).

d) *Tamaño de grano austenítico*: La nucleación de granos recristalizados está generalmente asociada a los límites de grano iniciales. Una microestructura de partida fina aumentará la velocidad de nucleación y, por tanto, acelerará la recristalización.

El tamaño de grano recristalizado será tanto menor cuanto mayor sea la deformación aplicada al material y menor sea el tamaño de grano de austenita inicial. Análogamente, la velocidad del proceso de recristalización aumenta al disminuir el tamaño de grano inicial, ya que al incrementar el área de los límites de grano por unidad de volumen se incrementa el número de lugares posibles de nucleación de granos recristalizados. Por último, puede darse un proceso de crecimiento del grano recristalizado: consumida la totalidad del material deformado y concluido el proceso de recristalización, si la microestructura resultante se mantiene a una temperatura suficientemente elevada, el material recristalizado puede disminuir más su energía presentando una menor superficie de grano por unidad de volumen.

1.6 Modelos matemáticos para el comportamiento de fluencia en caliente

El modelado físico de las curvas de fluencia en caliente pasa por la modelización de cada una de las tres etapas que las constituyen, por lo que para cada una de ellas se tiene una ecuación o un grupo de ecuaciones que definen los parámetros y variables que intervienen.

1.6.1 Modelado de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica

Se han propuesto varios modelos para describir el comportamiento de los materiales metálicos que experimentan la recuperación dinámica. La mayoría de ellos [204-208] consideran que la densidad de dislocaciones (ρ) resulta del equilibrio entre las dislocaciones generadas y almacenadas durante el endurecimiento y su reordenación y aniquilación mediante el proceso de restauración dinámica, de la siguiente manera:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{d\rho}{d\varepsilon} \text{ almacenadas} - \frac{d\rho}{d\varepsilon} \text{ restauradas} \dots \dots \dots (1.5)$$

El primer término de la ecuación es el responsable del endurecimiento por deformación,

mientras que el segundo lo es de los procesos de restauración o reordenamiento de las dislocaciones previamente almacenadas. La resolución de la **ecuación (1.5)** se considera la respuesta más común para la modelización de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica durante la deformación en caliente. Cuando se soluciona dicha ecuación en términos de densidad de dislocaciones se puede determinar el esfuerzo (σ) debido al deslizamiento de las dislocaciones, aplicando la ecuación siguiente:

$$\sigma = \alpha' \mu b \rho^{1/2} \dots \dots \dots (1.6)$$

Donde α' es una constante de proporcionalidad, μ el módulo de cizalladura (MPa) y b el vector de Burgers. El objetivo común entre los modelos citados anteriormente, es la descripción y la cuantificación de los cambios microestructurales y al mismo tiempo relacionarlos con el comportamiento mecánico mediante una ecuación o ecuaciones que presenta la evolución de esfuerzo en función de la deformación aplicada.

1.6.1.1 Modelo de Kocks

Kocks [205], observó que la velocidad de endurecimiento (θ) tiene una dependencia lineal con el esfuerzo (σ) y propuso una expresión similar a la ecuación clásica de Voce [209]:

$$\theta = \theta_o \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_s}\right) \dots \dots \dots (1.7)$$

Donde θ_o es la velocidad de endurecimiento atómica inicial, y σ_s representa la tensión de saturación de la curva de fluencia en ausencia de recristalización dinámica. Sin embargo, según la **ecuación (1.7)** la velocidad de endurecimiento varía de una forma lineal en función de la esfuerzo desde un valor máximo de θ_o hasta un mínimo igual a cero. Por lo tanto, la densidad dislocaciones queda de la siguiente forma:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{1}{b} (k_1 \sqrt{\rho} - k_2 \rho) \dots \dots \dots (1.8)$$

Donde k_1 y k_2 son constantes relacionadas con parámetros microscópicos. El mismo autor, asume que el endurecimiento está controlado por el camino libre medio de las

dislocaciones, que es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la densidad de dislocaciones. Además asume que la restauración dinámica sigue una cinética de primer orden. La aproximación de Kocks [205] está de acuerdo con los resultados experimentales a relativas bajas temperaturas y altas velocidades de deformación.

1.6.1.2 Modelos de Estrin, Mecking y Bergstrom

Roberts [204], demostró que la velocidad de endurecimiento por deformación (θ) varía de forma lineal con σ^{-1} a elevadas temperaturas y bajas velocidades de deformación. La densidad de dislocaciones según el mismo autor está dada por:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = k_1 + k_2\sqrt{\rho} \dots \dots \dots (1.9)$$

Así, la velocidad de generación de dislocaciones es constante, mientras que durante la restauración dinámica la velocidad de aniquilación es proporcional a la raíz cuadrada de la densidad de dislocaciones.

Modelos propuestos por Estrin, Mecking y Bregstrom [207, 208], combinaron los dos comportamientos, lineal y no lineal y presentaron la siguiente ecuación:

$$\theta = \frac{A}{\theta} - B\theta \dots \dots \dots (1.10)$$

De acuerdo con estos autores, la **ecuación (1.10)** es equivalente a:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = U - \Omega\rho \dots \dots \dots (1.11)$$

Donde U es el término que representa el endurecimiento por deformación y Ω el ablandamiento causado por la restauración dinámica. Teniendo en cuenta que la variación de la densidad de dislocaciones (ρ) es una consecuencia del balance entre las dislocaciones almacenadas y restauradas, y la hipótesis de que el recorrido medio de dislocaciones es una constante geoméricamente impuesta, la integración de la **ecuación (1.11)** proporciona la siguiente expresión:

$$\rho = \rho_0 e^{-\Omega \varepsilon} + \frac{U}{\Omega} (1 - e^{-\Omega \varepsilon}) \dots \dots \dots (1.12)$$

Introduciendo la **ecuación (1.6)** en la expresión anterior se obtiene la ecuación de modelado:

$$\sigma = [\sigma_0^2 e^{-\Omega \varepsilon} + (\alpha \mu b)^2 (1 - e^{-\Omega \varepsilon})]^{1/2} \dots \dots \dots (1.13)$$

O bien:

$$\sigma^2 = [\sigma_0^2 + (\sigma_s^2 - \sigma_0^2) * e^{-\Omega \varepsilon}] \dots \dots \dots (1.14)$$

Siendo $\sigma_0 = \alpha \mu b \sqrt{\rho_0}$ y $\sigma_s = \alpha \mu b \sqrt{\frac{U}{\Omega}}$, donde σ_0 , es el esfuerzo correspondiente a la densidad de dislocaciones inicial y σ_s , es el esfuerzo máximo o de saturación en el caso de la ausencia de la recristalización dinámica. La **ecuación (1.11)** ha sido usada en un rango amplio de materiales [52, 210-214].

1.6.1.3 Modelo de Montheillet

El modelo propuesto por Montheillet [215] para la descripción de la etapa del endurecimiento y la restauración dinámica se basa en la **ecuación (1.11)**. Este autor añade un término de ablandamiento adicional a dicha ecuación, explicando que cuando un grano crece, su volumen aumenta durante un tiempo dt , lo que conduce a una disminución del volumen de dislocaciones libres en la matriz. Esto, conduce a su vez a un ablandamiento adicional que se ha de añadir en el término de ablandamiento.

$$\begin{cases} \frac{d\rho}{dt} = (U - \Omega\rho)\dot{\varepsilon} - 3 \frac{\rho - \rho_0}{D} \frac{dD}{dt} \text{ cuando } \rho \leq \rho_0 \\ \frac{d\rho}{dt} = (U - \Omega\rho)\dot{\varepsilon} \text{ cuando } \rho > \rho_0 \end{cases} \dots \dots \dots (1.15)$$

Donde U es el término de endurecimiento y Ω el término de ablandamiento causado por la restauración dinámica.

1.6.2 Modelado de la etapa de recristalización dinámica

Si bien el mecanismo de recristalización dinámica se ha estudiado notablemente desde un punto de vista mecánico, no lo ha sido del todo desde el punto de vista metalúrgico y, por lo tanto, ello hace que no exista una gran concordancia en los diversos modelos propuestos en literatura [43, 216-222] en la determinación de una ecuación evolutiva para la recristalización dinámica. No obstante, a la hora de modelar la curva de fluencia es posible evitar esta incertidumbre [39, 183], tratando a dicho mecanismo de ablandamiento como un proceso de transformación de estado sólido. En este caso, la cinética de recristalización dinámica puede expresarse por la ecuación clásica de Avrami asumiendo que el ablandamiento de las curvas de fluencia es proporcional a la fracción en volumen recristalizado (X). Así, la ecuación constitutiva que se aplica después del inicio de la recristalización dinámica es la siguiente:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) * X \dots \dots \dots (1.16)$$

Donde σ_{ss} es el esfuerzo de estado estable a grandes deformaciones y X es la fracción de volumen recristalizado, la cual a su vez sigue la cinética de la ecuación de Avrami, de la siguiente manera:

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \dots \dots \dots (1.17)$$

Donde X es la fracción de volumen recristalizado en un tiempo dado t , B y k son constantes asociadas con el mecanismo y geometría de la nucleación (k) y con la velocidad de nucleación y crecimiento (B). Es habitual definir la cinética de la recristalización en términos del tiempo necesario para el 50% de recristalización ($t_{50\%}$). Puesto que $\exp(-0.693) = 0.5$, la **ecuación (1.17)** se transforma en:

$$X = 1 - \exp(-0.693(t/t_{50\%})^k) \dots \dots \dots (1.18)$$

De manera que $t_{50\%}$ y B están relacionadas como indica la **ecuación (1.19)**:

$$t_{50\%} = \left(\frac{0.693}{B}\right)^{\frac{1}{k}} \dots \dots \dots (1.19)$$

Se ha reportado [34, 211, 223] que $t_{50\%}$ depende de las condiciones experimentales y de la propia estructura o tamaño de grano inicial (d_0), de la forma siguiente:

$$t_{50\%} = B * \dot{\epsilon}^n * d_0^m * \exp\left(\frac{Q_{rec}}{RT}\right) \dots \dots \dots (1.20)$$

Donde B , m , n son constantes, Q_{rec} es la energía de activación para la recristalización y R la constante universal de los gases. Sabiendo que los ensayos se realizan a velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) constante, la **ecuación (1.17)** se puede expresar en términos de deformación:

$$X = 1 - \exp\left(-B \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\dot{\epsilon}}\right)^k\right) \dots \dots \dots (1.21)$$

Donde ϵ_p es la deformación correspondiente al esfuerzo máximo. Del mismo modo la **ecuación (1.21)** se transforma en:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\epsilon_{50\%} - \epsilon_p}\right)^k\right) \dots \dots \dots (1.22)$$

Sustituyendo esta expresión de la fracción de volumen recristalizado en la **ecuación (1.14)**, se obtiene la siguiente expresión que sólo es válida para $\epsilon > \epsilon_p$:

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \left[1 - \exp\left(-0.693 \left(\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\dot{\epsilon}}\right)^k\right)\right] \dots \dots \dots (1.23)$$

El uso de las **ecuaciones (1.13), (1.20) y (1.23)** permitirá la modelización de la curva de fluencia, haya o no recristalización dinámica.

1.6.3 Modelado de la etapa de estado estable

1.6.3.1 Modelos basados en el comportamiento mecánico

En materiales de alta energía de falla de apilamiento, la restauración dinámica es muy eficaz y ocurre con cierta rapidez evitando la recristalización dinámica, por lo que los esfuerzos de fluencia aumentan rápidamente a valores relativamente bajos de deformación. Sin embargo, en

materiales de baja energía de falla de apilamiento la restauración dinámica es poco eficaz, la densidad de dislocaciones (ρ) se mantiene alta, lo que permite el inicio de la recristalización dinámica. En los dos casos, el esfuerzo de pico (σ_p) y el de estado estable (σ_{ss}) se puede relacionar con la temperatura y la velocidad de deformación con las ecuaciones potencial o exponencial siguientes [36]:

$$\dot{\epsilon} = A * \sigma_{ss}^n * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots (1.24)$$

$$\dot{\epsilon} = A' * \exp(\beta * \sigma_{ss}) * \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots (1.25)$$

Donde A , A' y β son constantes del material, n es el exponente de *creep*, Q la energía de activación y R la constante universal de gases. La **ecuación (1.24)** es válida a bajos valores de esfuerzos mientras la **ecuación (1.25)** se cumple a altos esfuerzos. Garofalo [224] en condiciones de *creep*, y Sellars y Tegart [225] en condiciones de conformado en caliente propusieron una expresión más general que describiera el comportamiento a fluencia a bajos y altos valores de tensiones, como sigue:

$$\dot{\epsilon} = A'' * [\text{sen } h(\alpha * \sigma_{ss})]^n * \left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots (1.26)$$

Siendo A'' una constante del material y α la tensión inversa que marca el cambio de comportamiento de potencial a exponencial. Para $\alpha * \sigma_{ss} < 0.8$, la **ecuación (1.24)** es equivalente a la **ecuación (1.26)**, mientras la **ecuación (1.25)** es válida cuando $\alpha * \sigma_{ss} > 1.2$. α , n y β están relacionadas de la forma siguiente:

$$\beta = \alpha * n \dots \dots \dots (1.27)$$

La **ecuación (1.26)** ofrece una descripción completa del comportamiento en un amplio intervalo de esfuerzos.

1.7 Cinética de transformación de fases bajo enfriamiento continuo de aceros avanzados de alta resistencia.

En la práctica, los aceros se enfrían casi siempre desde la región austenítica hasta la temperatura ambiente, de manera que la temperatura desciende continuamente; la velocidad de enfriamiento es fundamental para determinar la naturaleza de los productos de descomposición anisotérmica de la austenita. En el enfriamiento continuo de aceros avanzados de alta resistencia de bajo contenido de carbono pueden aparecer, en función de la velocidad de enfriamiento fases tales como ferrita-perlita, bainita y martensita [1, 87-89, 103].

1.7.1 Transformación ferrítico-perlítica

Cuando el enfriamiento se da en condiciones de equilibrio o muy aproximado, el producto que se genera por descomposición anisotérmica de la austenita es una estructura ferrítico-perlítica. La ferrita transformada puede ser del tipo *alotriomórfica* o *idiomórfica* [226]. La ferrita alotriomórfica es la variedad de la ferrita que se forma a más altas temperaturas por debajo de la temperatura A_{e3} (temperatura de equilibrio superior entre ferrita y austenita) del diagrama de fases, es decir con menores subenfriamientos. La palabra alotriomórfico procede del griego y su significado es “forma extraña”. En efecto, aunque la ferrita alotriomórfica es una fase cristalina en estructura interna, su aspecto microestructural no lo parece. La superficie que limita microestructuralmente el cristal no es regular y no representa la simetría de su estructura interna. La ferrita alotriomórfica nuclea en el límite de grano austenítico y crece a lo largo del mismo a una velocidad superior a como lo hace en dirección normal al plano de frontera; así su forma está fuertemente influenciada por la existencia de fronteras y no refleja microestructuralmente su propia simetría cristalina. Al contrario de la ferrita alotriomórfica, la idiomórfica nuclea de forma intragranular, generalmente en las inclusiones u otros lugares de nucleación heterogéneos y presenta una morfología equiaxial que si recuerda de alguna forma su simetría. El tipo, tamaño y morfología de la estructura ferrítica transformada depende en gran medida de la composición química del acero. En ese sentido, se ha comprobado que las adiciones de boro al acero promueven la formación de ferrita idiomórfica del tipo acicular y decrece la presencia de la ferrita alotriomórfica, tal como se esquematiza en la **Figura 1.18** [92].

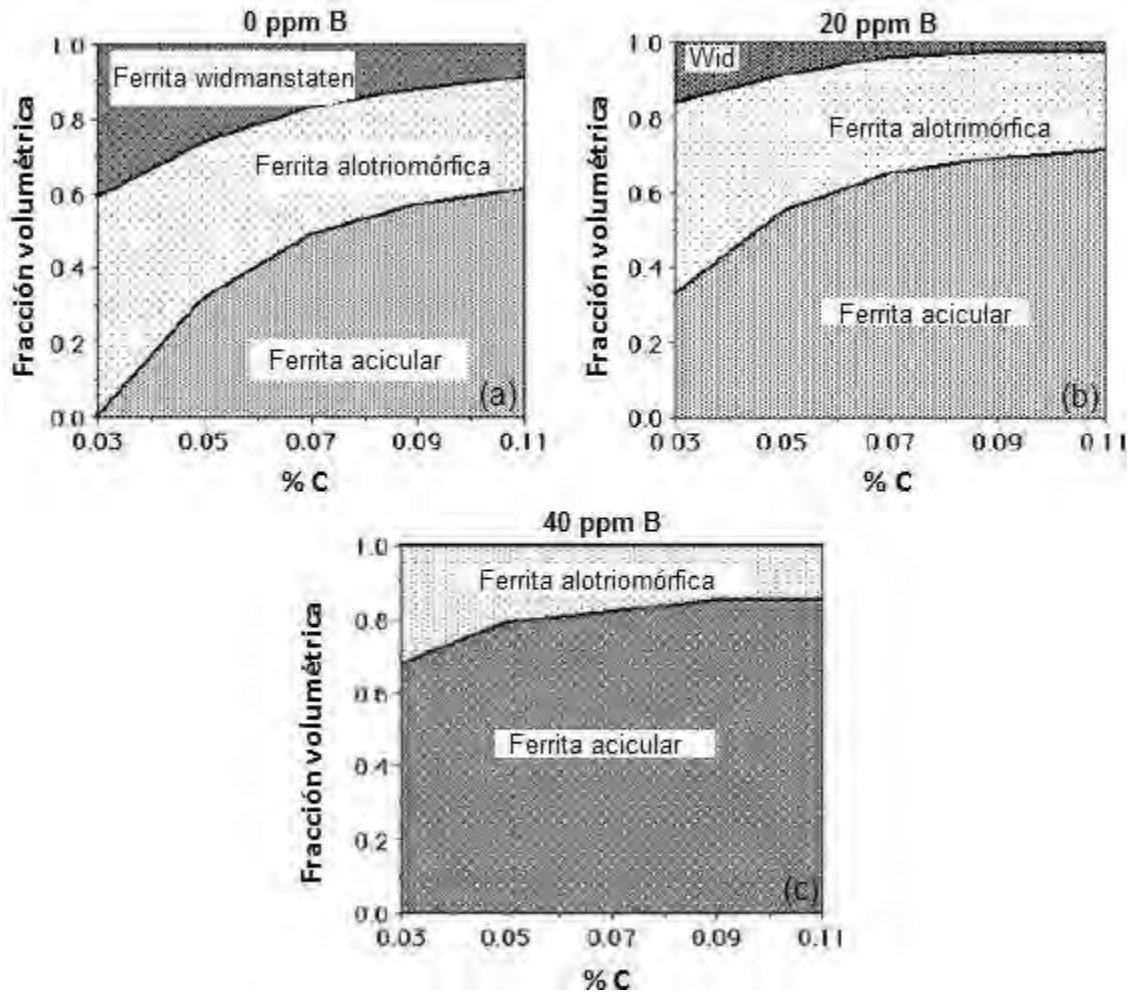


Figura 1.18 Tipos de ferrita presentes en función del contenido de boro, (a) Acero sin boro, (b) Acero con 20 ppm de B y (c) Acero con 40 ppm de B [92].

La perlita (microconstituyente formado por ferrita y Fe_3C), se puede presentar bajo dos morfologías diferentes: *perlita globular*, constituida por carburos esferoidales en una matriz ferrítica producida por enfriamientos extremadamente lentos, y *perlita laminar*, formada por láminas intercaladas de ferrita y carburos, para velocidades de enfriamiento superiores a las anteriores. La descomposición de la austenita para formar perlita también ocurre por nucleación y crecimiento. En casi todos los casos la nucleación tiene lugar de forma heterogénea. Si la austenita fuese homogénea de composición uniforme la nucleación ocurriría casi exclusivamente en los límites de granos. Cuando no es homogénea, sino que tiene gradientes de concentración y contiene partículas de carburos, la nucleación de la perlita puede ocurrir tanto en los límites de grano de la austenita como en el interior de los mismos [87].

En el mecanismo de formación de la perlita no se tiene referencia clara de si el primer paso es la aparición de una pequeña zona de carburos o de ferrita. Según Mehl [227] el núcleo activo es una pequeña partícula de carburo que se forma en el límite de un grano de austenita y crece hacia el interior. Según se desarrolla esta pequeña partícula, en longitud y grosor capta átomos de carbono de la austenita sobre cada lado de la misma; como consecuencia, desciende la concentración de carbono de la austenita en contacto con los carburos. Cuando la composición de la austenita cercana a dichos carburos alcanza un valor más o menos fijo, la ferrita se nuclea y se desarrolla a lo largo de la superficie de los carburos. Como la ferrita contiene muy poco carbono en solución, su desarrollo continuo está asociado con una acumulación de carbono en la intercara ferrita-austenita. Esta acumulación continúa hasta que se nuclea una nueva partícula de carburo. El desarrollo de esta nueva partícula inducirá, a su vez, la formación de una nueva zona de ferrita. Dicha secuencia del mecanismo de formación de la perlita se ilustra en la **Figura 1.19**. En el caso de la perlita laminar, la temperatura a la cual se transforma la austenita tiene un efecto importante sobre la separación interlaminar; de esta separación depende la dureza de la estructura resultante: a una separación menor corresponde mayor dureza. La velocidad de formación de la perlita es también una función de la temperatura. A temperaturas justamente por debajo de la eutectoide la velocidad de desarrollo aumenta rápidamente con la disminución de la temperatura.

En general, el Mn, Ni y Cr son los elementos que tienen más influencia sobre las temperaturas de formación de la ferrita y de la perlita [88].

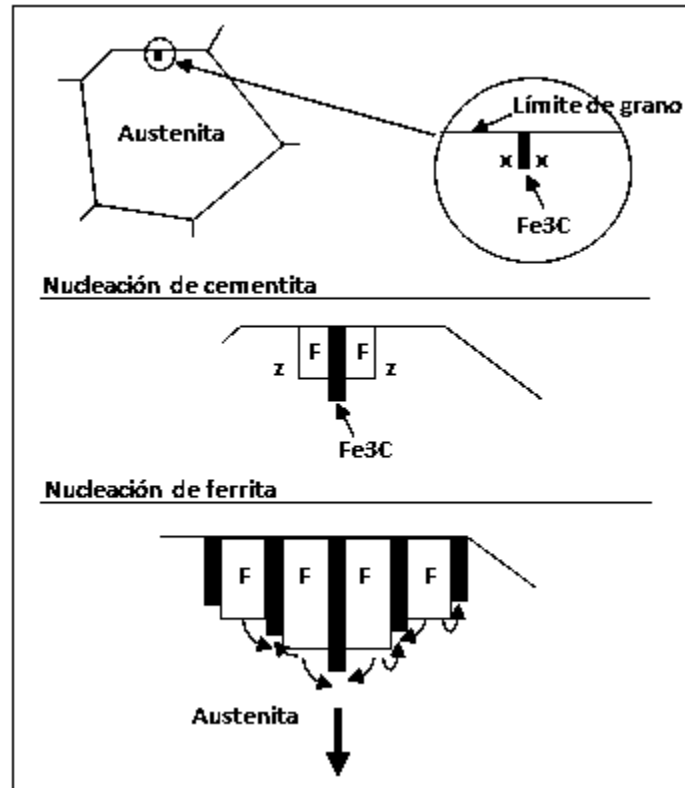


Figura 1.19 Esquema ilustrativo del mecanismo de formación de la perlita [227].

1.7.2 Transformación bainítica

Cuando en una aleación Fe-C hipoeutectoide (aceros con menos del 0.8% C en peso) el enfriamiento desde la fase austenítica es relativamente rápido (lo suficiente para evitar la formación de perlita pero no demasiado rápido para formar martensita), o mejor aún, si éste procede rápidamente hasta unos 250-550 °C y luego se mantiene dicha temperatura durante un período de tiempo adecuado, no se produce la transformación de equilibrio, sino la denominada *transformación bainítica* [87, 89].

La bainita es un micro-constituyente formado por finos agregados de placas o agujas de ferrita y partículas de cementita (Fe_3C), las cuales presentan propiedades mecánicas intermedias entre estructuras perlíticas y martensíticas [89]. La bainita se diferencia netamente de la perlita no sólo por el mecanismo actuante durante la transformación, sino por la distribución de las fases, su composición, y lo más importante, por sus propiedades: elevada dureza y tenacidad. Cuando se efectúa un enfriamiento rápido desde el campo austenítico, la difusión no actúa en razón del

corto tiempo, o lo hace en forma muy restringida. Entonces, se mantiene austenita sin transformar a temperaturas 200 a 300°C por debajo de la de equilibrio del diagrama Fe-C. Esta austenita subenfriada es inestable, y en esta situación, la ferrita, que es la fase estable a esa temperatura, está en óptimas condiciones para nuclear en bordes de grano de la austenita y crecer. Debido al subenfriamiento alcanzado, el proceso es rápido y, como la difusión es muy lenta por la baja temperatura del sistema, no puede efectuar el transporte del carbono necesario para que la ferrita crezca con el contenido de equilibrio ($<0.025\%$), resultando sobresaturada. Entonces, al mismo tiempo que crece, segrega parte del exceso de carbono, que a su vez precipita como Fe_3C . El crecimiento de la ferrita se desarrolla en forma de placas o agujas. El mecanismo no está claro, pero se admite que puede darse por cizallamiento de los planos (transformación martensítica), seguido de difusión. La precipitación de la cementita es ligeramente distinta según sea el nivel de temperatura al que ocurra la transformación. Dentro del rango habitual, las temperaturas más elevadas dan lugar a la bainita superior (rango de temperaturas de 550 a 400 °C). Como se esquematiza en la **Figura 1.20**, en ella la precipitación de la cementita se produce esencialmente en la interfase en la medida que ésta se desplaza durante el crecimiento de la ferrita. Las partículas de Fe_3C quedan alineadas siguiendo aproximadamente las normales a las sucesivas posiciones de la interfase. El aspecto final es semejante a la pluma de un ave, por lo que se le denomina bainita superior o *plumásea*. Las partículas precipitadas son muy finas, aunque de mayor tamaño que las que se producen a temperaturas inferiores. A temperaturas más bajas (250-400 °C), se forma la bainita inferior. Para este caso, la ferrita crece como agujas más que como placas, y la cementita precipita esencialmente en el interior de esas agujas, con una distribución más fina y homogénea.

Tanto la bainita como la ferrita acicular se forman en el mismo rango de temperaturas, sin embargo, la principal diferencia entre ambas fases está en su nucleación: mientras la bainita nuclea en los límites de grano, la ferrita acicular lo hace en inclusiones no metálicas presentes en el acero [228, 229].

El efecto del boro sobre la descomposición continua de la austenita también indica que la transformación bainítica es promovida por el incremento en la segregación del boro a lo largo de los límites de grano de la austenita antes de la transformación austenita-ferrita [230].

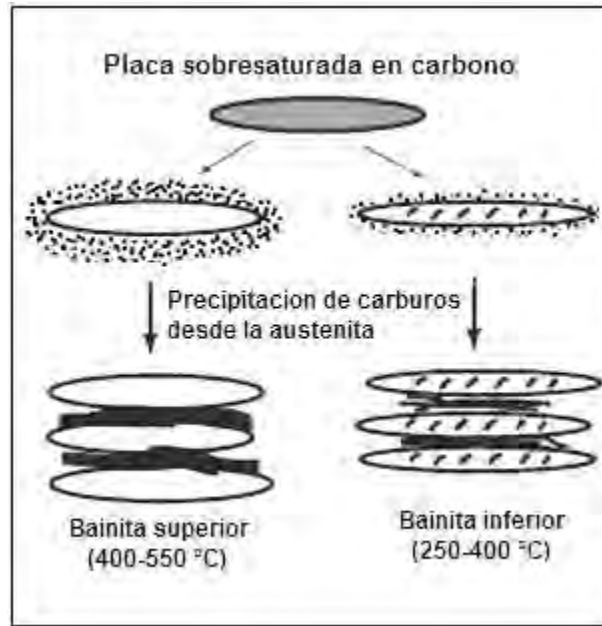


Figura 1.20 Representación esquemática de la transición de bainita superior a inferior [87].

En resumen, a excepción de la transformación martensítica que se explicará a continuación, todas las transformaciones en estado sólido son consideradas transformaciones por nucleación y crecimiento, caracterizadas por el hecho de que su cinética está subordinada al desarrollo de gérmenes de una o varias fases nuevas, dispersas en el seno de la fase austenítica primitiva. El desarrollo de estas transformaciones está sometido a difusión y estructuralmente dichas transformaciones no mantienen relaciones cristalográficas privilegiadas entre la fase inicial y la fase final.

1.7.3 Transformación martensítica

La martensita, llamada así en honor al metalurgista Adolf Martens, es el microconstituyente por excelencia de los aceros al carbono templados. Es una solución sólida sobresaturada de carbono en la red de hierro α [87–89]. Tiene una estructura microscópica acicular, formando agujas cruzadas con ángulos de 60° y cristaliza, dependiendo de la composición química, en el sistema cúbico o tetragonal. Si bien no es exclusiva de los aceros, en éstos se tiene el campo de aplicación más difundido. En aceros con poco menos de 0.25%C en peso, la austenita de estructura cúbica centrada en las caras (FCC, *Face-Centered Cubic*) se transforma mediante un enfriamiento extremadamente rápido en una estructura de martensita

cubica centrada en el cuerpo (BCC, *Body-Centered Cubic*). En aceros de más alto carbono, la reacción martensítica ocurre al transformarse la austenita FCC a martensita tetragonal centrada en el cuerpo (BCT, *Body-Centered Tetragonal*); el sistema procura adoptar la red BCC, pero el excesivo contenido de carbono cuyos átomos siguen ocupando los huecos octaédricos, la tetragonalizan. El resultado puede considerarse una ferrita muy sobresaturada en carbono. Dicha transformación se diferencia de las de nucleación y crecimiento tanto desde el punto de vista de la cinética como desde el punto estructural. La transformación de la austenita en martensita es adifusional y los cristales de la nueva fase crecen de manera casi instantánea, siguiendo ciertas direcciones privilegiadas de la fase inicial, con la que existe una relación de orientación semejante a la producida en las maclas. Esquemáticamente el mecanismo de plegamiento de la red de la austenita para formar la martensita es debido a un doble cizallamiento de la red γ , lo que implica únicamente pequeños desplazamientos atómicos, sin cambios relativos de las posiciones de los átomos. Cada aguja o placa de martensita se produce instantáneamente en su tamaño y magnitud final y la transformación continúa con la formación de otras nuevas sin la intervención de mecanismos de crecimiento. El tamaño de cada aguja de martensita dependerá exclusivamente de impedimentos tales como bordes de grano, inclusiones y/o precipitados.

Por aceleración del enfriamiento es imposible impedir la transformación martensítica; al contrario de lo que ocurre en la transformación de la austenita en otras fases, la transformación martensítica comienza a la temperatura M_s (temperatura de inicio de transformación martensítica) de manera prácticamente instantánea. Al llegar a la temperatura M_s , se forman agujas de martensita en grupos, pero esta transformación sólo progresa en el curso del enfriamiento; si el enfriamiento se detiene y el acero se mantiene a una temperatura constante, la transformación se interrumpe y sólo por un nuevo descenso de la temperatura pueden producirse sucesivos plegamientos, reanudándose así la transformación. Esto indica que la transformación martensítica es una transformación anisotérmica que se desarrolla en función de la temperatura alcanzada. El porcentaje de transformación, es decir, la fracción de volumen de martensita formada, es, esencialmente función de la temperatura alcanzada en el enfriamiento y este porcentaje aumenta a medida que la temperatura disminuye. Cuando desciende la temperatura de una aleación susceptible de sufrir una transformación martensítica, se atraviesa por una temperatura de equilibrio que separa las zonas de estabilidad de dos fases diferentes. Por debajo de esta

temperatura, la energía libre de la aleación disminuye si la transformación se realiza desde una fase estable a elevadas temperaturas a otra estable a bajas temperaturas. Esta diferencia en la energía libre es la fuerza impulsora fundamental de la transformación martensítica. Por tanto, la condición necesaria para que se produzca la transformación martensítica en el acero, es que la energía libre de la martensita sea inferior a la de la austenita. Por otra parte, como esta transformación requiere vencer fuerzas de superficie y de deformación importantes, para que se produzca la misma será necesaria una energía adicional que se consigue a través del subenfriamiento por debajo de la temperatura T_0 de la **Figura 1.21** donde la energía libre de la austenita y de la martensita es igual. Este subenfriamiento implica que la transformación no comience hasta una temperatura M_s , que puede llegar a ser hasta 200 K inferior a T_0 [231].

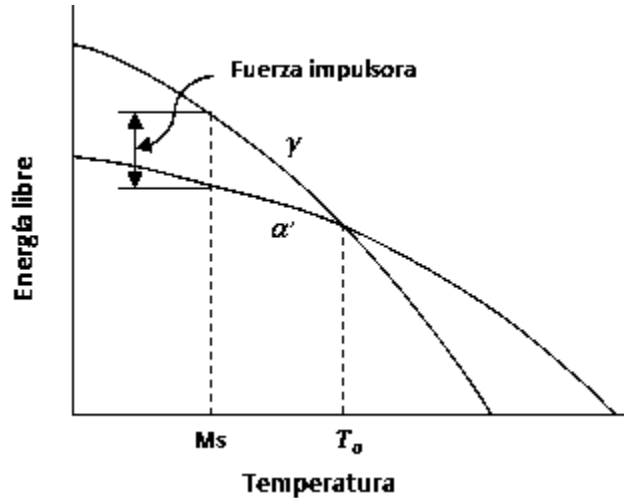


Figura 1.21 Energías libres de austenita (γ) y martensita (α') [231].

De forma general y esquemática, en la transformación martensítica, el movimiento de los átomos se produce de tal manera que el desplazamiento de un átomo respecto a sus vecinos, es inferior a la distancia interatómica. Las plaquetas martensíticas como las maclas de deformación se obtienen por un mecanismo de cizallamiento que implica la existencia de relaciones específicas de orientación entre la parte maclada y el resto del cristal. Sin embargo, en las maclas, el cizallamiento y las relaciones de orientación son tales que la región maclada tiene una estructura cristalina idéntica a la del cristal del que procede, mientras que en las transformaciones martensíticas, la estructura cristalina de las plaquetas transformadas es diferente de la estructura de la fase madre. Para entender de mejor manera la formación de la martensita en los aceros hay

que tener en cuenta la teoría propuesta por Wechsler *et al.* [232], los cuales demostraron que las características cristalográficas de las transformaciones martensíticas pueden ser completamente explicadas en términos de las tres deformaciones básicas siguientes:

- Distorsión de Bain, la cual forma la red final partiendo de la red original.
- Deformación por cizallamiento, la cual mantiene la simetría de la red (no cambia la estructura cristalina).
- Rotación de la red transformada.

1.7.3.1 Efecto de la composición química sobre la transformación martensítica

La transformación martensítica se ve también afectada por los elementos de aleación presentes en el acero. Tanto las temperaturas M_s y M_f de comienzo y final de transformación martensítica son función del contenido de carbono en el acero, tal como se representa en la **Figura 1.22**. Debido a su importancia, la influencia de la composición química sobre la temperatura M_s ha sido extensamente reportada en la literatura para aceros de baja aleación y varias ecuaciones empíricas han sido propuestas [233-235].

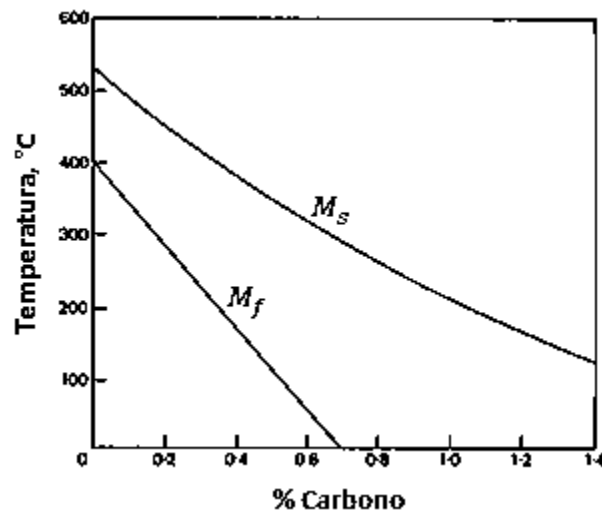


Figura 1.22 Efecto del contenido de carbono en el acero sobre las temperaturas de inicio (M_s) y final (M_f) de transformación martensítica [87].

Por otro lado, se ha demostrado que la segregación a los límites de grano austeníticos de elementos microaleantes tales como Mo, Nb, V y Ti, suprimen o retardan por efecto de arrastre de soluto la formación de fases blandas como la ferrita y perlita, aumentando con ello la

templabilidad de los aceros [90]. Este mismo efecto ha sido observado al adicionar al acero pequeños porcentajes de boro [91, 92]. El boro ejerce un efecto de aumento de la templabilidad debido a que tiende a desplazar las curvas de transformación de fase hacia la derecha (**Figura 1.23**), abriendo el campo de la austenita metaestable, favoreciéndose la obtención de estructuras martensíticas. Es probable que este efecto sea debido a la reducción de la energía interfacial cuando el boro segrega a los límites de grano de la austenita, provocando que estos pierdan efectividad como sitios para la nucleación heterogénea de la ferrita. Otros investigadores [95] atribuyen el aumento de la templabilidad a la precipitación de partículas de boro sobre las fronteras de grano austeníticas, los cuales dificultan la nucleación de la ferrita en la interfase precipitado-matriz.

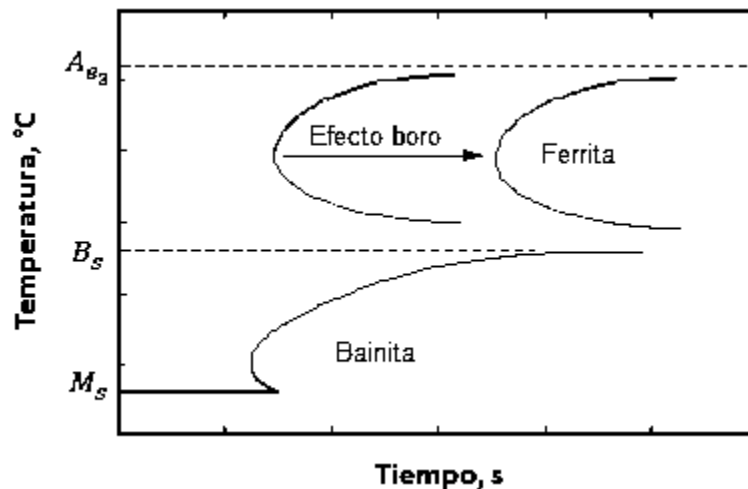


Figura 1.23 Representación esquemática de la influencia del boro sobre el comportamiento de transformación de fase [92].

Del mismo modo, está bien establecido que las propiedades de dureza de la martensita de los aceros (solo superadas por la cementita) son función del contenido de carbono en solución. El grado de deformación interna de la red del hierro α es directamente proporcional a la cantidad de átomos de carbono en posiciones intersticiales en la misma [87]. La **Figura 1.24**, producto de la síntesis hecha por Krauss [236] resume los resultados de un elevado número de trabajos relativos a la medida de la dureza de aceros martensíticos con diferentes contenidos en carbono. Se observa que para contenidos de carbono superiores a 0.7 %, la dureza deja de aumentar debido a que la transformación de la austenita en martensita a la temperatura ambiente no es completa; la temperatura M_f es inferior a la temperatura ambiente.

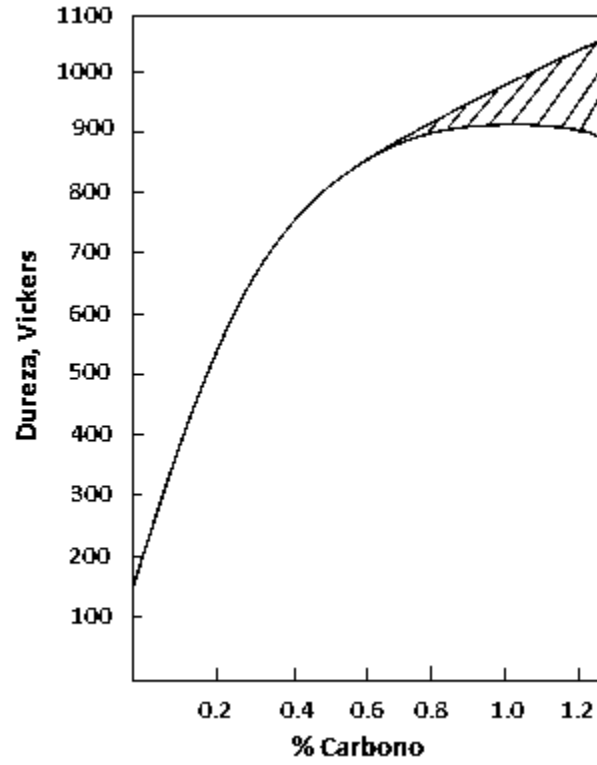


Figura 1.24 Evolución de la dureza de la martensita en función del contenido de carbono en el acero [236].

CAPÍTULO 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se describen de manera general los materiales utilizados, los trabajos experimentales llevados a cabo, así como los equipos y los métodos de caracterización empleados. El diagrama de flujo correspondiente al procedimiento experimental se muestra en la **Figura 2.1**.

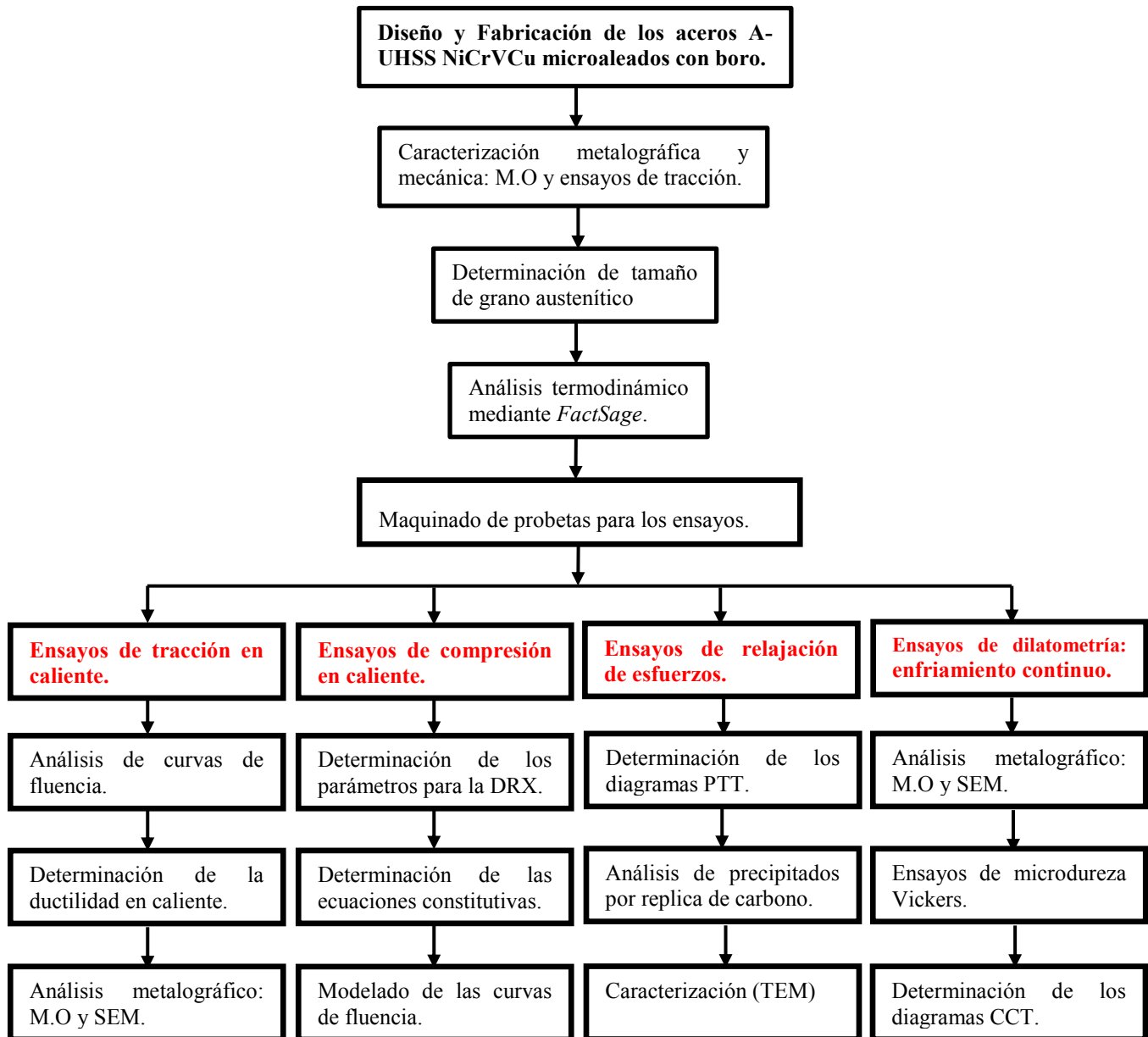


Figura 2.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

2.1 Fabricación de los aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS)

Para la realización del presente proyecto de investigación se utilizaron seis aceros experimentales de bajo contenido de carbono (0.1%) NiCrVCu microaleados con diferentes cantidades de boro (14, 33, 82, 126 y 214 ppm). Los aceros fueron fabricados en el laboratorio de fundición del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, utilizando un horno de inducción con capacidad de carga máxima de 250 kg. La denominación y composición química de los aceros, así como las relaciones de B:N y Mn:S calculadas se muestran en la **Tabla 2.1**. La composición química base es *0.15%C-0.50%Cu-1.31%Cr-2.44%Ni-0.22%V* (acero B0). Con la intención de evaluar el efecto individual del boro, el porcentaje del mismo fue variado en los aceros B1-B5. Las relaciones de Mn:S actual (Mn:S)_a y crítica (Mn:S)_c, calculadas usando el modelo desarrollado por Toledo *et al.* [237] (**ecuación 2.1**) se exponen también en la **Tabla 2.2**.

$$(Mn:S)_c = 1.345S^{-0.7934} \dots \dots \dots (2.1)$$

Tabla 2.1 Composición química de los aceros (% peso).

Acero	C	Mn	Si	S	P	Cu	Cr	Ni	V	Al	N	B	B:N	Mn:S
B0	0.15	0.40	0.42	0.02	0.013	0.52	1.31	2.44	0.22	0.0026	0.0091	0	-	19
B1	0.12	0.40	0.40	0.02	0.012	0.51	1.31	2.38	0.22	0.0040	0.0100	0.0014	0.14	20
B2	0.11	0.41	0.43	0.01	0.007	0.46	1.33	2.26	0.24	0.0048	0.0082	0.0033	0.40	29
B3	0.11	0.40	0.35	0.02	0.012	0.51	1.30	2.37	0.22	0.0030	0.0086	0.0082	0.95	20
B4	0.10	0.40	0.33	0.01	0.011	0.49	1.30	2.30	0.22	0.0036	0.0079	0.0126	1.59	21
B5	0.09	0.41	0.29	0.02	0.012	0.50	1.30	2.42	0.22	0.0031	0.0087	0.0214	2.46	20.5

Tabla 2.2 Relaciones de Mn:S actual (Mn:S)_a y crítica (Mn:S)_c de los aceros.

Acero	(Mn:S) _a	(Mn:S) _c	(Mn:S) _a /(Mn:S) _c
B0	19	28	0.68
B1	20	29	0.69
B2	29	40	0.72
B3	20	29	0.69
B4	21	31	0.68
B5	20.5	29	0.70

El análisis químico de los aceros fue realizado en los laboratorios de la *Planta Acería-Laminación DEACERO S.A. de C.V. de Celaya, Gto. (México)*, y corroborado en el Laboratorio Químico del Centro Tecnológico de Manresa (España).

2.2 Caracterización metalográfica y mecánica en condición de laminación en caliente y temple.

Para la caracterización metalográfica y mecánica, primeramente los lingotes de acero fueron cortados y austenizados a 1200 °C durante tres horas, seguido de un proceso de laminación hasta alcanzar un nivel de deformación del 80%. El equipo utilizado fue un laminador reversible de laboratorio *T.J. Pigott-Engineers* con capacidad de anchos de 40 cm y carga de 50 t. La deformación plástica se finalizó a 950 °C para todos los aceros y las placas fueron enseguida templadas en agua a temperatura ambiente. La caracterización metalográfica se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido (SEM, *Scanning Electron Microscopy*) en un equipo *JEOL JSM 6400*. Para el revelado de la microestructura se siguió la técnica convencional de preparación de muestras de previo desbaste burdo con lijas de carburo de silicio, pulido fino con pasta de diamante de alta concentración y ataque químico por inmersión en una solución de nital al 2%. Por su parte, la caracterización mecánica se efectuó mediante ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente en probetas cilíndricas de 6.35 mm de diámetro y una longitud de prueba de 25.4 mm, maquinadas bajo la misma condición de procesado termomecánico de los aceros y de acuerdo a lo estipulado por la especificación *ASTM E-8* para probetas de tamaño reducido [238]. Las pruebas se llevaron a cabo usando una máquina universal de ensayos de tracción *INSTRON 5585H* con celda de carga de 100 kN a velocidad constante del cabezal móvil de 0.01 mm·s⁻¹ hasta la fractura.

2.3 Determinación del tamaño de grano austenítico inicial

La determinación del tamaño de grano austenítico de partida se realizó por medio de microscopía óptica. Para el revelado de los límites del grano, muestras de los aceros en condición de temple en agua se prepararon y atacaron químicamente por inmersión, utilizando un reactivo a base de solución sobresaturada de ácido pícrico, jabón líquido (como agente humectante tensoactivo) y algunas gotas de ácido clorhídrico. El ataque químico se aplicó en caliente a una temperatura media de 80 °C durante un tiempo aproximado de 60 segundos. El registro de las microestructuras se llevó a cabo en un banco metalográfico *Nikon Epiphot 300* y la medición del tamaño de grano austenítico promedio se llevó a cabo con el software de análisis de imagen *Sigma Scan Pro 5*. El ciclo del tratamiento térmico de temple se muestra en la **Figura 2.2**.

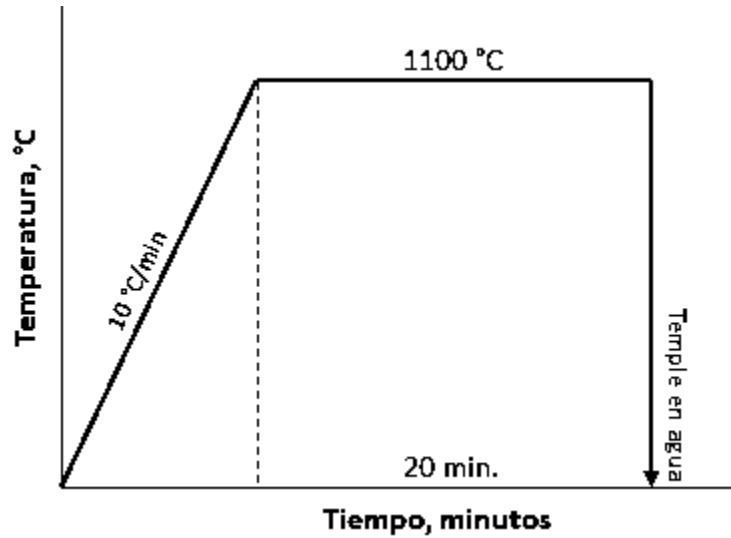


Figura 2.2 Ciclo térmico de tratamiento de temple.

2.4 Análisis termodinámico mediante FactSage

Para la predicción de las distintas fases o precipitados que pudieran formarse durante los diferentes ensayos, tomando en cuenta la composición química real y temperaturas alcanzadas, se llevó a cabo un análisis termodinámico de predicción de fases en equilibrio utilizando el software comercial *FactSage* (Figura 2.3), el cual está basado en un completo sistema de base de datos de termodinámica química.

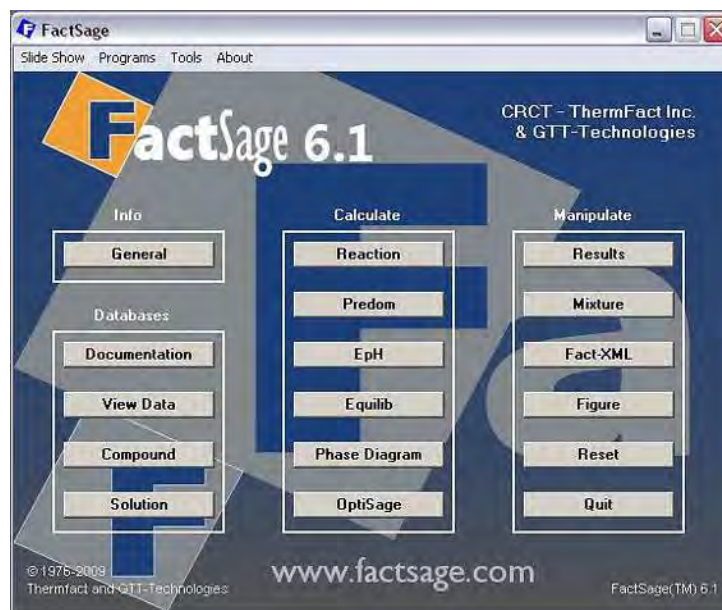


Figura 2.3 Programa *FactSage* 6.1 empleado en el cálculo termodinámico.

2.5 Ensayos de tracción en caliente

Con el objetivo de estudiar el efecto de las adiciones de boro sobre la ductilidad en caliente de los aceros, se llevaron a cabo ensayos de tracción uniaxial a diferentes temperaturas (650, 700, 750, 800, 900 y 1000°C) y una velocidad de deformación constante de 0.001 s^{-1} . Para ello, probetas cilíndricas de tamaño reducido de 6 mm de diámetro y una longitud de prueba de 30 mm, extraídas de los diferentes aceros en condición de colada fueron maquinadas de acuerdo a la norma *ASTM E 21-92* [239]. El ciclo termomecánico utilizado consistió en un calentamiento de las probetas a 1100 °C durante 15 minutos con el fin homogenizar la fase austenítica y obtener un tamaño de grano inicial similar. Posteriormente, las muestras fueron enfriadas hasta la temperatura de ensayo donde se mantuvieron por espacio de 5 minutos con el fin de homogenizar la misma antes de aplicar la deformación. Inmediatamente después de la rotura las muestras fueron templadas con una corriente de Argón. Todo el ciclo termomecánico se esquematiza en la **Figura 2.4**.

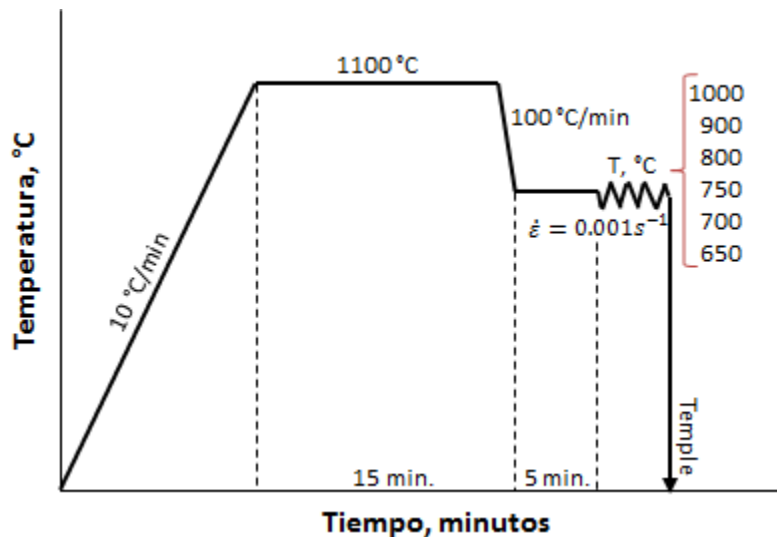


Figura 2.4 Ciclo termomecánico para los ensayos de tracción en caliente.

Tomando en cuenta que son seis aceros bajo estudio, en total se realizaron 36 ensayos de tracción en caliente. La matriz experimental se muestra en la **Tabla 2.3**.

Tabla 2.3 Matriz experimental para ensayos de tracción en caliente.

ACERO	TEMPERATURA, °C	VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN ($\dot{\epsilon}$), s ⁻¹
BO	650, 700, 750, 800, 900, 1000	0.001
B1	650, 700, 750, 800, 900, 1000	0.001
B2	650, 700, 750, 800, 900, 1000	0.001
B3	650, 700, 750, 800, 900, 1000	0.001
B4	650, 700, 750, 800, 900, 1000	0.001
B5	650, 700, 750, 800, 900, 1000	0.001

Una vez efectuados los ensayos, el porcentaje de reducción de área (%*RA*) de las probetas fracturadas fue considerado como la medida de la ductilidad. A partir del diámetro inicial de la probeta (*D_i*) y el diámetro final (*D_f*), los valores de %*RA* se calcularon mediante la siguiente relación:

$$\%R.A = \left(\frac{D_i^2 - D_f^2}{D_i^2} \right) \times 100 \text{ ----- (2.2)}$$

2.5.1 Equipo utilizado para ensayos de tracción en caliente

Los ensayos de tracción en caliente se llevaron a cabo con una máquina universal *INSTRON* modelo 4507, en el departamento de *Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica* de la *Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España*. Dicha máquina está equipada con un sistema de calentamiento por radiación cilíndrico y un sistema de mordazas de molibdeno y diseño especial que permiten elevar y mantener la temperatura de la probeta durante el ensayo. Dispone también, de un sistema informático que controla el equipo y procesa la información obtenida durante el ensayo. El sistema de calentamiento está formado por un horno modelo *E4 Quad Elliptical Heating Chamber*, constituido por cuatro lámparas infrarrojas con filamentos de tungsteno y cuatro reflectores elípticos de aluminio que distribuyen la energía generada por las lámparas. El equipo dispone también de un sistema de refrigeración a base de flujo de gas argón y un panel de control al que se conecta un termopar tipo *K (Termopar PM 1820)* que permite el control y registro de la temperatura de los ensayos. Las mordazas fueron diseñadas para ser maquinadas en *TZM-VAC*, una aleación de molibdeno (0.5% Ti, 0.1% Zr y resto de Mo) fundido al vacío por arco eléctrico. Su principal característica es que mantiene las

propiedades mecánicas (módulo elástico y resistencia a la tracción) a altas temperaturas. El problema de esta aleación es que sublima a altas temperaturas al entrar en contacto con oxígeno, por lo que es muy importante mantener una atmósfera inerte durante la realización de los ensayos. Esta atmósfera se consigue mediante la circulación de argón de alto grado de pureza a través de un tubo de cuarzo que protege todo el sistema. En la **Figura 2.5** se muestran la máquina universal de ensayos mecánicos utilizada y accesorios complementarios.



Figura 2.5: (a) Máquina universal de ensayos mecánicos *INSTRON 4507*, (b) consola de control, (c) horno de radiación *E4 Quad Elliptical Heating Chamber*, (d) y (e) mordazas de *TZM-VAC*, (f) tanque de suministro de Ar, (g) tubo de cuarzo, (h) sistema de temple, (i) probeta de compresión, (j) lámparas infrarrojas y (k) probeta de tracción.

2.5.2 Caracterización metalográfica SEM-EDS

Para el estudio fractográfico de las probetas ensayadas a tracción en caliente se utilizó también microscopía electrónica de barrido, para lo cual las superficies de fractura, tras ser limpiadas en etanol por ultrasonido, se examinaron en un equipo *JEOL JSM 7001F*. Finalmente, la sección longitudinal transversal de las probetas, incluyendo las puntas de fractura fueron analizadas bajo la misma técnica y, la naturaleza química de precipitados e inclusiones no metálicas se estableció por energía dispersiva de rayos-X (SEM-EDS, Energy-Dispersive X-ray Spectrometry), usando un voltaje de aceleración de 15 kV.

2.6 Ensayos de compresión en caliente

Con el propósito de estudiar el efecto del contenido de boro sobre el comportamiento de fluencia en caliente de los aceros, se efectuaron ensayos de compresión uniaxial a diferentes temperaturas y diferentes velocidades de deformación, usando el mismo equipo *INSTRON 4507*. Para tal efecto, probetas cilíndricas de 7 mm de diámetro y 11 mm de longitud, extraídas de los distintos aceros en condición de colada fueron maquinadas en concordancia con la norma *ASTM E 8-00M* [240]. Primeramente, las probetas fueron calentadas hasta 11000 °C para su austenización con un tiempo de permanencia de 15 minutos. A continuación, se enfriaron hasta la temperatura de ensayo (950, 1000, 1050 y 1100 °C) donde se mantuvieron otra vez por espacio de 5 minutos antes de efectuar la deformación, la cual fue de aproximadamente 80% ($\varepsilon = 0.8$) a tres diferentes velocidades de deformación (0.001, 0.01 y 0.1 s⁻¹). Una vez terminado el ensayo de compresión las probetas fueron templadas inmediatamente en agua. Dos láminas delgadas de tántalo recubiertas con una película de nitruro de boro se utilizaron como lubricantes para minimizar los efectos de fricción y el subsecuente abarillamiento de las probetas. Todo el ciclo termomecánico se esquematiza en la **Figura 2.6**.

Tomando en cuenta las diferentes variables de ensayo, en total se realizaron 72 ensayos de compresión en caliente, 12 para cada acero. La matriz experimental resultante se muestra en la **Tabla 2.4**.

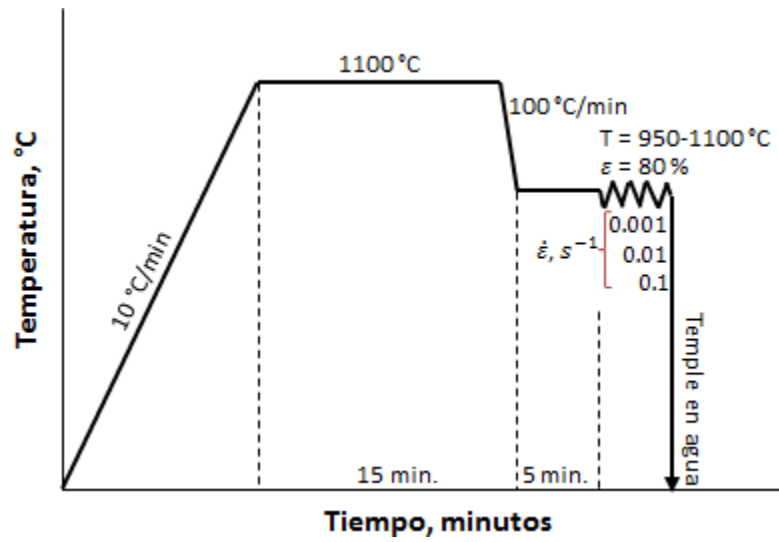


Figura 2.6 Ciclo termomecánico para los ensayos de compresión en caliente.

Tabla 2.4 Matriz experimental para ensayos de compresión en caliente.

ACERO	TEMPERATURA, °C	VELOCIDAD DE DEFORMACION, s ⁻¹
B0	950	0.1, 0.01, 0.001
	1000	
	1050	
	1100	
B1	950	0.1, 0.01, 0.001
	1000	
	1050	
	1100	
B2	950	0.1, 0.01, 0.001
	1000	
	1050	
	1100	
B3	950	0.1, 0.01, 0.001
	1000	
	1050	
	1100	
B4	950	0.1, 0.01, 0.001
	1000	
	1050	
	1100	
B5	950	0.1, 0.01, 0.001
	1000	
	1050	
	1100	

2.6.1 Determinación del inicio de la recristalización dinámica

El método desarrollado por Poliak y Jonas [45, 241, 242] y subsecuentemente simplificado por Najafizadeh y Jonas [243], fue utilizado para identificar las condiciones críticas de esfuerzo y deformación (σ_c, ϵ_c) asociadas con el inicio real de la recristalización dinámica en las curvas de fluencia en caliente. Antes que nada, se removió el rango elástico a cada curva de fluencia y posteriormente, éstas fueron ajustadas y suavizadas mediante un polinomio de grado 9, el cual permitió eliminar las fluctuaciones e irregularidades presentes en las curvas experimentales y de esta manera, permitir los subsecuentes cálculos. Tales curvas suavizadas fueron entonces empleadas para derivar la velocidad de endurecimiento por deformación, es decir, $\theta = (\partial\sigma/\partial\epsilon)_\epsilon$. La recristalización dinámica causa una inflexión hacia abajo en el gráfico de velocidad de endurecimiento por deformación-esfuerzo de fluencia ($\theta - \sigma$) que conduce a velocidades de endurecimiento por deformación de cero y valores negativos. De acuerdo con Poliak y Jonas [45, 241, 242] y Ryan y McQueen [244], los puntos donde el gráfico cruza el cero desde arriba representan el esfuerzo máximo o pico (σ_p) y el punto de inflexión indica el esfuerzo crítico (σ_c) para el comienzo de la recristalización dinámica. El método implica diferenciar la curva experimental $\theta - \sigma$. Sin embargo, tal diferenciación comúnmente no revela de manera clara el punto de inflexión y, por tanto, el inicio de la recristalización es incierto. De acuerdo con Najafizadeh y Jonas [243], este punto de inflexión puede ser claramente detectado ajustando las curvas experimentales de $\theta - \sigma$ por medio de una ecuación polinomial de 3er orden hasta el punto pico, de la forma siguiente:

$$\theta = A\sigma^3 + B\sigma^2 + C\sigma + D \dots \dots \dots (2.3)$$

Donde A, B, C , y D son constantes para un conjunto dado de condiciones de deformación. La diferenciación de esta ecuación con respecto al σ resulta en:

$$\frac{d\theta}{d\sigma} = 3A\sigma^2 + 2B\sigma + C \dots \dots \dots (2.4)$$

Al esfuerzo crítico para la iniciación de la recristalización dinámica, la segunda derivada se convierte en cero. Por lo tanto:

$$\frac{d^2\theta}{d\sigma^2} = 0 \rightarrow 6A\sigma_c + 2B + 0 \rightarrow \sigma_c = \frac{-B}{3A} \dots \dots \dots (2.5)$$

De acuerdo con Poliak y Jonas [45, 241, 242] el paso siguiente para identificar en esfuerzo crítico es graficar la derivada de la ecuación de 3er orden versus el esfuerzo de fluencia ($d\theta/d\sigma - \sigma$) y el punto más bajo de estas curvas representa el esfuerzo crítico. Una vez encontrado este valor, la deformación crítica (ε_c) se localiza directamente sobre la base de datos experimental esfuerzo-deformación ($\sigma - \varepsilon$). La **Figura 2.7** resume esquemáticamente los pasos seguidos en la presente investigación para la obtención de los parámetros críticos asociados con el inicio de la recristalización dinámica, haciendo uso del mencionado método matemático.

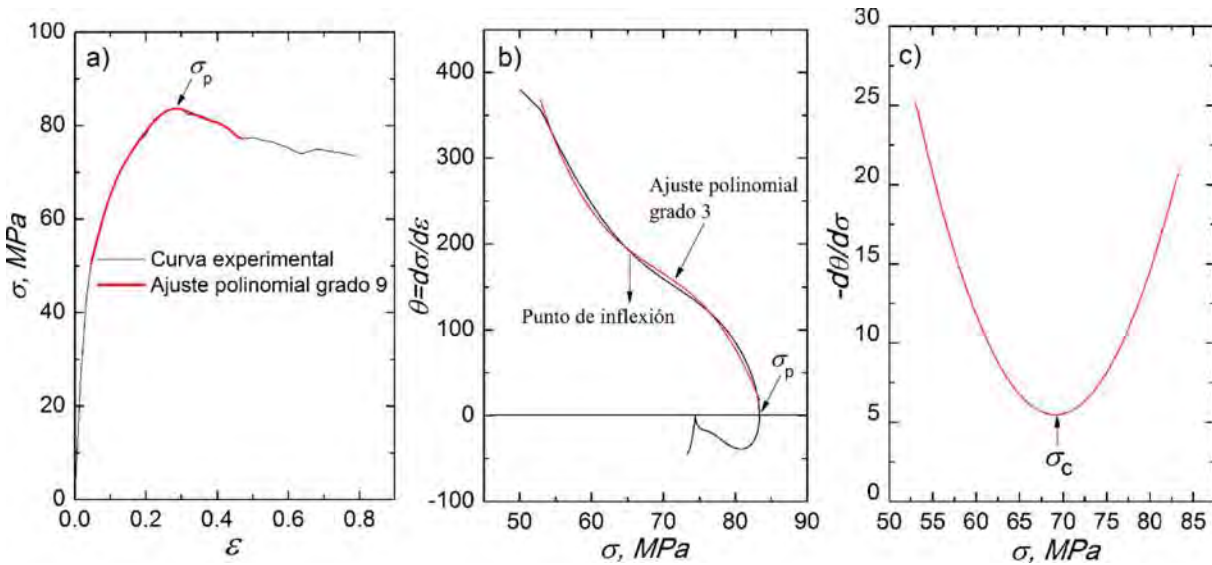


Figura 2.7 Procedimiento utilizado para la determinación de los parámetros críticos asociados con el inicio real de la recristalización dinámica.

2.6.2 Modelado de las curvas de fluencia en caliente

El efecto del boro sobre el comportamiento a la fluencia en caliente fue evaluado mediante un análisis comparativo de los parámetros característicos que rigen el comportamiento de fluencia en caliente, describiendo las ecuaciones constitutivas que predicen las curvas de fluencia experimentales. Algunos de los modelos descritos en la parte de revisión bibliográfica fueron empleados para este propósito.

2.6.2.1 Modelado de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica

Como se mencionó en el capítulo anterior, el modelado del segmento inicial de las curvas de fluencia en caliente implica la determinación de los términos de endurecimiento por

deformación (U) y ablandamiento por restauración dinámica (Ω) para lo cual sólo se consideró la sección de la curva hasta el esfuerzo máximo o pico. A partir de la relación derivada de la **ecuación (1.14)**, se obtuvo la **ecuación (2.6)**, misma a la que se le aplicó un ajuste no lineal para la obtención del parámetro Ω para cada curva de fluencia en caliente.

$$\sigma = \sigma_p [1 - e^{-\Omega}]^{1/2} \dots \dots \dots (2.6)$$

Como la restauración dinámica es un proceso térmicamente activado, el término Ω depende de las condiciones de deformación (temperatura y velocidad de deformación) y del tamaño de grano inicial, habiendo propuesto algunos autores [211, 212] la siguiente expresión:

$$\Omega = K_\Omega \cdot d_o^{n_\Omega} \cdot Z^{m_\Omega} \dots \dots \dots (2.7)$$

Donde K_Ω , n_Ω y m_Ω son constantes que dependen de la composición química del material considerado, d_o representa el tamaño de grano inicial y Z es el parámetro de Zener-Hollomon, el cual está definido como:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \dots \dots \dots (2.8)$$

Donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación, Q es la energía de activación para la deformación (270 kJ/mol para la austenita), R es la constante universal de los gases (8.314 J/mol·K) y T es la temperatura de deformación (K). Si el tamaño de grano inicial permanece constante, tal como se supone en este estudio, la **ecuación (2.7)** se simplifica a:

$$\Omega = K_\Omega \cdot Z^{m_\Omega} \dots \dots \dots (2.9)$$

También a partir de la **ecuación (1.14)**, en función de la densidad de dislocaciones en el material (ρ_o) se tiene la **expresión (2.10)**:

$$\sigma_o = \alpha' \mu b (\rho_o)^{1/5} \dots \dots \dots (2.10)$$

Al considerar la densidad de dislocaciones como la relación entre el parámetro de endurecimiento (U) y el parámetro de ablandamiento (Ω), se obtiene la **ecuación (2.11)**:

$$\sigma_o = \alpha' \mu b \left(\frac{U}{\Omega}\right)^{1/5} \dots \dots \dots (2.11)$$

Donde α es un factor geométrico del material y μ es el módulo de cizalladura. Cuando se reagrupa la ecuación anterior, se obtiene la **expresión (2.12)**, con la cual se realiza el ajuste para la obtención del término de endurecimiento U :

$$U(\alpha'b)^2 = \frac{\sigma_p^2 \Omega}{\mu^2} \dots \dots \dots (2.12)$$

El término de endurecimiento U depende también de las condiciones de deformación en caliente según la siguiente expresión:

$$U = K_U \cdot Z^{m_U} \dots \dots \dots (2.13)$$

Los valores experimentales de Ω y U se ajustaron a las **ecuaciones (2.9)** y **(2.13)**, usando el método de mínimos cuadrados, determinando así las constantes de modelado (K_Ω, m_Ω y K_U, m_U).

2.6.2.2 Modelado del inicio de recrystalización dinámica

Como ya se indicó, la recrystalización dinámica se alcanza en un valor crítico de deformación que, por motivos prácticos, se suele asociar a la deformación correspondiente con el máximo de esfuerzo que se observa en las curvas de fluencia, es decir, con ϵ_p . Es muy importante fijar una ecuación cinética para la determinación de la deformación crítica o en este caso deformación pico, para saber a partir de qué valor de deformación y en qué condiciones de temperatura y velocidad de deformación es necesario considerar la recrystalización dinámica. Sobre la base de resultados experimentales [39], se ha comprobado que el valor de ϵ_p presenta una relación potencial con el parámetro Z , respondiendo igualmente a relaciones del tipo siguiente:

$$\epsilon_p = K_\epsilon \cdot Z^{m_\epsilon} \dots \dots \dots (2.14)$$

A partir de las curvas de fluencia, se determinó la deformación asociada al valor máximo de esfuerzo o al primer máximo en el caso de curvas cíclicas. Los datos obtenidos se ajustaron a la **ecuación (2.14)** y se determinó el valor de las constantes mediante mínimos cuadrados.

2.6.2.3 Modelado de la cinética de recristalización dinámica

Para el estudio de la cinética de recristalización dinámica se aplicó la relación clásica de Avrami (**ecuación (1.17)**) [245], la cual queda caracterizada por cualquier par de valores de la tríada siguiente: B' , k' y $t_{50\%}$. Solo la porción de la curva de fluencia desde el esfuerzo pico al esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) fue considerada en esta parte del estudio. A partir de representaciones doble logarítmicas de dicha expresión se determinó el exponente k para cada ensayo. En relación al tiempo para el 50% de recristalización ($t_{50\%}$) se ha verificado [34, 223] que guarda la siguiente relación con las condiciones de deformación:

$$t_{50\%} = K_t * \dot{\epsilon}^{m_t} * \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right) \dots \dots \dots (2.15)$$

Donde $t_{50\%}$ está dado de manera experimental por la expresión siguiente:

$$t_{50\%} = \frac{\epsilon_{50\%} - \epsilon_p}{\dot{\epsilon}} \dots \dots \dots (2.16)$$

Donde $\epsilon_{50\%}$ es la deformación que corresponde al esfuerzo de la curva de fluencia cuando la fracción recristalizada es de 50%, definida como:

$$\sigma_{50\%} = \frac{\sigma_p - \sigma_{ss}}{2} \dots \dots \dots (2.17)$$

Por lo que al relacionar la expresión teórica (**2.15**) y la experimental (**ecuación (2.16)**), se tiene la **ecuación (2.18)**:

$$\frac{\epsilon_{50\%} - \epsilon_p}{\dot{\epsilon}} = K_t * \dot{\epsilon}^{m_t} * \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right) \dots \dots \dots (2.18)$$

Los $t_{50\%}$ experimentales se ajustaron a la ecuación anterior y se determinó el valor de las constantes K_t , m_t y Q_t , empleando un ajuste de tres variables.

2.6.2.4 Modelado de la etapa de estado estable

Finalmente, la caracterización de la etapa de estado estable se llevó a cabo mediante la función de seno hiperbólico convencional (**ecuación (2.19)**). Cabrera *et al.* [212] demostraron

que la siguiente expresión puede explicar satisfactoriamente el efecto de temperatura y velocidad de deformación, tanto sobre el esfuerzo pico (σ_p) como sobre el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}).

Para σ_p :

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = A_p \left(\sinh \frac{\alpha_p \cdot \sigma_p}{E(T)} \right)^n \dots \dots \dots (2.19)$$

Para σ_{ss} :

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = A_{ss} \left(\sinh \frac{\alpha_{ss} \cdot \sigma_{ss}}{E(T)} \right)^n \dots \dots \dots (2.20)$$

Donde $D(T)$ es la velocidad de autodifusión del hierro en la austenita del acero, $E(T)$ es el módulo de Young en función de la temperatura y A y α son parámetros característicos del material. Para el presente trabajo, $D(T)$ y $E(T)$ fueron tomados de la referencia [36] y las constantes A y α fueron determinadas por medio de ajuste no lineal bajo de dichas ecuaciones.

Una vez determinados todos los parámetros característicos de las ecuaciones constitutivas de fluencia en caliente desarrolladas, éstos se concentraron y reordenaron en una hoja de cálculo y se construyeron las curvas de fluencia teóricas para cada acero y condición de prueba.

2.7 Ensayos de relajación de esfuerzos

Con la finalidad de estudiar la influencia del boro en los aceros sobre la cinética de precipitación inducida por deformación y recristalización de la austenita, se llevaron a cabo ensayos de relajación de esfuerzos bajo un rango de temperaturas de 650-1100 °C con incrementos de 50 °C. Para la realización de estas pruebas, probetas cilíndricas de 5 mm de diámetro y 10 mm de longitud, extraídas de los distintos aceros en condición de laminado en caliente más temple, fueron maquinadas por el procedimiento no convencional de “*corte por hilo*”. El ciclo termomecánico de los ensayos de relajación de tensiones (**Figura 2.8**), se diseñó bajo el siguiente esquema: (i) solubilización de las muestras a 1200 °C durante 5 minutos, (ii) enfriamiento a 10 °C/s hasta la temperatura de ensayo con un tiempo de permanencia de 1 minuto, (iii) deformación en compresión de las muestras del 5 % ($\epsilon = 0.05$) a una velocidad constante de 0.1 s⁻¹, (iiii) relajación de esfuerzos por un tiempo de 30-120 minutos y (iiiii) temple con flujo de helio. Por otro lado, para el estudio del progreso de la precipitación se efectuaron

ensayos complementarios a diferentes estados de relajación. Para este caso, después de aplicada la deformación, las muestras de los aceros B0 y B5 fueron templadas a diferentes tiempos de relajación (1 y 15 ó 30 minutos) a la temperatura intermedia de 850 °C. El ciclo termomecánico para estas pruebas se muestra en la **Figura 2.9**.

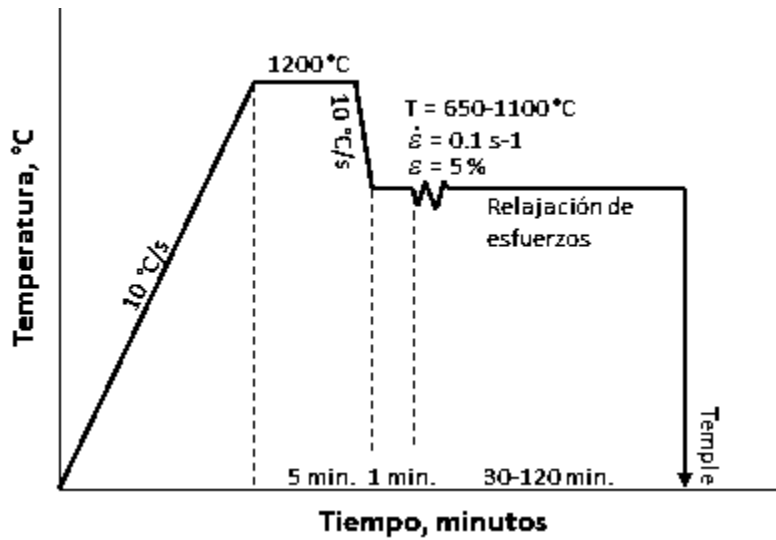


Figura 2.8 Ciclo termomecánico para los ensayos de relajación de esfuerzos.

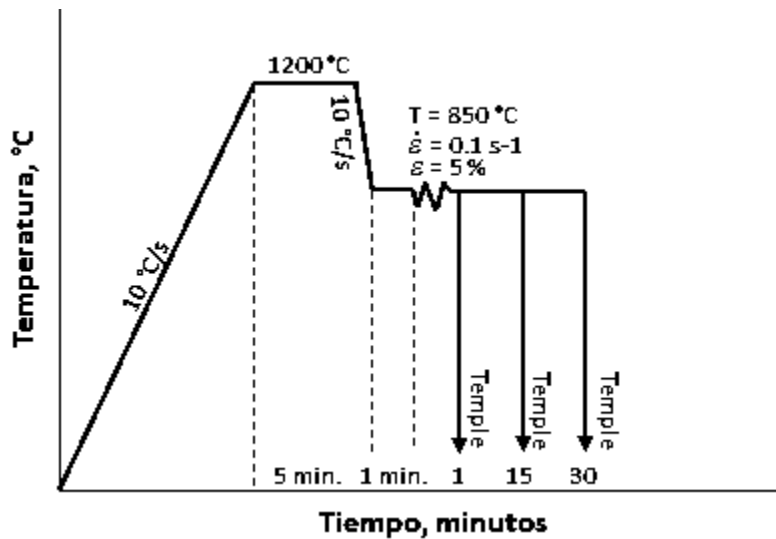


Figura 2.9 Ciclo termomecánico para los ensayos de relajación interrumpida.

Tomando en cuenta las diferentes variables y condiciones de ensayo, en total se realizaron 66 ensayos de relajación de esfuerzos.

2.7.1 Equipo utilizado para ensayos de relajación de esfuerzos

Los ensayos de relajación de esfuerzos fueron realizados en un dilatómetro de la marca *Bahr modelo DIL 805 A/D*, en el Centro Tecnológico de Manresa (CTM), Barcelona, España. Este equipo de gran versatilidad permite simular diversas condiciones de termoconformado sobre pequeñas muestras de laboratorio, contiene módulos para la ejecución de diversos ensayos tales como pruebas dilatométricas, ensayos de compresión y tracción-compresión. Para la realización de los ensayos de relajación de esfuerzos se empleó el módulo de compresión que consta de un actuador hidráulico proveedor de la fuerza para deformar las muestras. El calentamiento de las probetas se lleva a cabo por una bobina de inducción de seis espiras de sección cuadrada de 16 mm de diámetro a una velocidad máxima de 4000 K/s. El rango de trabajo del equipo es de -160 a 1500 °C, velocidad de deformación de 0.01 a 125 mm/s y capaz de alcanzar velocidades de enfriamiento de hasta 1500 K/s a través del suministro de helio o argón. Dispone también de sistemas electrónicos de alta sensibilidad y precisión para la medida y amplificación de las variaciones de longitud (dilatación y contracción), temperaturas y tiempos, y sus sistemas de registro permiten reproducir las curvas del ciclo térmico del ensayo, las curvas de variación de longitud de las probetas en función de la temperatura o del tiempo y las curvas derivadas del análisis térmico y dilatación, tanto en función de la temperatura como del tiempo. Dicho equipo se muestra a detalle en la **Figura 2.10**.



Figura 2.10 Equipo utilizado para la realización de los ensayos de relajación de tensiones: (a) componentes electrónicos, (b) consola, (c) cámara de ensayos, (d) sistema hidráulico, (e) bomba de vacío, (f) unidad de deformación, (g) termopares, (h) probeta de relajación de esfuerzos, (i) bobina de inducción y (j) mordazas.

2.7.2 Construcción de los diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT)

Como se mencionó en el capítulo anterior, cuando la precipitación inducida por deformación comienza, la recristalización estática (SRX) se inhibe durante un cierto tiempo antes de continuar nuevamente y completar la recristalización. Esta inhibición momentánea aparece como una meseta en la curva de relajación de tensiones. Una buena delimitación de la zona de tal meseta permite construir los diagramas de precipitación-temperatura-tiempo (PTT). En el presente estudio, la determinación del inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación se llevó a cabo aplicando el método de las tangentes. En dicho método se considera el punto de inicio de la precipitación en el sitio donde se localiza la desviación de la tendencia del ablandamiento en la curva de relajación y el fin de la precipitación donde se retoma la tendencia lineal de ablandamiento, tal como se ejemplifica en la **Figura 2.11**. Una vez determinados todos los puntos de inicio y final de precipitación en las curvas de relajación de esfuerzos, éstos se presentaron en gráficos logarítmicos de temperatura-tiempo y se construyeron los diagramas PTT para cada acero.

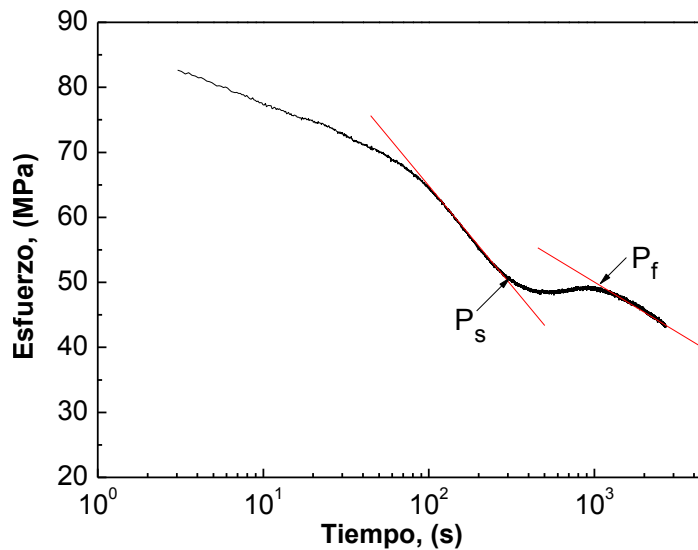


Figura 2.11 Método de determinación de inicio (P_s) y final (P_f) de precipitación en las curvas de relajación de esfuerzos.

2.7.3 Caracterización de precipitados

Por último, se llevó a cabo una caracterización de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM, *Transmission Electron Microscopy*), empleando la técnica de extracción por réplica de carbono. Para este caso, probetas en condición de relajación

interrumpida y temple fueron primeramente pulidas mediante el procedimiento convencional y atacadas con nital al 2% durante 30 segundos con objeto de disolver parte de la matriz metálica donde se alojan los precipitados. Posteriormente se hizo una deposición en vacío sobre la superficie de las muestras de una fina película de carbono y se reatacaron en nital al 12 % durante 15 a 30 segundos. A continuación se separó la capa de carbono por flotación en agua destilada y se hizo la recolección de los fragmentos de película en rejillas de cobre de 3 mm de diámetro para su análisis final en TEM. La determinación de la naturaleza química de los precipitados se llevó a cabo mediante análisis puntual con EDS e imágenes de alta resolución.

2.8 Ensayos de dilatometría con enfriamiento continuo controlado

Con el objetivo de estudiar el efecto del boro sobre la cinética de transformaciones de fase de los aceros, pruebas de dilatometría a diferentes velocidades de enfriamiento (0.1, 0.25, 0.5, 1, 2.5, 5, 10, 20, 50, 100 and 200 °C/s) fueron llevadas a cabo en el mismo dilatómetro *Bahr DIL 805 A/D*. Para este caso, se maquinaron también probetas cilíndricas por corte por hilo de 4 mm de diámetro y 10 mm de longitud en igual condición de laminado en caliente más temple. El ciclo térmico diseñado para la realización de los ensayos de dilatometría de enfriamiento continuo se muestra en la **Figura 2.12**.

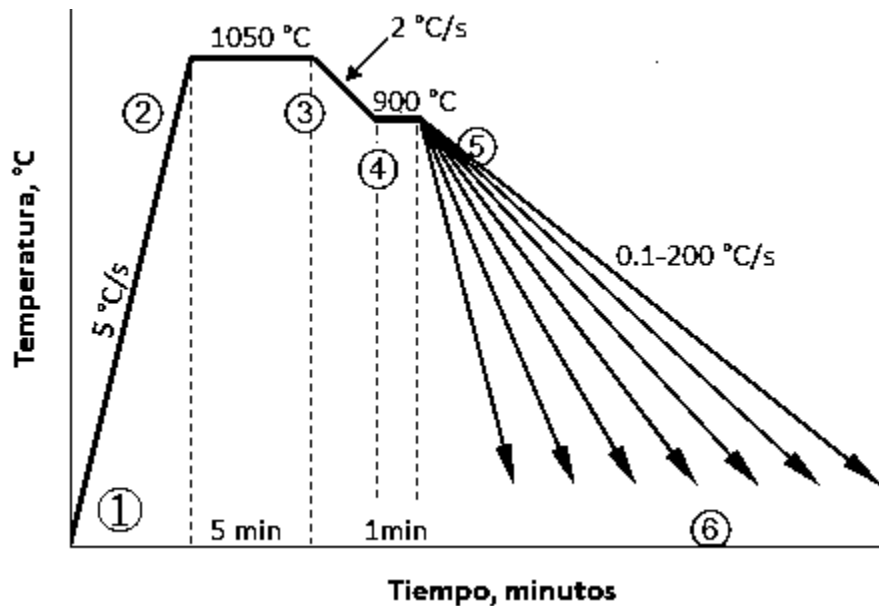


Figura 2.12 Ciclo térmico para los ensayos de dilatometría de enfriamiento continuo.

1-2: Calentamiento hasta 1050°C con una velocidad de 5°C/s.

- 2-3: Austenización a 1050°C con un mantenimiento de 5min.
 3-4: Enfriamiento hasta 900°C con una velocidad de 2°C/s.
 4-5: Mantenimiento a 900°C por 1min.
 5-6: Enfriamiento continuo a: 0.1, 0.25, 0.5, 1, 2.5, 5, 10, 20, 50, 100 y 200°C/s.

2.8.1 Construcción de los diagramas de transformación por enfriamiento continuo (CCT)

Para la construcción de los diagramas de enfriamiento continuo (CCT), primeramente se calcularon para cada acero las temperaturas intercricas Ac_1 , Ac_3 y M_s , las cuales representan, respectivamente, la temperatura inicial y final de la transformación ferrita + perlita \rightarrow austenita e inicio de la transformación martensítica. Para este caso, probetas en la misma condición de laminado en caliente más temple fueron sometidas a un tratamiento térmico de austenización a 1050 °C por 5 minutos seguido de un temple con helio. Los puntos que caracterizaron las temperaturas de principio y fin de cada transformación de fase fueron determinados a partir de los puntos de inflexión localizados sobre la curva de dilatación, en los puntos donde la tangente a la curva experimental se separa de la parte lineal. En la **Figura 2.13** se muestra un ejemplo general de cómo se calcularon dichas temperaturas intercricas. La misma técnica y procedimiento se utilizó para la determinación de las temperaturas de inicio y final de transformación de fases en enfriamiento continuo, tal como se puede observar en el ejemplo de la **Figura 2.14**.

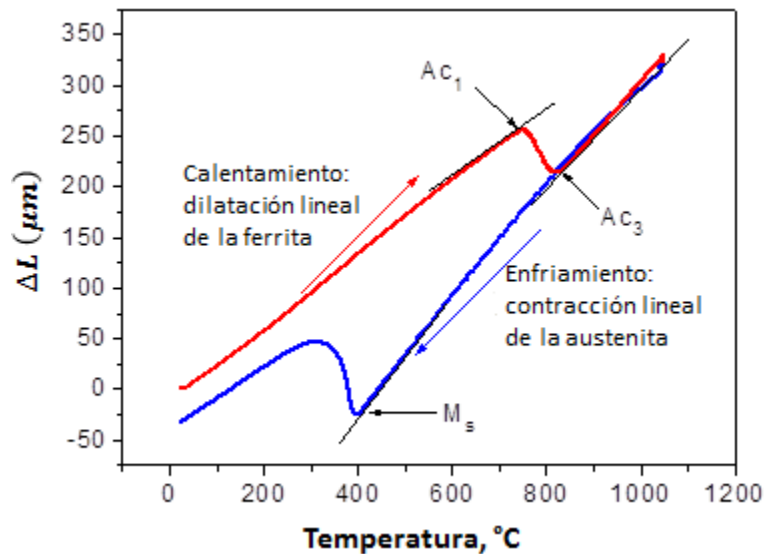


Figura 2.13 Ejemplo de curva dilatométrica mostrando la forma de determinación de las temperaturas intercricas Ac_1 , Ac_3 y M_s .

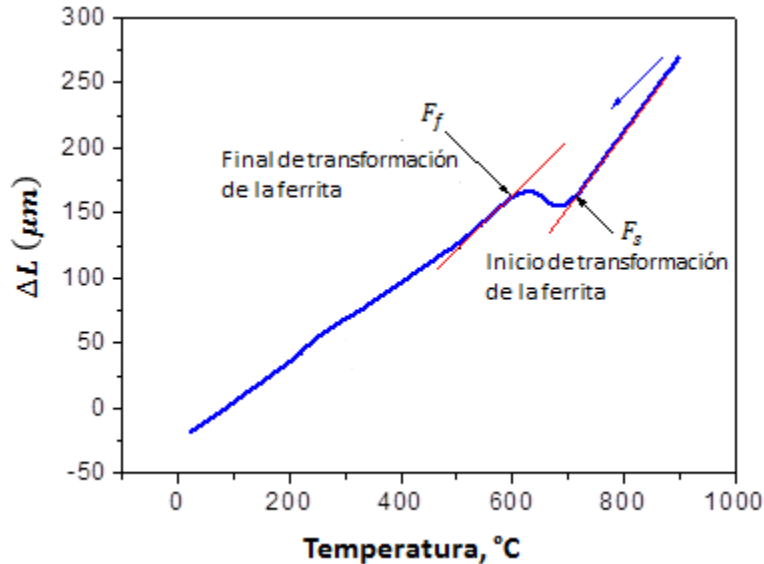


Figura 2.14 Ejemplo de curva dilatométrica mostrando el procedimiento de determinación de las temperaturas de transformación de fase.

Una vez detectados todos los puntos experimentales de transformación de fases, para construir los diagramas de enfriamiento continuo se trazaron, en coordenadas semi-logarítmicas las curvas correspondientes a las distintas velocidades de enfriamiento, utilizando como origen de las mismas, la temperatura de austenización. A continuación, sobre cada velocidad de enfriamiento se transcribieron los valores de las temperaturas a las que se produjeron las transformaciones de fase, y uniendo el conjunto de estos puntos se determinaron los diagramas CCT para cada acero.

Considerando los ensayos para la determinación de las temperaturas intercríticas de transformación y los ensayos de dilatación de enfriamiento continuo controlado, en total se realizaron 72 pruebas, 12 para cada acero.

2.8.2 Caracterización metalográfica

Para el análisis metalográfico, primeramente cada probeta ensayada en dilatación fue seccionada transversalmente hasta la mitad de su longitud, encastada y preparada bajo la técnica convencional para microscopía óptica. Para el revelado de la microestructura se utilizó nital al 2 %, variando los tiempos de ataque según la condición de ensayo de la probeta. La observación y registro de las microestructuras se llevó a cabo a diferentes aumentos en un microscopio óptico metalográfico *Olympus GX51*.

2.8.3 Ensayos de microdureza Vickers

Finalmente, para completar el estudio de la evolución microestructural de los aceros, se aplicaron ensayos de microdureza Vickers a cada una de las muestras ensayadas en dilatometría, aplicando una carga de 1 kg, según la norma ASTM E384 [246]. El equipo utilizado fue un microdurómetro digital *STRUERS DURAMIN-5* y el valor de dureza para cada condición de tratamiento térmico fue el promedio de un total de 10 mediciones realizadas en diferentes puntos de las probetas.

CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Microestructuras y propiedades mecánicas de los aceros en condición de laminación y temple.

La **Figura 3.1** muestra algunas de las micrografías de SEM obtenidas para los aceros en condición de procesamiento termomecánico de laminación en caliente + temple. Según el análisis metalográfico, las fases desarrolladas por acción del templeado en los aceros son bainita (B) y martensita (M) con morfología de listón, las cuales han nucleado a lo largo de los límites de grano de la austenita. En general, las micrografías revelan un efecto importante del boro sobre la evolución de la microestructura. Las micrografías de los aceros microaleados con boro (**Figuras 3.1b-d**) muestran una predominancia de estructuras martensíticas en comparación con el acero libre de boro (**Figura 3.1a**), lo cual indica que las adiciones de boro retardan la transformación de austenita a ferrita. Es bien sabido que una pequeña cantidad de boro aumenta considerablemente la templabilidad de los aceros por inhibición de la nucleación de ferrita debido a los átomos de boro segregados a la austenita [91-95]. Las micrografías exhiben también un ligero refinamiento de las fases presentes en la medida que se incrementa el contenido de boro en los aceros. Por su parte, los resultados de los ensayos de tracción (**Figura 3.2**) indican que la resistencia máxima y el esfuerzo de fluencia incrementan en la medida que aumenta el contenido boro en los aceros hasta un valor de saturación aproximado de 82 ppm (acero B3). En contraste, el alargamiento tiende a disminuir. Este comportamiento deja ver que bajo condiciones de deformación plástica a temperatura ambiente, grandes adiciones de boro pueden ser perjudiciales, lo cual podría estar relacionado con la formación de boruros en los límites de grano de la austenita que se ha demostrado mejoran la nucleación de la ferrita [247]. Además, las pruebas mecánicas de tracción revelan que la mayoría de los aceros poseen una resistencia máxima superior a los 1000 MPa con una elongación media del 15%. Sobre la base de las microestructuras observadas y propiedades mecánicas resultantes, estos aceros experimentales pueden ser clasificados como aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) de fase compleja (CP) bainítico-martensíticos [248]. Las resistencias más altas encontradas para esta clasificación de aceros se atribuyen a una combinación de: (i) reducción del tamaño de grano y grandes fracciones volumétricas de bainita y martensita, (ii) estructura fina de martensita de listón, (iii) efectivo endurecimiento por precipitación y (iiii) muy alta densidad de dislocaciones [249, 250]. En general, la mayor

contribución a la alta resistencia obtenida en los presentes aceros termomecánicamente procesados se atribuye principalmente a la fina estructura de martensita de listón, conteniendo una alta densidad de dislocaciones con minúsculos precipitados de microaleación dispersos sobre las mismas. Aunado a eso, la adición de Cu podría haber contribuido al aumento de las propiedades mecánicas de resistencia máxima y esfuerzo de fluencia en estos aceros debido a su conocido efecto de endurecimiento por solución sólida, aumento de la templabilidad por retardo de la transformación de austenita a ferrita, así como un aumento de la resistencia por endurecimiento por precipitación [251, 252].

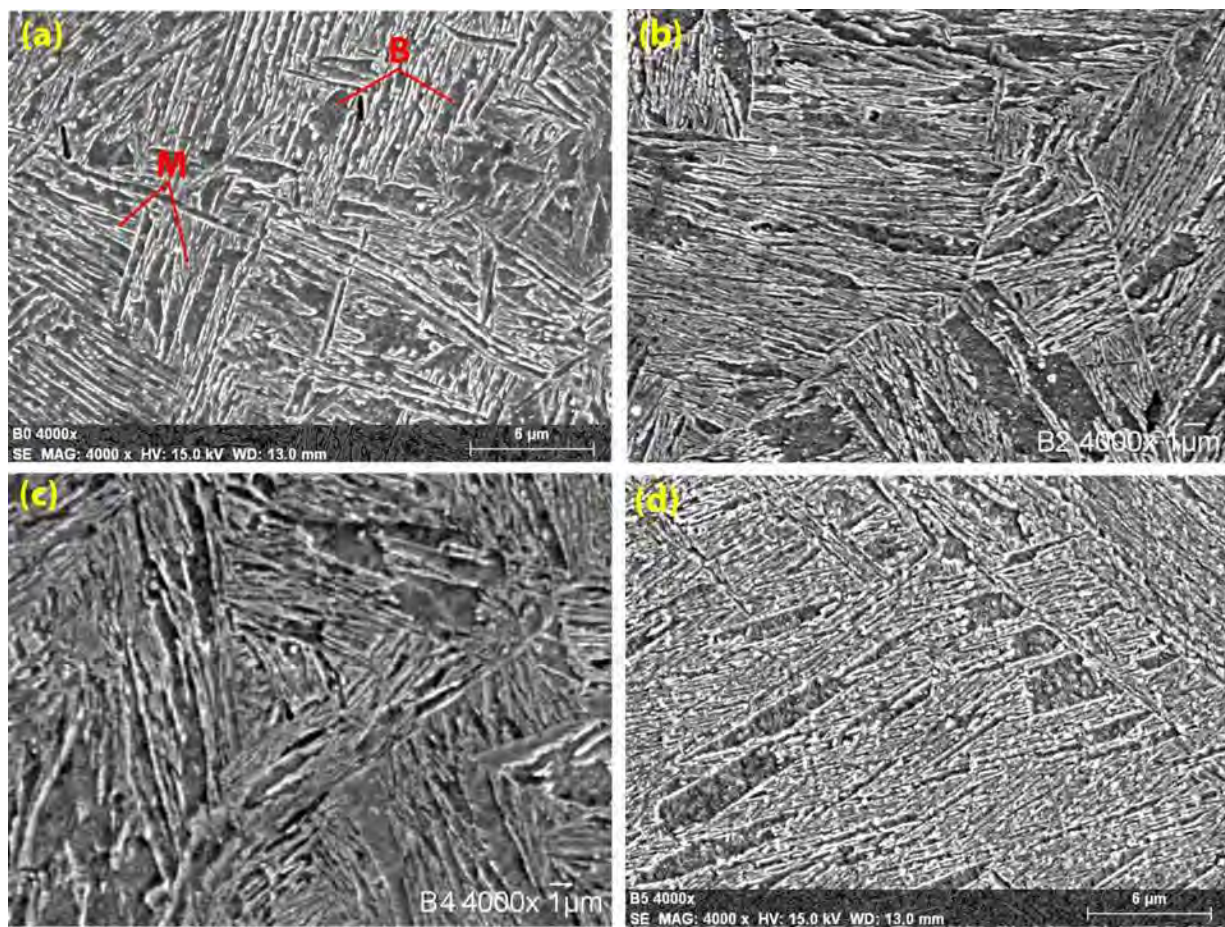


Figura 3.1 Micrografías de SEM de los aceros en condición de laminación en caliente + temple: (a) acero libre de boro, (b) acero con 33 ppm de B, (c) acero con 126 ppm de B y (d) acero con 214 ppm de B.

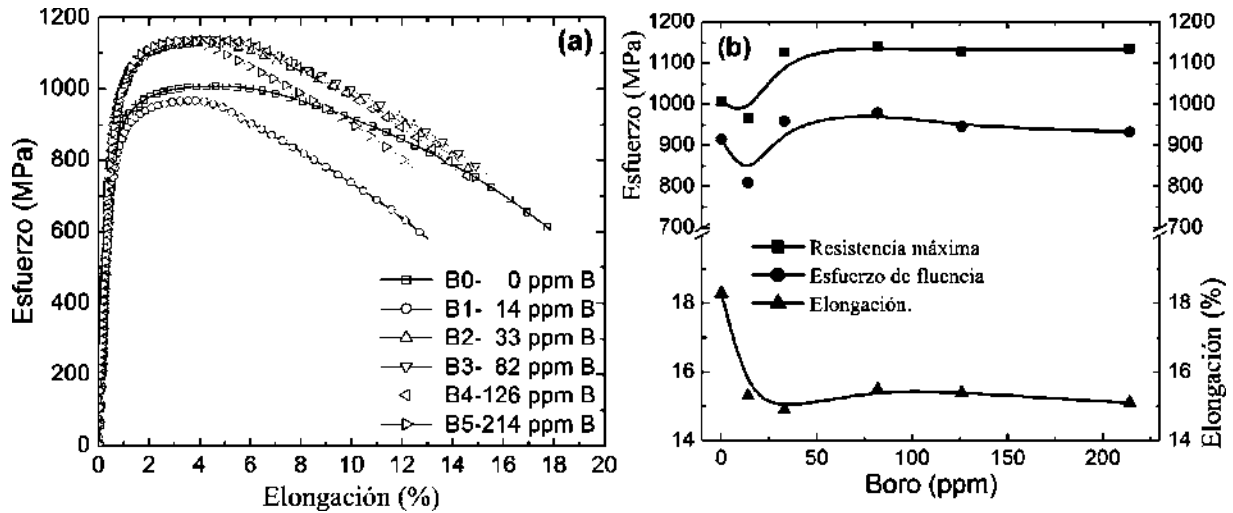


Figura 3.2 Propiedades mecánicas de los aceros en condición de laminación en caliente + temple: (a) curvas ingenieriles de esfuerzo-deformación ($\sigma - \epsilon$) y (b) curvas de resistencia máxima, esfuerzo de fluencia y elongación en función del contenido de boro en los aceros [248].

3.2 Tamaño de grano austenítico inicial

Los valores del tamaño de grano austenítico de partida obtenidos a partir del tratamiento térmico de austenización y temple se resumen en la **Tabla 3.1**. Como puede notarse, independientemente del contenido de boro, el tamaño de grano inicial promedio es muy similar en todos los aceros con valores que van desde 68 a 61 μm para el acero libre de boro (B0) y el acero con el máximo contenido (B5, 214 ppm), respectivamente. Estos resultados muestran que el efecto reportado [49] del boro como elemento microaleante inhibidor del crecimiento de grano no se visualiza en estos aceros, lo cual podría ser debido al relativamente corto tiempo de austenización (20 minutos) utilizado en el tratamiento térmico de solubilización de los aceros o bien a que está totalmente disuelto, así como a la presencia de otros elementos aleantes y microaleantes como el vanadio. Por lo tanto, se asume que este parámetro microestructural no influirá en el comportamiento de ductilidad y fluencia en caliente, cinética de precipitación y transformaciones de fase de los aceros, es decir, los resultados serán efecto exclusivo del contenido de boro en los aceros y parámetros operacionales.

Como se señaló en capítulos anteriores, el tamaño de grano austenítico inicial juega un papel muy importante en la ductilidad y fluencia en caliente de los aceros. Un tamaño de grano fino permitirá mejorar la ductilidad en caliente por migración de los límites de grano puesto que la deformación crítica para que se den condiciones de recrystalización disminuye con el tamaño

de grano. Combinado con la precipitación, refinar el tamaño de grano implica aumentar el área específica de límite de grano, de modo que para una fracción volumétrica específica de precipitados, esto resulta en una menor densidad de precipitados en el límite de grano [173]. Así mismo, una microestructura de partida fina aumentará la velocidad de nucleación y, por tanto, acelerará el inicio de la recristalización dinámica [203]. Por el contrario, en las transformaciones de fase, cuanto mayor sea el tamaño de grano austenítico de partida mejor será la templabilidad de los aceros puesto que la ferrita tendrá menos sitios de nucleación. En la **Figura 3.3** se presentan las micrografías de microscopía óptica correspondientes a los casos extremos de concentración de boro en los aceros, B0 (**Figura 3.3a**) y B5 (**Figura 3.3b**), que exhiben la similitud del tamaño de grano austenítico inicial de los aceros.

Tabla 3.1 Tamaño de grano austenítico de partida de los aceros.

ACERO	Tamaño de grano austenítico, μm
B0 (0 ppm de B)	68 ± 10.7
B1 (14 ppm de B)	58 ± 4.6
B2 (33 ppm de B)	57 ± 5.4
B3 (82 ppm de B)	61 ± 5.5
B4 (126 ppm de B)	66 ± 7.8
B5 (214 ppm de B)	61 ± 11.3

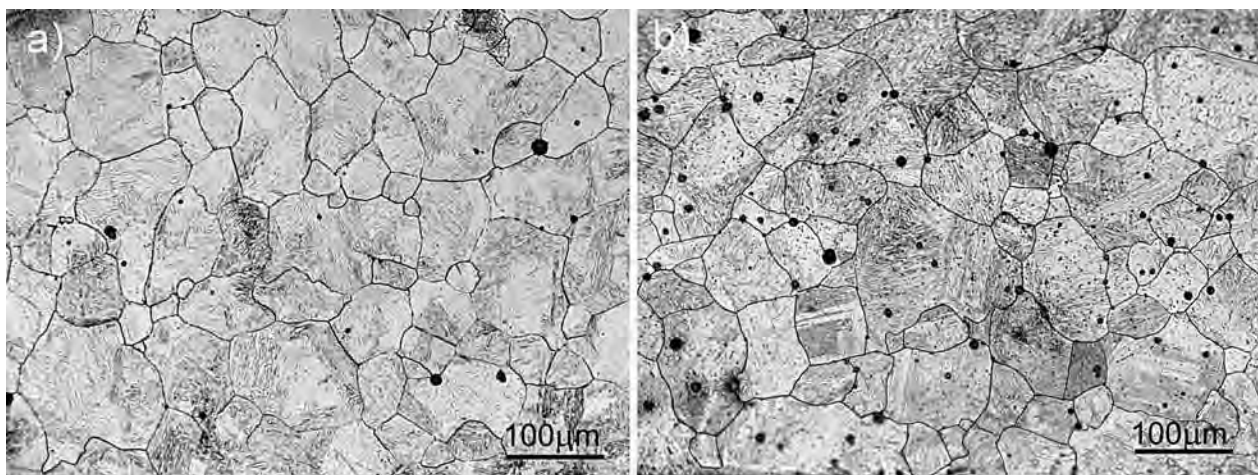


Figura 3.3 Micrografías ópticas del tamaño de grano austenítico inicial de los aceros: a) acero B0 (0 ppm de B) y b) acero B5 (214 ppm de B).

3.3 Resultados de análisis termodinámico en *FactSage*

La **Figura 3.4** muestra los diagramas de transformaciones de fase calculados mediante *FactSage* para un rango de temperaturas de 600 a 1600 °C, en los cuales se compilan para cada acero las temperaturas intercríticas de transformación de la austenita Ae_1 y Ae_3 , tanto como las temperaturas a las cuales la precipitación de determinadas fases o compuestos tomaría lugar bajo condiciones de equilibrio. En general, estos diagramas revelan que las temperaturas Ae_1 y Ae_3 son muy similares para todos los aceros con valores promedios de 720 y 780 °C, respectivamente. Por otro lado, los cálculos de equilibrio de *FactSage* indican que para el acero sin contenido de boro (**Figura 3.4a**) precipitarían partículas de MnS a partir de 1440 °C (desde antes que finalice la solidificación), V(C,N) y AlN a partir de 1143 y 700 °C, respectivamente. En la **Figura 3.4b** se presenta el diagrama obtenido para del acero con 14 ppm de B. La principal diferencia de este acero con el anterior es que además de las fases anteriormente mencionadas, para este acero se predice la formación de BN por debajo de 955 °C y la fase Cu(s) por debajo de 637 °C. Así mismo, para este acero los carbonitruros (fase etiquetada como FCC#2) se formarían desde los 1340 °C. Para el caso del acero B2 (**Figura 3.4c**), dado que posee mayor concentración de boro (33 ppm) que B1, básicamente tiene como consecuencias una mayor fracción en peso de BN puro, y además la fase FCC#2 rica en BN a altas temperaturas empieza a formarse a temperaturas mayores (~1380 °C). Para el acero con 82 ppm de boro (**Figura 3.4d**) se aprecia la formación de fases adicionales tales como la etiquetada como FCC#2 rica en V a bajas temperaturas que se empieza a formar a 874 °C y la fase rica en B a altas temperaturas (etiquetada como FCC#3 que comienza a formarse a 1432 °C y que a 1256 °C se convierte en BN puro). Adicionalmente, se predice también la precipitación de boruros a bajas temperaturas. Por debajo de 936 °C aparece la fase M_2B (con un 98.5% Fe_2B), la cual por debajo de 728 °C desaparece y se forma BCr. En las **Figuras 3.4e y 3.4f** se presentan los diagramas determinados para los aceros con contenidos de boro de 126 y 214 ppm, respectivamente. Como se puede observar, estos aceros presentan un comportamiento de transformación de fases muy similar al acero B3, aunque los mayores contenidos de boro han modificado las fracciones en peso de los diferentes compuestos y las temperaturas de transformación.

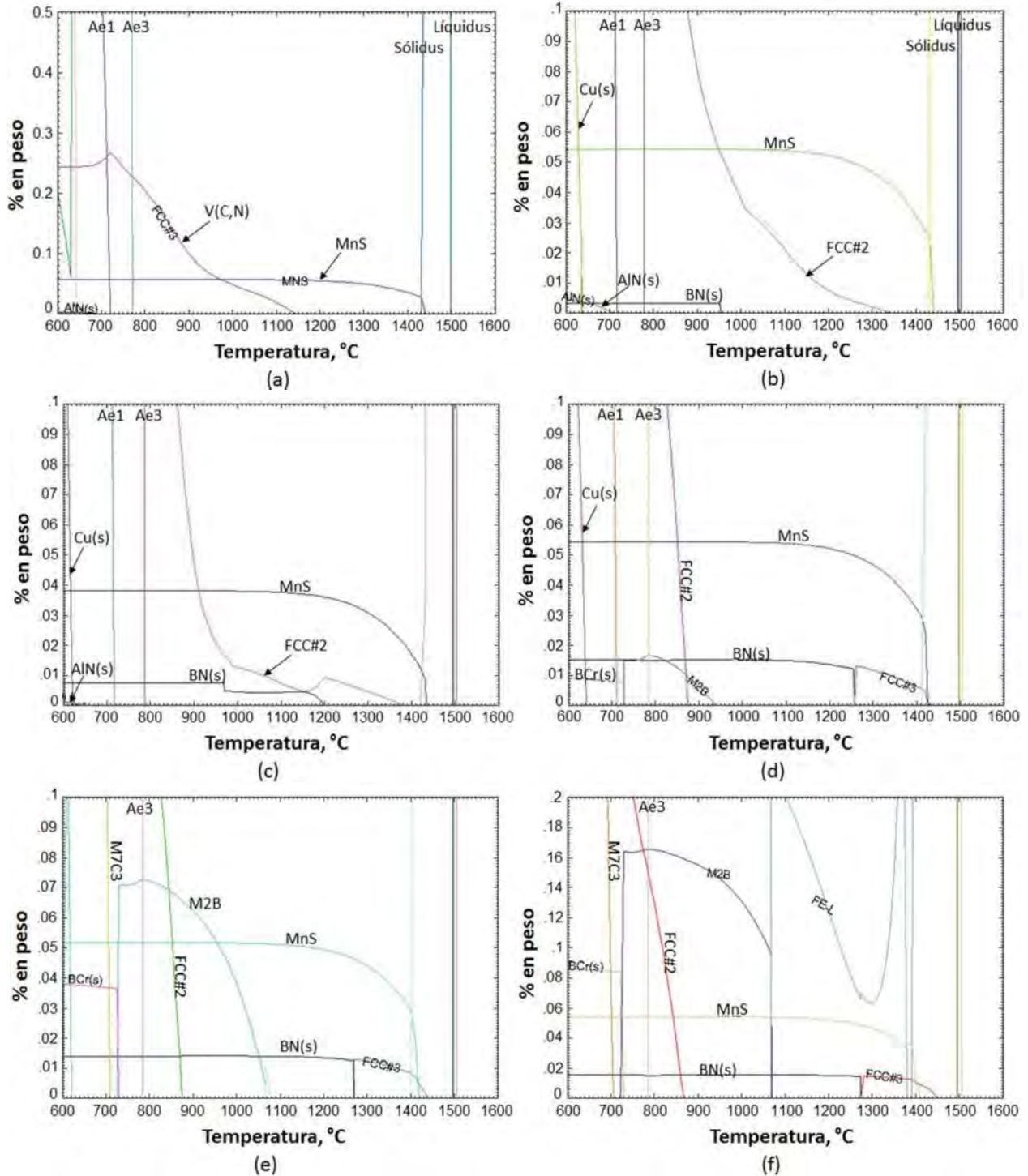


Figura 3.4 Diagramas predictivos de transformaciones de fase de equilibrio calculados mediante *FactSage*: (a) 0 ppm B, (b) 14 ppm B, (c) 33 ppm B, (d) 82 ppm B, (e) 126 ppm B y (f) 214 ppm B.

3.4 Resultados de los ensayos de tracción en caliente

3.4.1 Evaluación de la ductilidad en caliente

La **Figura 3.5** muestra las curvas de fluencia esfuerzo verdadero-deformación verdadera ($\sigma - \varepsilon$), obtenidas a partir de los ensayos de tracción en caliente de los seis distintos aceros como una función de la temperatura. Todos los aceros exhiben el comportamiento típico, es decir, la resistencia disminuye y la elongación incrementa en la medida que la temperatura de ensayo aumenta. Es bien sabido [40-42], que los fenómenos de ablandamiento que suceden durante la deformación plástica en caliente (restauración y recristalización dinámica) dependen principalmente de la temperatura y velocidad de deformación. A bajas temperaturas, estos fenómenos de ablandamiento están menos activos y, por lo tanto, a 650 °C los aceros presentan la menor elongación antes de la fractura. En general, las temperaturas de ensayo de 900 y 1000 °C resultan en las más altas elongaciones, lo cual podría ser debido a la aparición de la recristalización dinámica. Aunque los ensayos de tracción en caliente no son el método más óptimo para llevar a cabo estudios de recristalización dinámica debido a la aparición del fenómeno de estricción o encuellamiento, las fluctuaciones manifestadas sobre las curvas de fluencia son una buena señal de la aparición de este mecanismo de ablandamiento [253]. Por otro lado, es evidente a partir de la **Figura 3.6** que las adiciones de boro causan una disminución del esfuerzo pico (σ_p) asociado con el inicio de la recristalización dinámica. Estos resultados indican a priori, que las adiciones de boro podrían promover un efecto de ablandamiento por solución sólida adicional al producido por el fenómeno de la recristalización dinámica misma, de una manera similar al del papel desempeñado por otros elementos de aleación intersticiales tales como el carbono en los aceros [47, 48, 141-144]. Como es bien sabido, el valor de la energía de activación para la deformación en caliente (Q_{def}), es dependiente del grado de acero y es muy sensible a pequeños cambios en la composición química [225]. Sobre esta base, se considera que el boro puede promover una disminución de Q_{def} y, por lo tanto, acelerar el inicio de la recristalización dinámica. Aunque Q_{def} no ha sido calculada para los presentes aceros, la disminución de los valores de σ_p es un buen indicio de que el boro disminuye la barrera energética para la deformación en caliente. Este efecto positivo del boro sobre Q_{def} ya ha sido demostrado por Kim *et al.* [257] en aceros libres de intersticiales de alta resistencia (IF-HS). Tal comportamiento es posiblemente porque la difusión en la austenita para aleaciones hierro-

carbono se mejora por medio de adiciones de elementos de aleación intersticiales tales como boro [61].

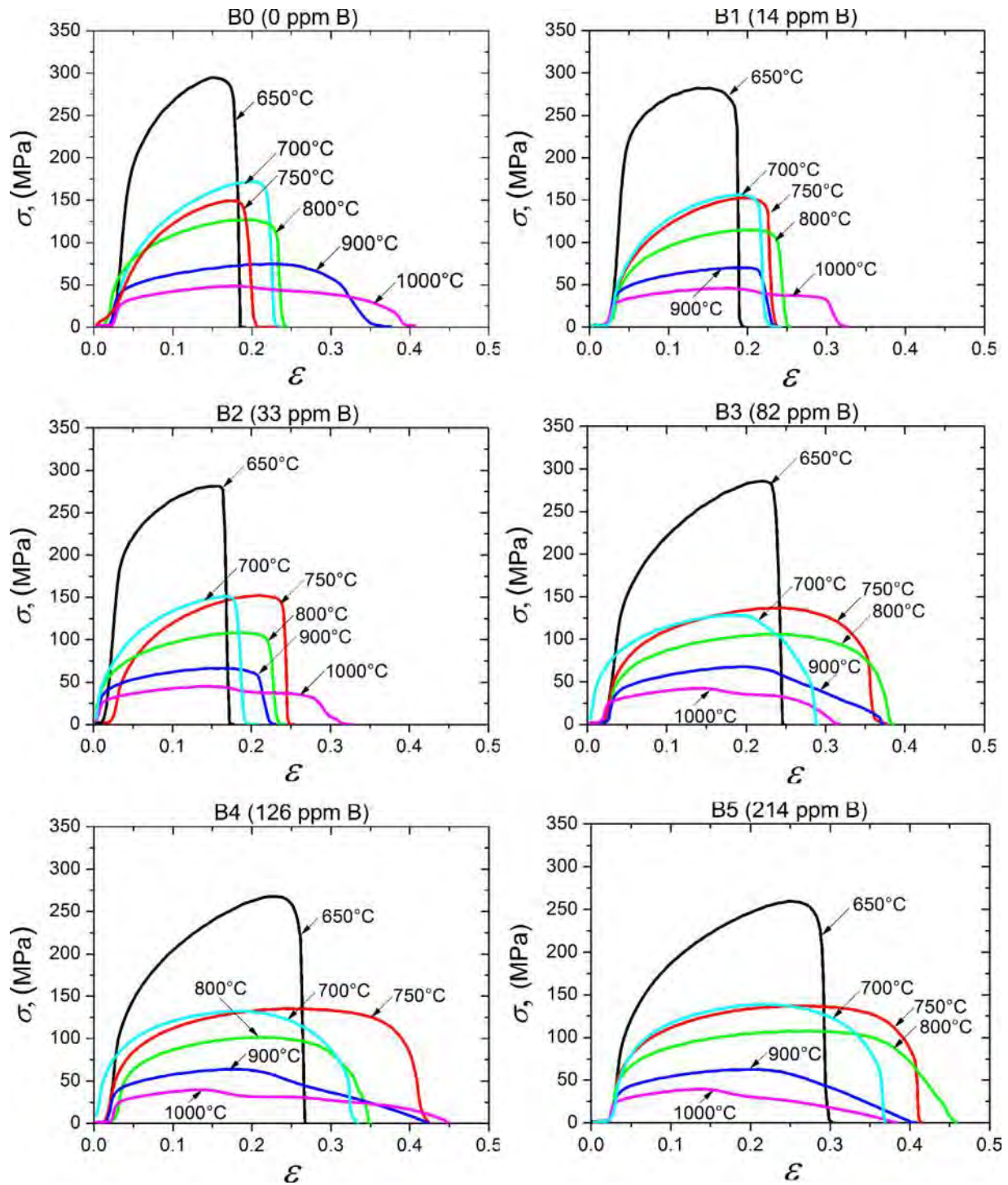


Figura 3.5 Curvas de fluencia esfuerzo verdadero-deformación verdadera ($\sigma - \epsilon$) en función de la temperatura.

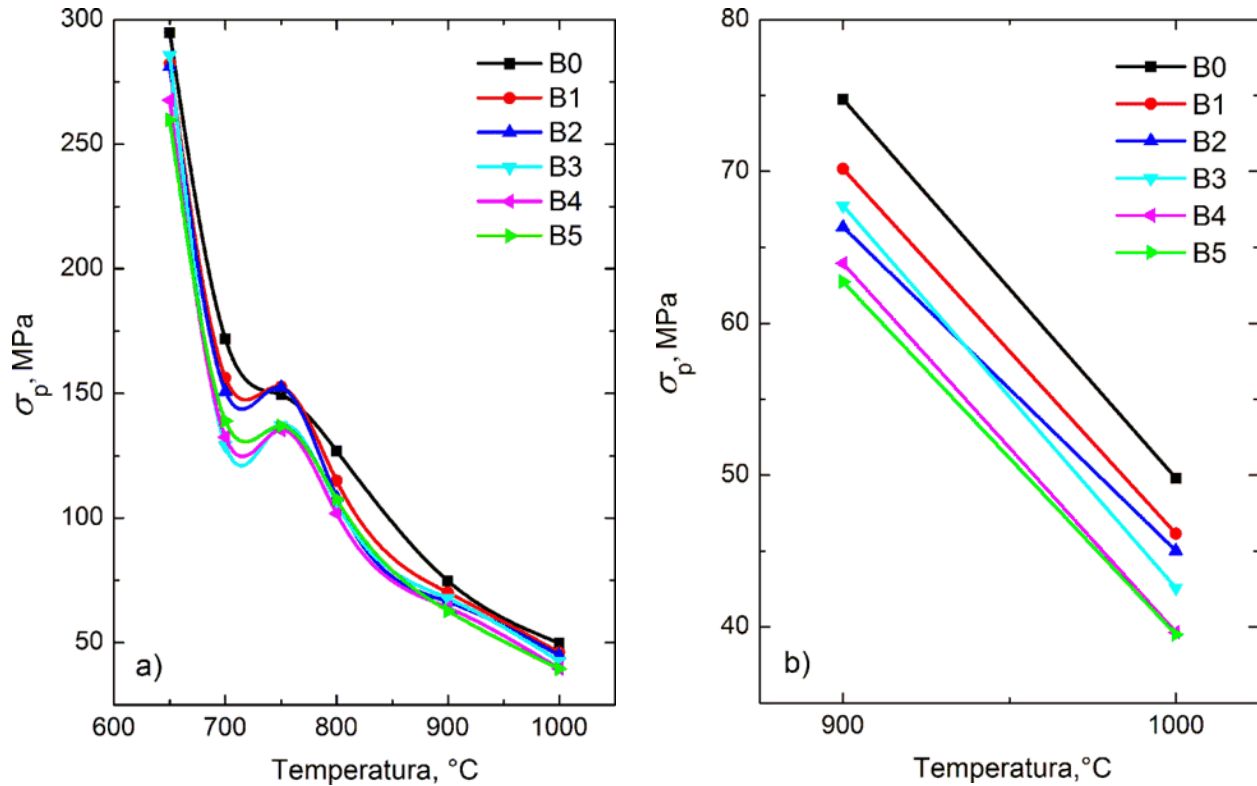


Figura 3.6 Curvas de esfuerzo pico (σ_p) en función de la temperatura: a) rango de temperatura de 650 a 1000 °C y b) rango de temperatura de 900 a 1000 °C.

Las curvas de ductilidad en caliente graficadas en términos de porcentaje de reducción de área (% *R.A.*) versus temperatura de ensayo se presentan en la **Figura 3.7**. Las temperaturas intercríticas de transformación A_{e3} (temperatura de equilibrio superior entre la ferrita y austenita), A_{r3} y A_{r1} (temperaturas de inicio y final de la transformación de la austenita a ferrita en enfriamiento continuo) se muestran también en dicho gráfico. Como puede verse, estas curvas de ductilidad en caliente no presentan el comportamiento típico reportado para la mayoría de los aceros y condiciones de ensayo [9]. A temperaturas por debajo de A_{r3} , donde grandes cantidades de transformación normal de ferrita normalmente se forman en la estructura, cabría esperar una alta ductilidad similar a la observada a altas temperaturas en la región monofásica de austenita. Sin embargo, dicho comportamiento no se presenta en estos aceros y, por lo tanto, el valle de ductilidad en caliente causado por la presencia de una fina capa de ferrita que rodea los límites de grano austeníticos no se manifiesta en las curvas de ductilidad en caliente. Esto indica que el boro está previniendo la formación de ferrita inducida por deformación en los límites de grano. Por otro lado, se observa un notable incremento de la ductilidad en caliente en los aceros A-UHSS microaleados con boro, particularmente en los aceros B3, B4 y B5, en los cuales la relación B/N

es \geq a la relación estequiométrica para la formación de BN. Estos resultados revelan que para que el boro sea realmente eficaz en la mejora de la ductilidad en caliente tiene que estar en cantidades lo suficientemente altas para combinarse con todo el N, una relación B:N mínima de 0.8. Comparando la curva de ductilidad del acero con el más alto contenido de boro (B5, 214 ppm) y la correspondiente al acero sin boro (B0), el incremento de la ductilidad en caliente en términos de $R.A$ es de hasta el 142%, por ejemplo a 800 °C. De acuerdo con Mintz *et al.* [11], el rango de temperatura en el cual la $R.A$ es \leq a 40 % es un rango sensible al agrietamiento del acero durante la colada continua o trabajo en caliente. Bajo esta consideración, para los aceros estudiados, cuando la concentración de boro está por encima de 82 ppm, dicho rango crítico de ductilidad en caliente tiende a desaparecer conduciendo a una mejora adicional en la ductilidad en caliente. Este comportamiento podría ser un indicio de que la adición de boro retrasa la transformación de ferrita pro-eutectoide, particularmente a temperaturas intermedias (800 y 900 °C). Song *et al.* [32] han demostrado en un acero 2.25Cr1Mo que la ferrita pro-eutectoide disminuye proporcionalmente con el incremento de boro, conduciendo a una mejora de la ductilidad en caliente. Como se señaló anteriormente, la alta ductilidad observada a 900 y 1000 °C se relaciona con la aparición de la recristalización dinámica, pero incluso cuando previsiblemente no tiene lugar la recristalización, esto es, de 750 a 900 °C, la ductilidad se mantiene alta de 55, 65 y 77 % $R.A$ para los aceros B3, B4 y B5, respectivamente [253]. Esta observación es importante ya que la recristalización dinámica no alcanza a tomar lugar en la operación de enderezado durante la colada continua debido a que la deformación involucrada es demasiado baja (2 a 3 %) y el tamaño de grano es grande [9-11]. Este es un rango común de temperatura para el enderezado durante la colada continua e indica que para una relación B/N \geq que 0.8, el agrietamiento transversal no sería un problema. La ductilidad en caliente de los aceros B3, B4 y B5 es para dicho rango de temperaturas, siempre mayor que el 40% necesario para evitar el agrietamiento.

Por otro lado, además de la formación de la capa de ferrita en los límites de grano, es bien sabido que la precipitación de carburos o nitruros de V, Ti, Nb, Al, o B juega un papel importante en la pérdida de ductilidad en caliente de los aceros [9-12]. Los precipitados en los límites de grano facilitan la nucleación, crecimiento e interconexión de grietas, dando lugar a una disminución de la ductilidad en caliente por el mecanismo de fractura intergranular. Para el caso de aceros conteniendo V, el trabajo desarrollado por Hannerz [12] reveló que con un alto

contenido de N (0.016%), el contenido de V tiene que ser superior a 0.07% para producir un deterioro significativo en la ductilidad en caliente. Como se puede observar en la **Tabla 2.1**, los aceros bajo estudio tienen tanto alto N (0.01%) como alto V (0.22%), por lo que esto podría posiblemente ser la causa de la mala ductilidad exhibida por los aceros B0, B1 y B2 en el rango de temperatura de 700 a 900 °C. Aunque la segregación de impurezas o elementos residuales a los límites generalmente conduce a una pobre ductilidad [9-19], esto no es siempre el caso, y el boro parece ser una excepción que conduce a una mejor ductilidad.

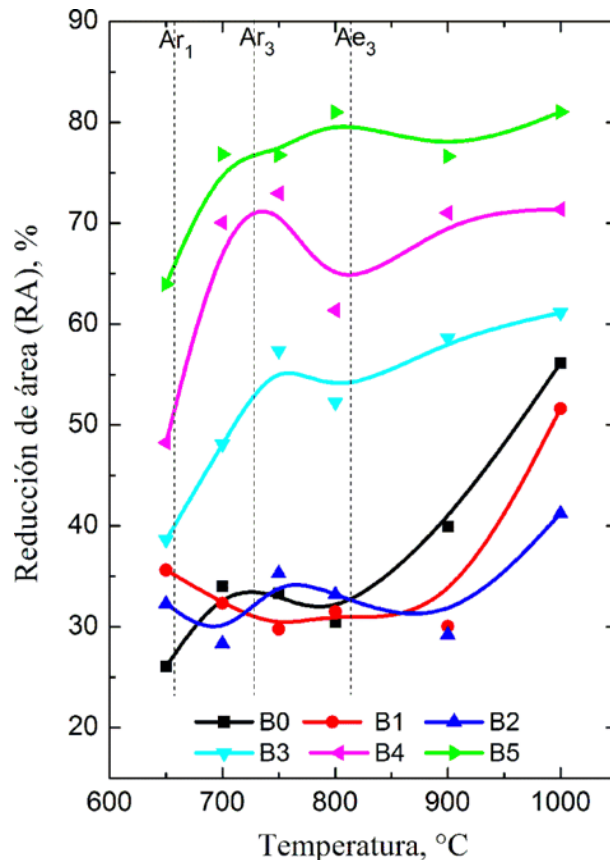


Figura 3.7 Curvas de ductilidad en caliente.

3.4.2 Análisis mediante SEM-EDS de las puntas de fractura

Las **Figuras 3.8a** y **3.8b** muestran microfografías típicas de SEM de las puntas de fractura de los aceros B0 y B5, respectivamente, ensayados a 650 °C y tomadas a partir de especímenes seccionados longitudinalmente a la mitad de su longitud de prueba. Una gran cantidad de cavidades o grietas intergranulares de diferentes tamaños y morfologías son claramente visibles, preferencialmente orientadas perpendicular a la dirección de carga (σ). Estas microfografías son un

ejemplo del daño y detalles del carácter intergranular del agrietamiento en caliente caracterizado por grandes huecos, los cuales se propagan a lo largo de los límites de grano austeníticos. La mayoría de los aceros ensayados a bajas temperaturas (650-750 °C), exhibieron alta descohesión intergranular, lo cual se reflejó en una pobre ductilidad en caliente (ver **Figura 3.7**). Sin embargo, en la medida que se incrementó el contenido de boro en los aceros, se observó que las grietas o cavidades tienden a ser más pequeñas y mayormente distribuidas. En este sentido, Miller *et al.* [254] aluden que la ductilidad en caliente mejorada de los aceros por adiciones de boro es a causa de que los átomos de boro actúan como un tipo de “adhesivo o pegamento”, previniendo la descohesión intergranular. En el mismo contexto, Laha *et al.* [31] asumen que el boro se concentra sobre los límites de grano alterando el carácter de la interface límite de grano-precipitados o matriz-precipitados de una manera tal que suprime la formación de microcavidades. En la investigación correspondiente, dichos investigadores notaron que la adición boro al acero disminuyó la velocidad de crecimiento de cavidades casi por una orden de magnitud.

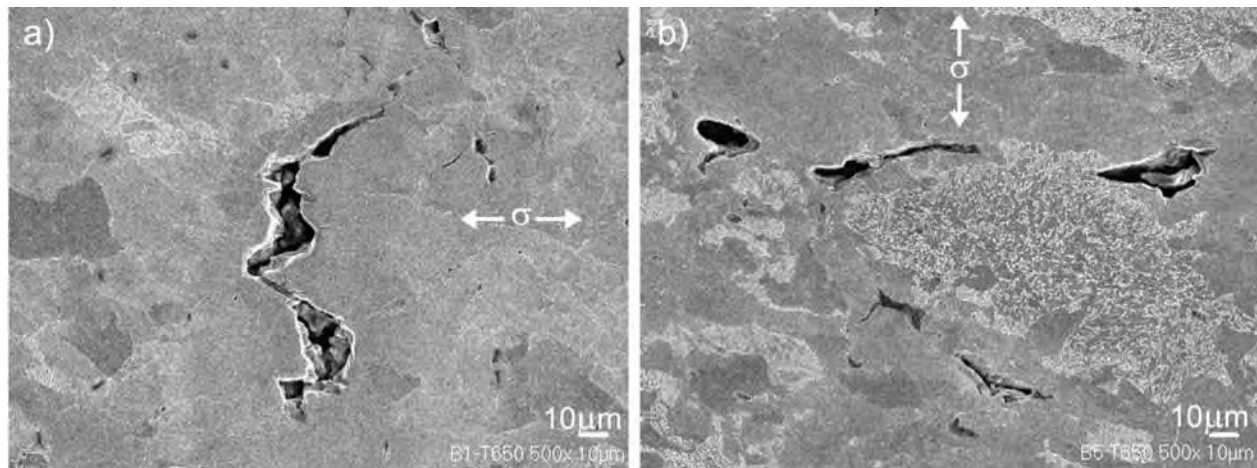


Figura 3.8 Micrografías de SEM de la sección longitudinal transversal de los aceros ensayados a 650 °C: a) acero B1 (14 ppm de B) y b) acero B5 (214 ppm de B). Las flechas indican la dirección de tracción.

Las **Figuras 3.9a-d** muestra imágenes de mapeos de SEM-EDS tomadas sobre grietas para el acero sin contenido de boro ensayado a 650 °C. De acuerdo con estas evidencias, está claro que la no recuperación de la ductilidad a bajas temperaturas de ensayo tiene que ver con la presencia de partículas nocivas, particularmente inclusiones de Cu y Mn y precipitados de V. El espectro EDS tomado en modo punto en la proximidad de las grietas observadas muestra la

presencia de tales elementos (**Figura 3.9e**). El diagrama de equilibrio de este acero calculado mediante *FactSage* (**Figura 3.4a**) predijo también la formación de dichas partículas. Mintz y Crowther [9, 10] enfatizan en sus reseñas que este tipo partículas son muy perjudiciales para la ductilidad en caliente de los aceros debido a que generalmente segregan o precipitan a los límites de grano promoviendo la fractura intergranular. Cuanto más finas sean, la ductilidad será peor puesto que éstas estarán más cerca unas de las otras y favorecerán la propagación de las grietas que se hayan podido formar. En los presentes aceros, es evidente que la nucleación de grietas está relacionada con la iniciación de microhuecos en las partículas precipitadas en los límites de grano. Según Ghosh *et al.* [255], la cavitación de límites de grano observada bajo condiciones de temperatura y velocidad de deformación, para lo cual los límites son más débiles que los interiores de grano, a menudo resulta en deslizamiento de límites de grano y concentración de la deformación alrededor de partículas no deformables localizadas en los límites de grano. La incompatibilidad de la deformación entre fases es el modo primario de comienzo de cavitación durante la deformación a elevadas temperaturas. Por otro lado, se ha demostrado [171] que cuando la relación Mn/S está por debajo de 30/1, fases de bajo punto de fusión tales como (Cu, Fe, Mn)S pueden formarse sobre un rango de temperatura que resultan en una gran disminución de la ductilidad en caliente. Considerando que ninguno de los aceros experimentales estudiados supera este rango (**ver Tabla 2.2**), se asume que la menor ductilidad en caliente observada a bajas temperaturas involucra la formación de estas fases secundarias. Además, según el modelo desarrollado por Toledo *et al.* [237] la disminución de la ductilidad en caliente se acentúa cuando la relación real Mn:S está por debajo de la relación crítica (Mn:S)_c. Como puede verse en la **Tabla 2.2**, todos los aceros poseen relaciones reales Mn:S más pequeñas que los valores críticos. Sin embargo, como se observa en la **Figura 3.7**, aún bajo estas condiciones críticas de deformación, los aceros con los más altos contenidos de boro (B3-B5) ostentan los valores de ductilidad en caliente más elevados. Estos resultados revelan que para este tipo de aceros, hay una concentración óptima de boro a partir de la cual el efecto detrimental de MnS sobre la ductilidad en caliente puede superarse.

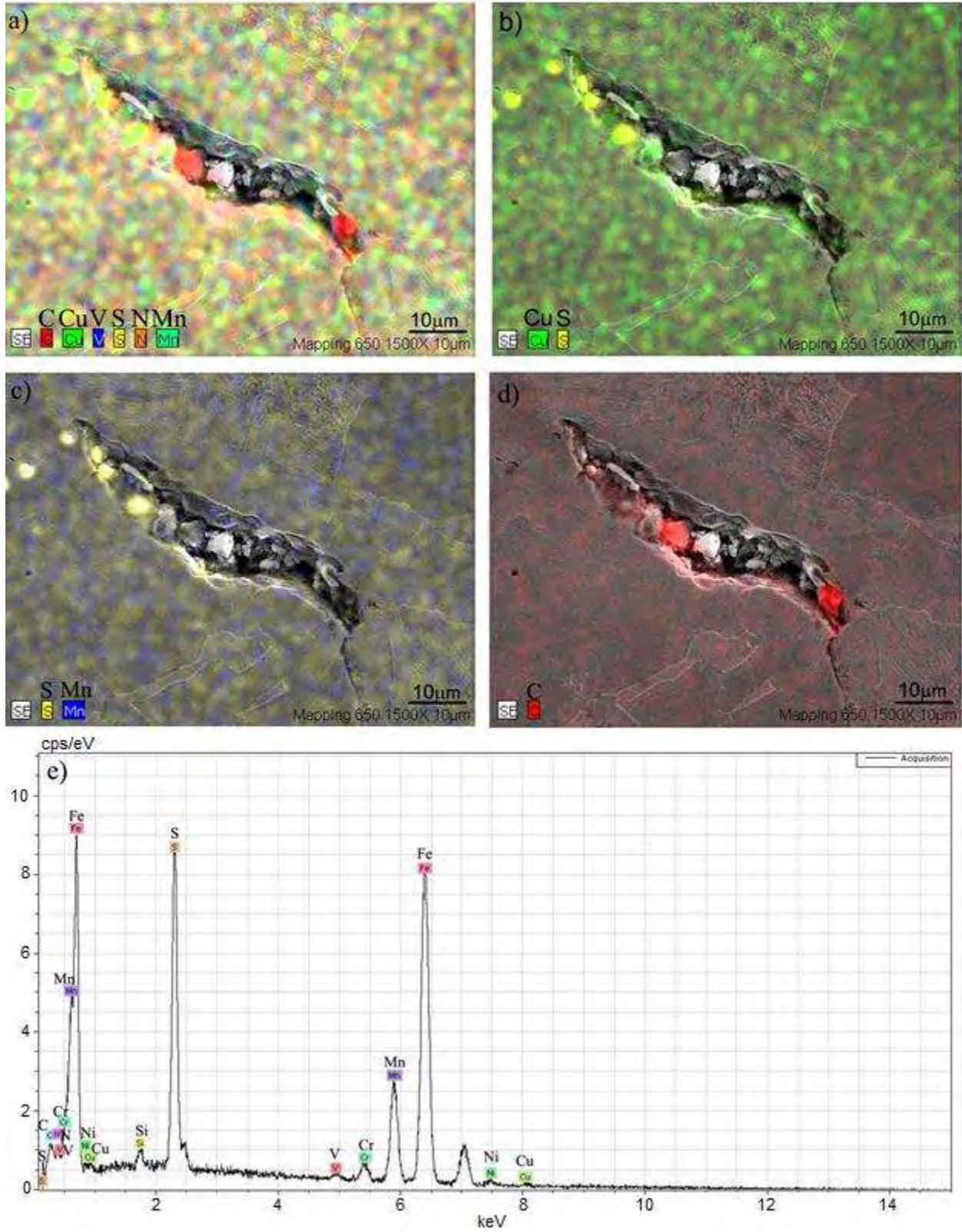


Figura 3.9 Imágenes de mapeos y espectrograma correspondiente de SEM-EDS tomadas sobre grietas para el acero sin contenido de boro (B0) ensayado a 650 °C.

La **Figura 3.10** muestra particulares micrografías del análisis en SEM con su respectivo EDS del acero B5 ensayado a 650 °C, el cual alcanzó una *R.A* cercana a 65%. En base a estas otras pruebas, se cree que otra razón de la mejora de ductilidad en caliente de los presentes aceros por adiciones de boro es debido a la precipitación de una especie de BC, evidenciados en los límites de grano austeníticos. Según Kim *et al.* [28], este tipo de precipitados pueden actuar como sitios preferenciales para la nucleación intragranular de la ferrita, la cual se admite mejora la homogeneidad de la deformación y, por ende, la ductilidad en caliente del acero.

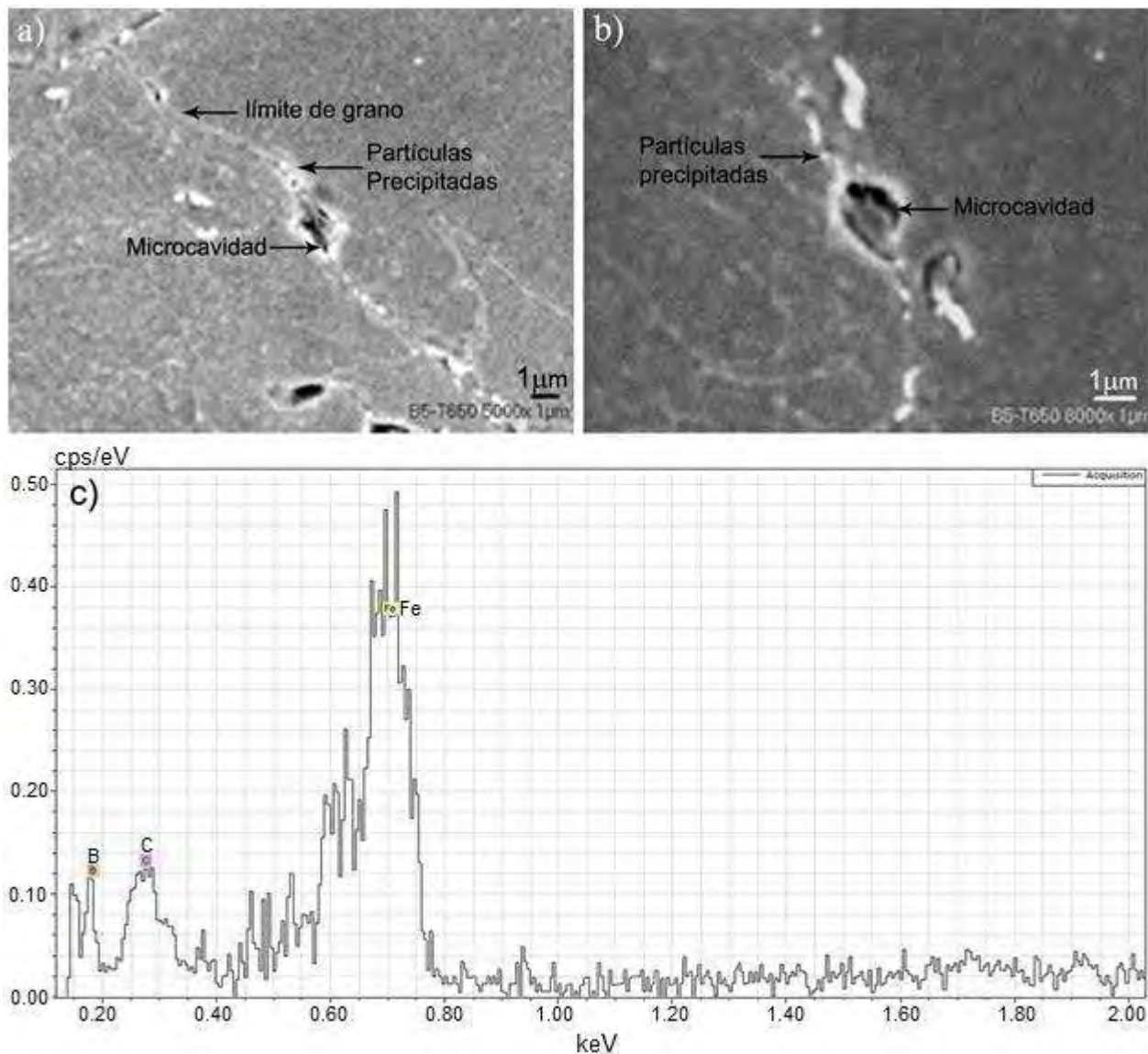


Figura 3.10 Micrografías de SEM y espectrograma EDS respectivo tomado sobre un límite de grano austenítico en la proximidad de la superficie de fractura del acero con 214 ppm de B (B5), ensayado a 650 °C.

La **Figura 3.11** muestra otro ejemplo del análisis por SEM-EDS de las puntas de fractura del acero B5 ensayado también a 650 °C. Estos resultados exponen de igual forma la presencia de posibles partículas de boro localizadas para este caso al interior de cavidades. Como se mencionó anteriormente, los átomos de boro pueden segregarse y precipitar hacia límites de grano austeníticos y ocupar los sitios de vacancias generadas por deformación, evitando la propagación de grietas y, consecuentemente, mejorando la ductilidad en caliente.

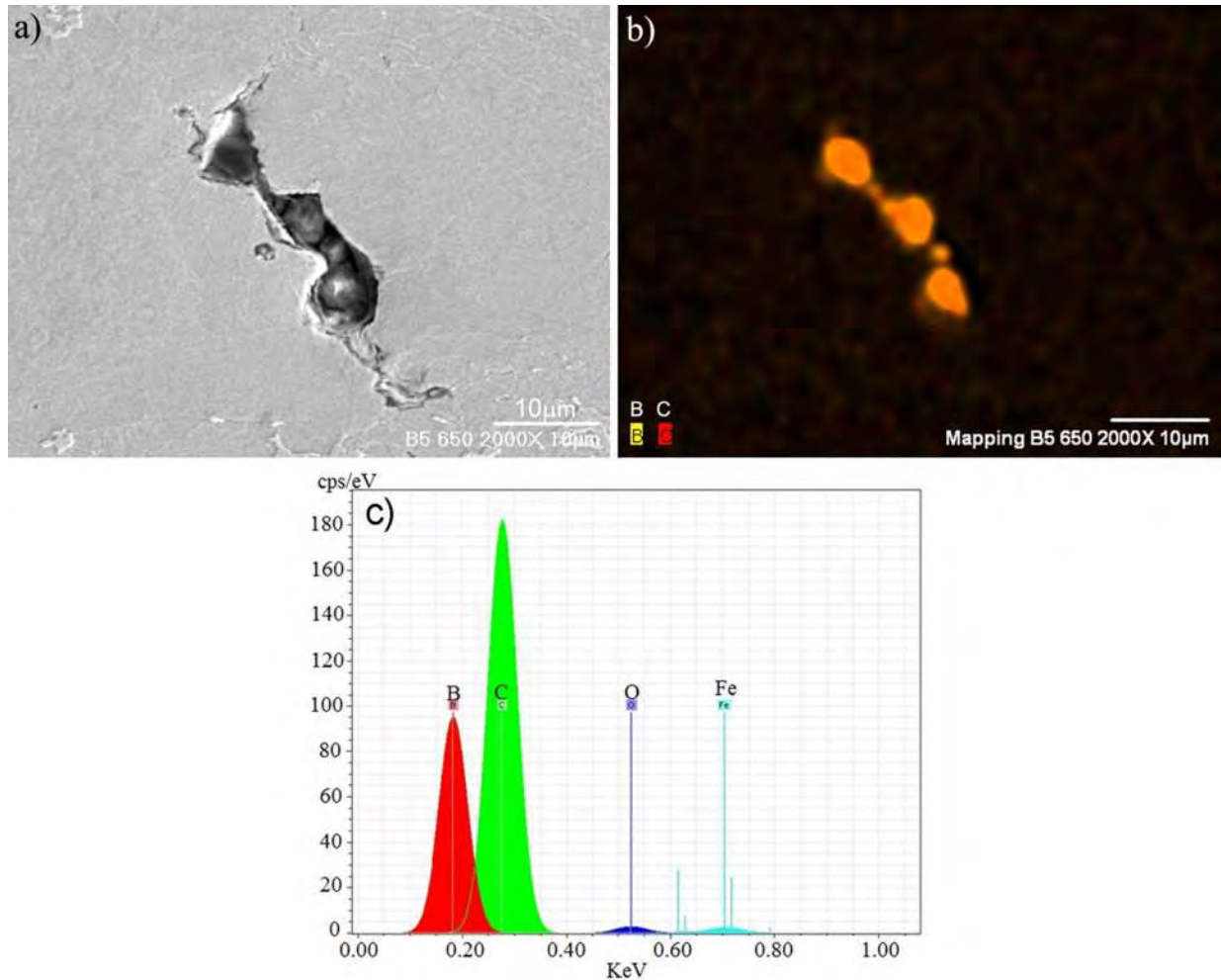


Figura 3.11 Imágenes de mapeos y espectrograma correspondiente de SEM-EDS del acero B5 deformado a 650 °C.

La **Figura 3.12** muestra más resultados del análisis en SEM para el acero B4 (126 ppm de B) ensayado a 650 °C. Para este caso, las partículas observadas apuntan a posibles BN localizados sobre los bordes de una cavidad. Como se había ya indicado, la excelente ductilidad en caliente mostrada por los aceros B3, B4 y B5 se atribuye también al incremento de la relación B:N [10, 169]. Es bien conocido que boro y nitrógeno presentan una alta afinidad química, por lo

tanto, cuanto mayor es el contenido de boro en el acero menor es la cantidad de nitrógeno libre para la formación de partículas perjudiciales tales como AlN. Cuando estos elementos coinciden en la composición química del acero, aunque los AlN son más estables termodinámicamente que los BN, la velocidad de difusión del B en la red del hierro es mucho más rápida que la del Al, precipitando preferencialmente los BN [256]. La precipitación de AlN es considerada muy perjudicial para la ductilidad en caliente de los aceros, principalmente en el rango ferrítico [169]. Varios investigadores [171, 172], han demostrado que la relación B:N debe estar por encima de 0.8 para remover todo el N en solución sólida y asegurar una buena ductilidad. Para los presentes aceros, este valor es superado a partir del acero con 82 ppm de boro ($B/N = 0.9$), el cual en efecto muestra una ductilidad más alta en comparación con los aceros que contienen 14 y 33 ppm de boro, los cuales poseen una relación B:N de 0.1 y 0.4, respectivamente.

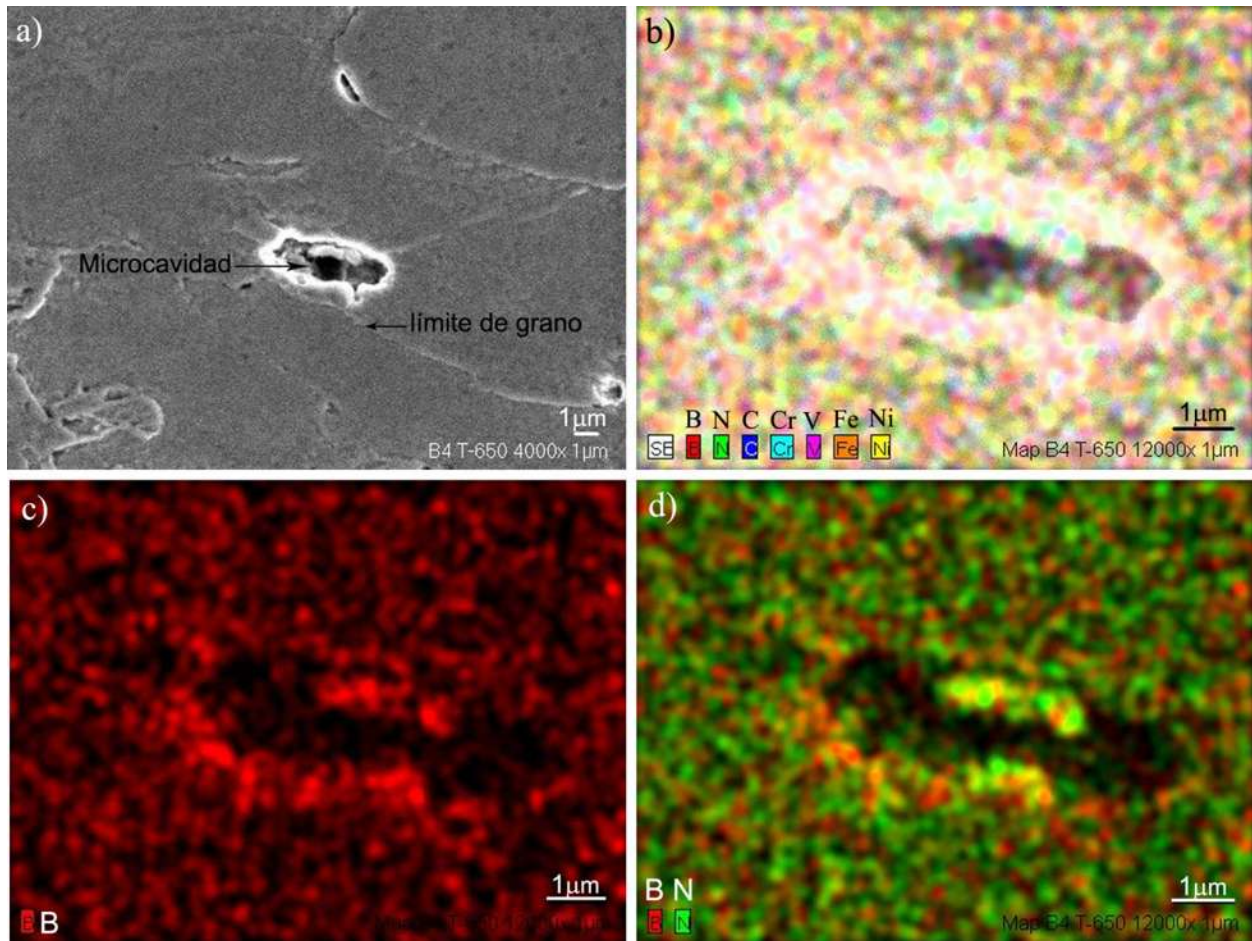


Figura 3.12 Imágenes de mapeos SEM-EDS tomadas en el acero B4 (126 ppm B) deformado a 650 °C.

A altas temperaturas de ensayo, por ejemplo 900 y 1000 °C, se considera además que la mejora de la ductilidad en caliente por las adiciones de boro puede ser debido a la presencia de grandes partículas de boro precipitadas sobre límites de grano austeníticos, las cuales a su vez pudieron promover el inicio de la recristalización dinámica. En la **Figura 3.13** se muestran imágenes características de SEM-EDS correspondientes al acero B5 deformado a 1000 °C. El resultado del análisis químico puntual realizado sobre partículas precipitadas revela que en su mayoría están compuestas de C y B (**Figura 3.13c**). Otra posible explicación del mejoramiento de la ductilidad en caliente es que el boro produce precipitación gruesa o burda en los límites de grano en lugar de finos precipitados dentro de la matriz, reduciendo el esfuerzo actuando sobre los límites de grano.

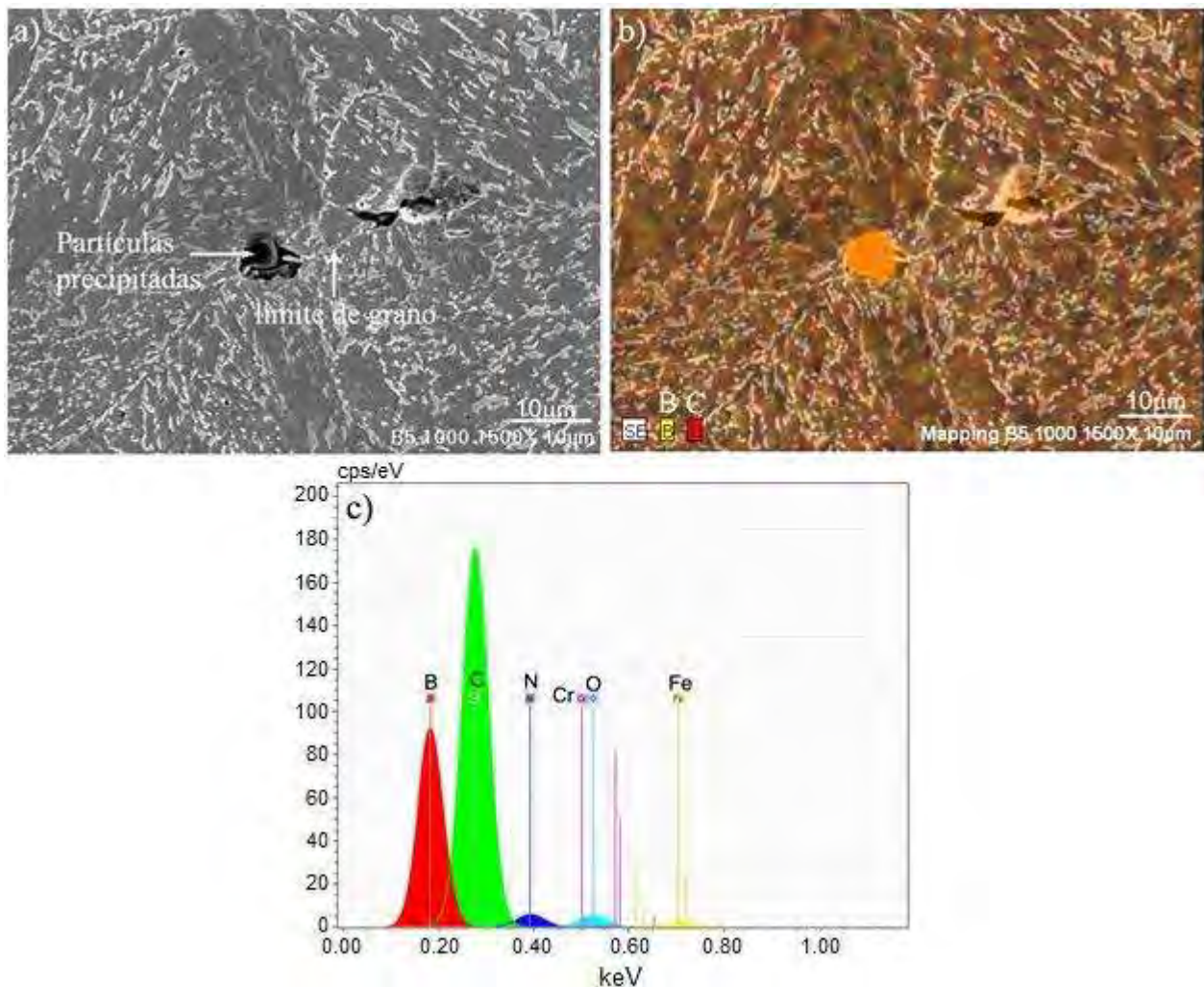


Figura 3.13 Mapeos y análisis puntual SEM-EDS del acero B5 (214 ppm B) ensayado a 1000 °C.

3.4.3 Estudio fractográfico

La **Figura 3.14** muestra las macrografías de SEM con las superficies de fractura del acero sin boro (**Figuras 3.14a y b**) y el acero con 214 ppm (**Figuras 3.14c y d**), ensayados a 650 °C. A esta temperatura, donde la ferrita debe estar presente en gran volumen, el modo de fractura muestra aspectos muy similares en ambos aceros: los dos parecen presentar un comportamiento principalmente frágil con los característicos límites de grano facetados. Sin embargo, la **Figura 3.14c** revela claramente mayor deformación plástica de la probeta, lo cual corresponde con la ductilidad más alta exhibida por el acero B5. En general, estas fractografías muestran la típica descohesión intergranular de la fractura frágil, principalmente relacionada con la presencia de inclusiones de MnS y precipitación de V(C,N). Este modo de fractura fue manifestado también a 700 y 750 °C en los aceros B0, B1 y B2, los cuales presentaron una *R.A* media de 30%.

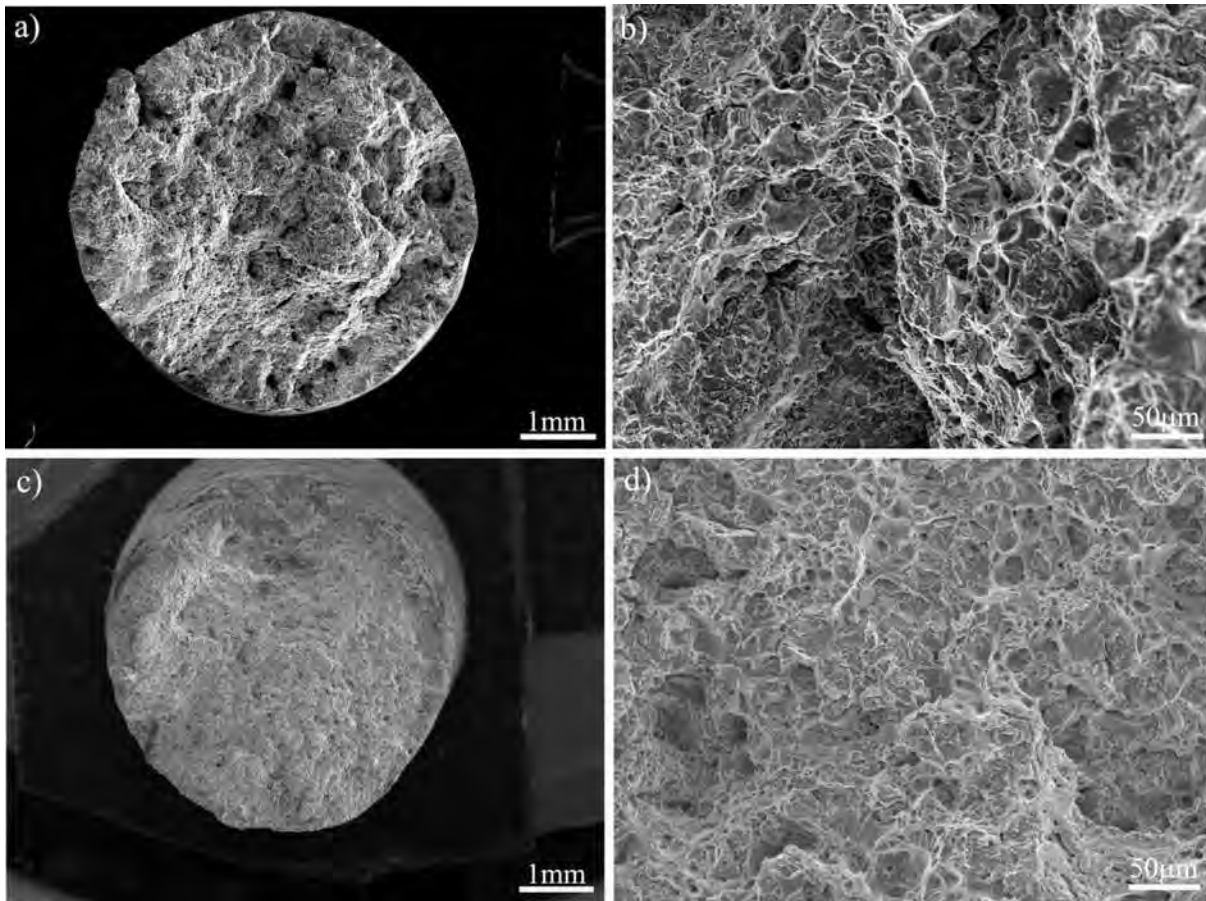


Figura 3.14 Fractografías de SEM de las muestras ensayadas a 650 °C: (a, b) acero B0 (0 ppm B) y (c, d) acero B5 (214 ppm B).

Para el caso de 1000 °C (**Figuras 3.15a-d**), ambos aceros muestran superficies de fractura con una aparente mezcla de características dúctiles e interdendríticas, lo cual puede verse más claramente en la superficie de fractura correspondiente al acero con 214 ppm de boro (**Figuras 3.15c-d**). Este tipo de descohesión interdendrítica ya ha sido reportado en otros aceros al carbono ensayados también en condición de colada y se atribuye a una posible microsegregación que toma lugar durante la solidificación [17]. En general, el modo de fractura en los presentes aceros A-UHSS tiende a ser más dúctil a medida que se incrementa el contenido de boro en el acero. Como ya se había descrito, el gran mejoramiento en la ductilidad en caliente puede también ser debido a una cohesión incrementada de los límites de grano austeníticos como un resultado de segregación de boro. Estos átomos de boro podrían ocupar sitios de nucleación preferencial y disminuir la energía de límite de grano de la austenita, suprimiendo o retardando la transformación de austenita a ferrita, y así, incrementando la cohesión de los límites de grano [167].

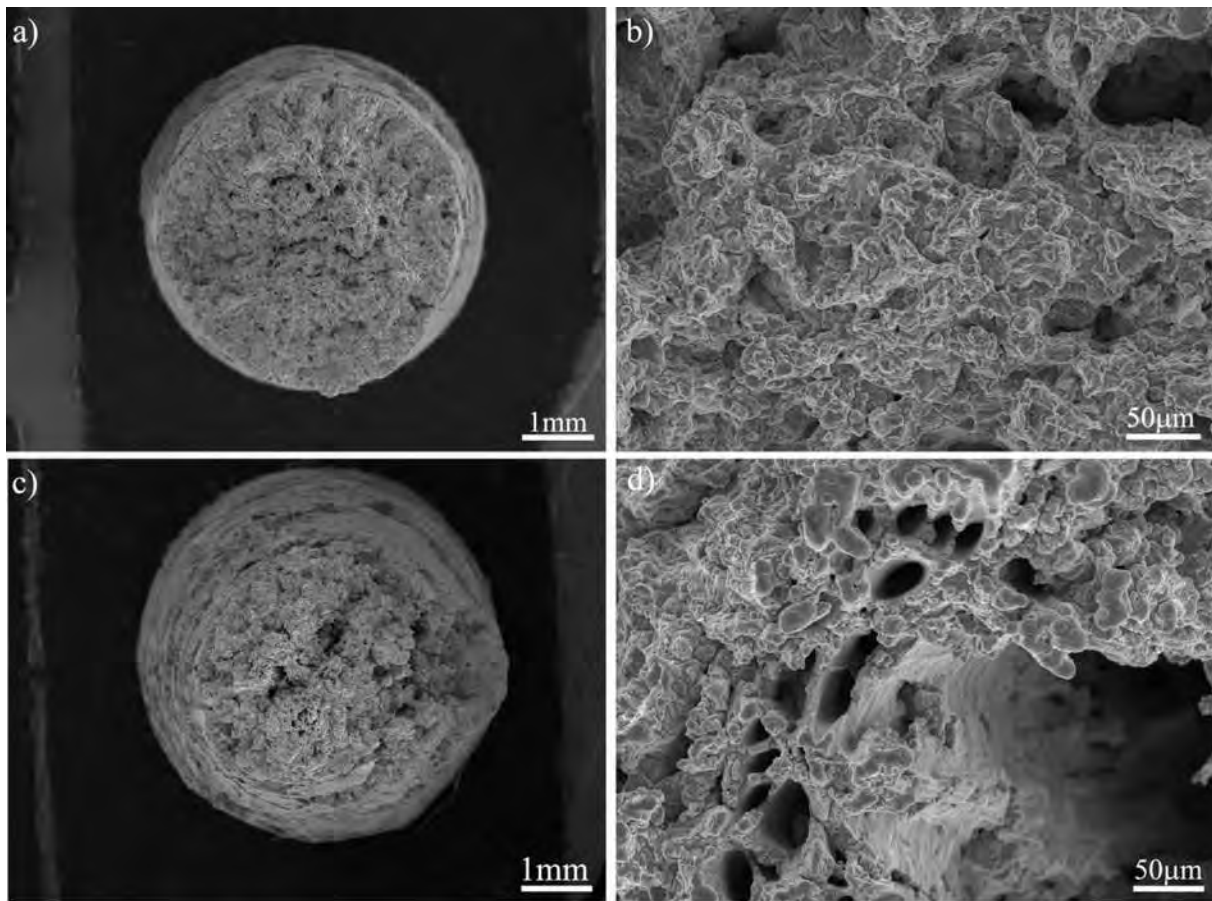


Figura 3.15 Fractografías de SEM de las muestras ensayadas a 1000 °C: (a, b) acero B0 (0 ppm B) y (c, d) acero B5 (214 ppm B).

3.5 Resultados de los ensayos de compresión en caliente

3.5.1 Curvas de fluencia en caliente

En las **Figuras 3.16, 3.17 y 3.18** se muestran las curvas de fluencia esfuerzo verdadero-deformación verdadera ($\sigma - \varepsilon$), obtenidas a partir de los ensayos de compresión uniaxial en caliente para los seis aceros A-UHSS como una función de la velocidad de deformación ($\dot{\varepsilon}$). Como puede observarse, el comportamiento de estas curvas de fluencia en caliente es muy similar para todas las condiciones de ensayo. La tendencia que presentan es la habitualmente observada en los materiales que sufren restauración y recristalización dinámica (materiales de baja energía de falla de apilamiento) [39, 204], es decir, al principio el esfuerzo aumenta rápidamente (endurecimiento por deformación del material) hasta alcanzar un valor máximo, el cual se mantiene o cae de forma simple o con oscilaciones como resultado de la aparición de la recristalización dinámica y dependiendo de las condiciones de ensayo como la velocidad de deformación y la temperatura, para luego alcanzar el valor de esfuerzo de estado estable (σ_{ss}), el cual permanece hasta que finaliza el ensayo. Por otro lado, la morfología de las curvas sigue el comportamiento esperado en función de la temperatura y la velocidad de deformación, es decir, un aumento de la temperatura o una disminución de la velocidad de deformación reduce la resistencia a la deformación. Como es bien sabido, cuanto menor es la temperatura los fenómenos de ablandamiento están menos activos y, por lo tanto, se requiere un mayor esfuerzo para deformar el material. Del mismo modo, entre mayor sea la velocidad de deformación menos tiempo es disponible para la nucleación y el crecimiento de nuevos granos, es decir, para la aparición de la recristalización dinámica. Por lo tanto, como se ilustra en las **Figuras 3.16, 3.17 y 3.18**, la recristalización dinámica aparece preferentemente a velocidades de deformación bajas de 0.01 y 0.001 s⁻¹ y a temperaturas relativamente altas (1000, 1050 y 1100 °C).

Todos los aceros presentan un comportamiento a fluencia similar, y la tendencia general muestra que los valores del esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ε_p) aumentan con el aumento de la velocidad de deformación y disminuyen cuando la temperatura se incrementa. Debe notarse también que para el caso de los aceros ensayados a la más alta temperatura (1100°C) y más baja velocidad de deformación (0.001s⁻¹), la recristalización dinámica predominante, y a la cual se le asocia un crecimiento de grano, es la cíclica o múltiple, especialmente para el acero sin contenido de boro (B0) y los aceros con 14 ppm de boro (B1) y

33 ppm de boro (B2). Como ya fue expuesto en el Capítulo 1 apartado 1.5.1, en caso de la aparición del fenómeno de recristalización dinámica, las curvas de fluencia, dependiendo de los parámetros de deformación, pueden mostrar dos comportamientos bien distintos: curva de pico simple o curva de picos múltiples. Las características de dicha recristalización dependen de varios parámetros entre los cuales cabe destacar: tamaño inicial de grano (D_0), temperatura y velocidad de deformación [39]. El efecto de la temperatura y velocidad de deformación se describe, generalmente, usando el parámetro de Zener-Hollomon (Z). Sakui *et al.* [258] y Sakai *et al.* [39] mostraron que la condición crítica para la transición de curvas de fluencia de pico simple a curvas de pico múltiple corresponde, microestructuralmente, a $D_0 = 2D_{rec}$, donde D_{rec} es el tamaño de grano recristalizado. Cuando D_0 es inferior a D_{rec} se predice recristalización dinámica de pico múltiple que conduce a un crecimiento de grano, mientras que para tamaños de grano iniciales, superiores a $2D_{rec}$, se predice un afino de grano asociado con recristalización dinámica de pico simple. Por lo tanto, se afirma que la recristalización dinámica de pico simple está asociada a un afino de grano, mientras que la recristalización dinámica de pico múltiple está asociada con un crecimiento de grano. Otro aspecto importante a resaltar en las curvas de fluencia en caliente es que para algunas condiciones de ensayo, especialmente a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación, el ablandamiento luego de alcanzar el esfuerzo máximo es mínimo, poniendo de manifiesto que para esas condiciones de deformación el mecanismo de ablandamiento dominante es la restauración dinámica (DRV). Independientemente del contenido de boro, este comportamiento queda reflejado en las curvas correspondientes a los aceros ensayados a 950 °C y 0.1 s⁻¹. Bajo estas condiciones de deformación, Schulson *et al.* [57] han reportado que el boro mejora la movilidad de las dislocaciones en los límites de grano durante la deformación en caliente, lo cual a su vez facilita la aparición de la recristalización dinámica. Esta razón podría explicar en parte la aceleración del inicio de la recristalización dinámica (disminución de σ_p y ε_p) en los presentes aceros A-UHSS microaleados con boro. Adicionalmente, un ligero retraso de la cinética de recristalización dinámica proporcional con el aumento de la concentración de boro fue detectado sobre las curvas de fluencia. Este efecto se observó en el tiempo empleado para alcanzar el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) una vez comenzada la recristalización dinámica. Este retardo de la cinética de DRX se asocia generalmente a un efecto de arrastre soluto [39].

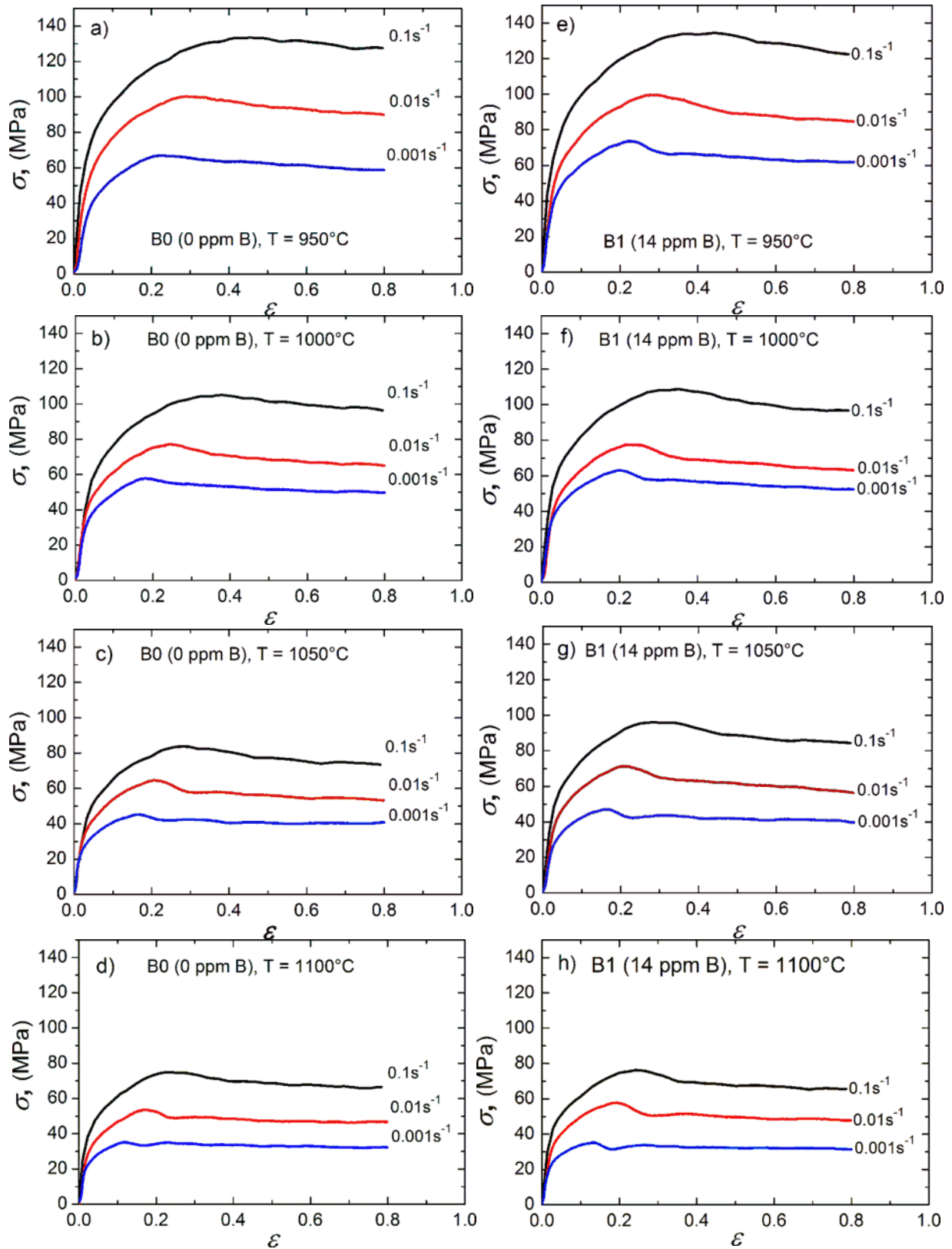


Figura 3.16 Curvas de fluencia en caliente para los aceros B0 y B1.

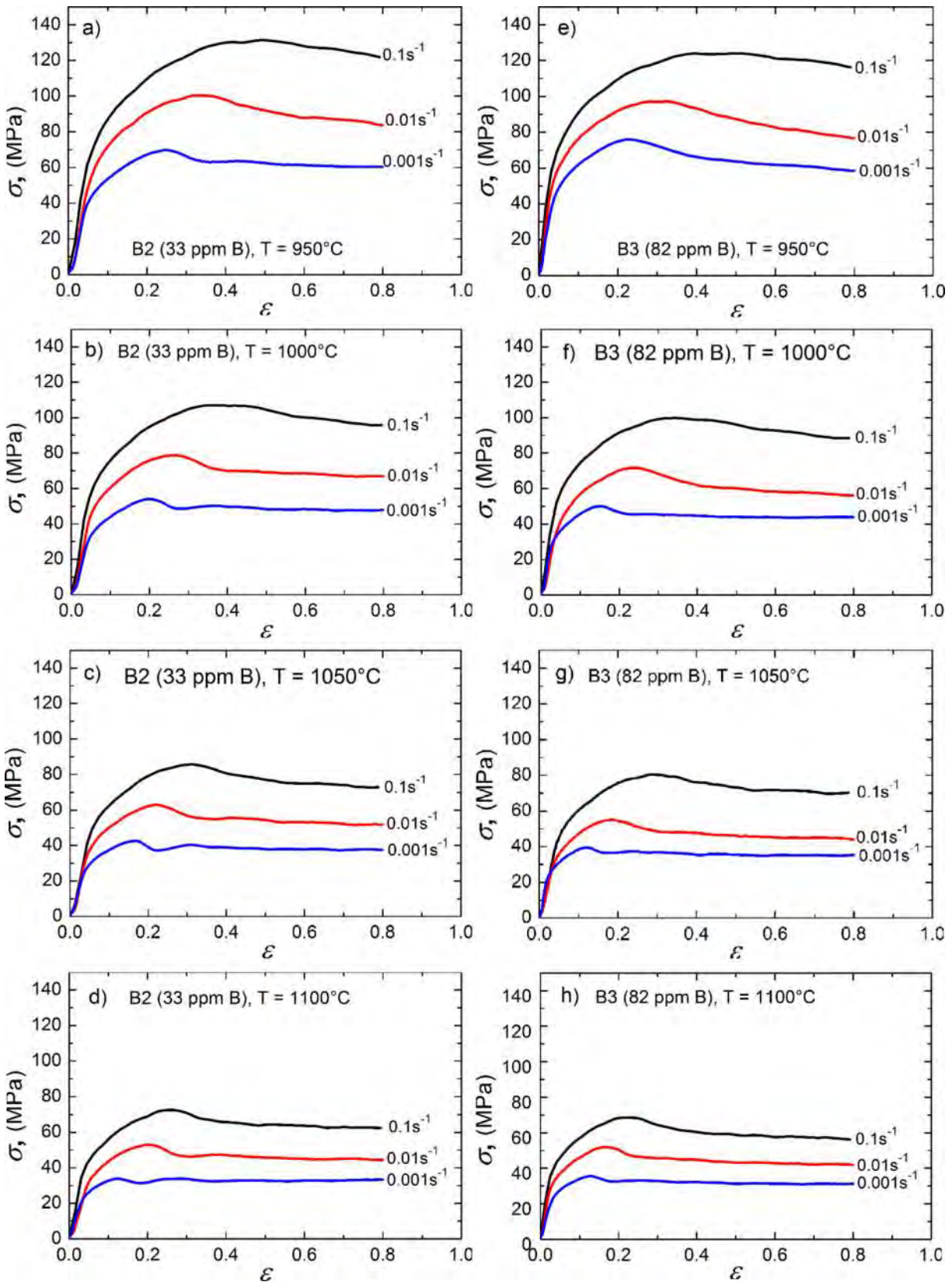


Figura 3.17 Curvas de fluencia en caliente para los aceros B2 y B3.

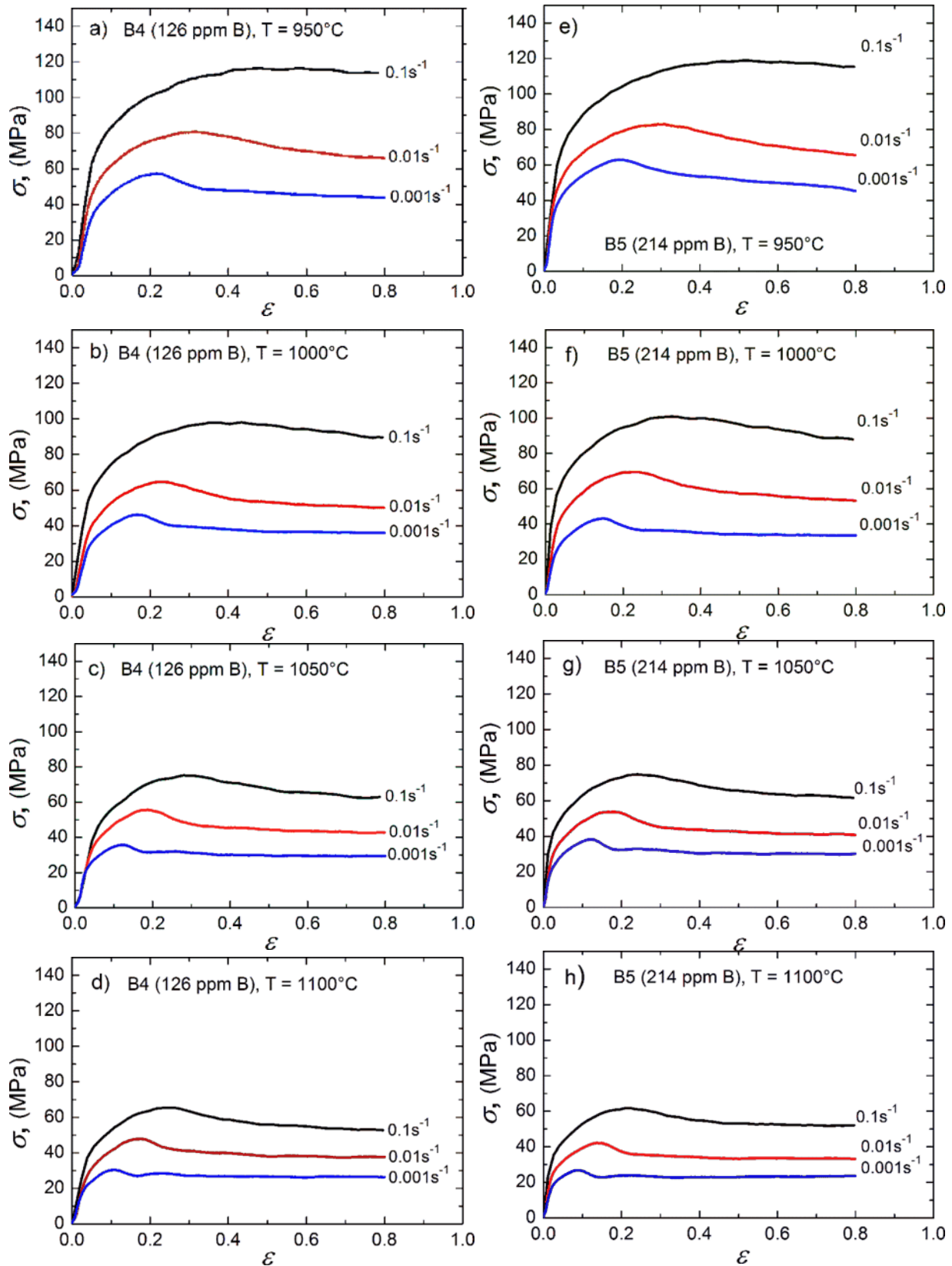


Figura 3.18 Curvas de fluencia en caliente para los aceros B4 y B5.

De las curvas de fluencia anteriores se extrajeron los valores característicos de esfuerzo y deformación verdadera, esto es, los valores correspondientes al esfuerzo pico o máximo (σ_p) y su deformación asociada (ϵ_p) y los valores correspondientes al esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) y su deformación asociada (ϵ_{ss}). Posteriormente, estos valores serán utilizados en el modelado de fluencia de los diversos aceros. En la **Tabla 3.2** se resumen dichos valores.

Tabla 3.2 Valores de esfuerzo pico (σ_p), deformación pico (ϵ_p), esfuerzo de estado estable (σ_{ss}), y deformación de estado estable (ϵ_{ss}), recopilados a partir de las curvas de fluencia para todos los aceros y condiciones de ensayo. Los valores de esfuerzo están en MPa.

Acero	$\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$					$\dot{\epsilon} = 0.01s^{-1}$				$\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$			
	T, °C	σ_p	ϵ_p	σ_{ss}	ϵ_{ss}	σ_p	ϵ_p	σ_{ss}	ϵ_{ss}	σ_p	ϵ_p	σ_{ss}	ϵ_{ss}
B0	950	67	0.23	67	0.46	100	0.29	91	0.69	133	0.45	127	0.71
	1000	58	0.18	58	0.26	77	0.24	69	0.48	105	0.38	98	0.67
	1050	45	0.16	45	0.24	65	0.20	58	0.34	83	0.27	75	0.61
	1100	35	0.12	35	0.15	54	0.17	49	0.22	75	0.23	69	0.48
B1	950	74	0.22	66	0.32	100	0.27	89	0.48	134	0.44	129	0.60
	1000	63	0.19	58	0.30	78	0.21	69	0.37	109	0.35	97	0.67
	1050	47	0.16	42	0.23	71	0.21	64	0.34	96	0.29	89	0.48
	1100	36	0.13	31	0.18	58	0.19	51	0.27	76	0.24	70	0.37
B2	950	70	0.24	63	0.35	100	0.32	88	0.58	131	0.49	127	0.64
	1000	54	0.20	49	0.27	79	0.27	70	0.39	107	0.36	100	0.60
	1050	43	0.16	37	0.22	63	0.21	55	0.36	86	0.31	75	0.56
	1100	34	0.12	31	0.18	53	0.20	46	0.30	73	0.26	66	0.39
B3	950	76	0.22	63	0.54	97	0.32	81	0.63	124	0.49	120	0.67
	1000	50	0.15	45	0.23	72	0.23	60	0.45	100	0.34	93	0.56
	1050	40	0.12	37	0.16	55	0.18	48	0.33	80	0.29	71	0.55
	1100	36	0.12	33	0.18	51	0.16	46	0.29	69	0.21	59	0.43
B4	950	57	0.21	48	0.35	81	0.31	67	0.69	116	0.48	114	0.70
	1000	46	0.16	39	0.31	65	0.22	54	0.46	98	0.43	94	0.58
	1050	36	0.12	32	0.18	56	0.18	45	0.39	75	0.27	66	0.54
	1100	30	0.10	27	0.16	48	0.17	40	0.37	65	0.25	56	0.48
B5	950	63	0.19	47	0.46	83	0.30	69	0.64	119	0.52	117	0.64
	1000	43	0.15	36	0.25	70	0.23	57	0.49	101	0.32	95	0.53
	1050	38	0.11	32	0.19	54	0.17	43	0.36	75	0.24	64	0.57
	1100	27	0.09	23	0.15	42	0.13	34	0.34	62	0.22	53	0.45

La **Figura 3.19** muestra para todos los aceros y condiciones de ensayo de compresión en caliente estudiadas, la influencia de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) sobre el esfuerzo pico (σ_p) (**Figuras 3.19a-d**) y deformación pico (ϵ_p) (**Figuras 3.19e-h**). Anteriormente ya ha sido mencionado que por practicidad o simplicidad, el inicio de recristalización dinámica es comúnmente asociado directamente al valor de deformación correspondiente al valor máximo de esfuerzo, es decir, ϵ_p . En este sentido, se confirma que es necesario un mayor esfuerzo y una mayor deformación para dar comienzo a la recristalización dinámica a medida que aumenta la velocidad de deformación o disminuye la temperatura, lo cual no es de extrañar, dado que la recristalización dinámica es un fenómeno activado térmicamente. Por otro lado, el análisis comparativo indica que en general, el acero sin contenido de boro (B0) y los aceros con los contenidos más bajos de 14 y 33 ppm, aceros B1 y B2, respectivamente, presentan valores más altos de esfuerzo pico para todas las velocidades de deformación y temperaturas. De igual forma, aunque en menor medida se verifica que estos aceros presentan las máximas deformaciones de pico. Estas diferencias entre los aceros se vuelven más evidentes a la menor velocidad de deformación (0.001 s^{-1}). Así, en términos generales, se puede indicar que los aceros B3, B4 y B5 son más suaves a altas temperaturas. El efecto de ablandamiento que genera el boro en los aceros a altas temperaturas es un comportamiento opuesto al producido por este elemento en condiciones de trabajo en frío, donde al incrementar el contenido de boro normalmente se incrementa la dureza del acero [95].

Por otro lado, como se reportó en el apartado 1.5.4.2 del Capítulo 1, el comportamiento de la deformación de pico frente a la velocidad de deformación (ϵ_p vs $\dot{\epsilon}$) proporciona también información sobre el instante en que puede intervenir el fenómeno de precipitación y su interacción con la recristalización dinámica [186, 187, 191]. Las relaciones $\epsilon_p - \dot{\epsilon}$ exhibidas por los presentes aceros (**Figuras 3.19e-h**), son similares al comportamiento observado en ausencia de precipitación, esto es, no se aprecian sinuosidades u ondulaciones intermedias en tales curvas, lo que estaría indicando que solamente el efecto soluto es el encargado de retrasar la recristalización dinámica del material. Estos resultados están en discordancia con lo reportado para elementos microaleantes típicos en el acero tales como Nb, V y Ti, los cuales producen un efecto retardante sobre la cinética de recristalización dinámica (aumento de la deformación pico), producto de su precipitación [66, 259-261].

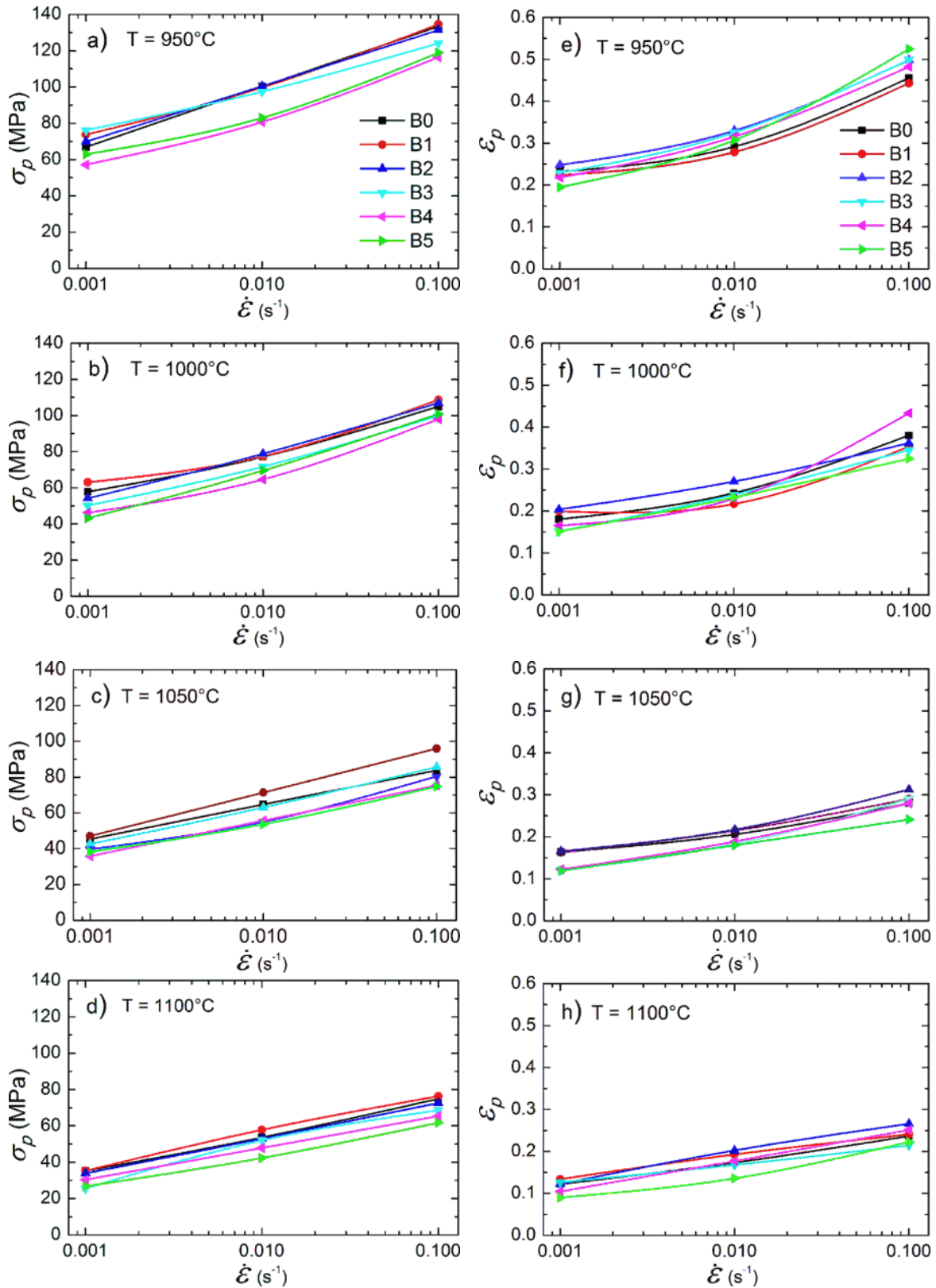


Figura 3.19 Dependencia del esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ϵ_p) de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante.

Como se ha venido remarcando, la recrystalización dinámica en los aceros y otras aleaciones metálicas se inicia antes de la deformación de pico [39, 43, 44]. Esto significa que dicho mecanismo de ablandamiento puede tener lugar en diversos materiales aunque no exista un pico de esfuerzo claro y definido en las curvas de fluencia en caliente. Este umbral de deformación, como ya se ha indicado, es conocido como la deformación crítica (ϵ_c) y recibe este nombre por analogía al necesario para dar comienzo a la recrystalización estática convencional. Diversos autores [262, 263] estiman que el valor de deformación necesario para dar comienzo a la recrystalización dinámica es directamente proporcional a la deformación de pico de la siguiente manera:

$$R_\epsilon = \frac{\epsilon_c}{\epsilon_p} \dots \dots \dots (3.1)$$

Donde R_ϵ es la relación crítica de deformaciones, e involucra una posible relación con el tipo de material y la técnica de evaluación y ensayo. Weiss *et al.* [264] reportan que la determinación de ϵ_p e incluso ϵ_c , a través de diferentes técnicas de ensayo, conlleva a resultados discordantes debido a las diferentes contribuciones de fricción, cambio de texturas, geometría de deslizamiento, calentamiento adiabático y localización de la fluencia, asociada a cada una de las técnicas de ensayo.

Es posible determinar la deformación crítica desde las curvas de fluencia por medio del método desarrollado por Ryan y McQueen [244], el cual define la deformación crítica como la deformación a la que la curva de fluencia experimental se desvía de la curva de recuperación dinámica (DRV) teórica o idealizada, basada en las diferencias de los comportamientos de velocidad de endurecimiento por deformación (θ) asociados con la recrystalización dinámica y la recuperación dinámica. Las curvas teóricas se generan por extrapolación de las curvas $\theta - \sigma$. En este caso la determinación del punto de inflexión indicativo del inicio de la recrystalización y el método de extrapolación seguidos no están bien definidos y terminan siendo de difícil determinación práctica. Posiblemente el método más ampliamente utilizado a la hora de determinar las condiciones críticas para el inicio de la recrystalización, es el desarrollado por Poliak y Jonas [45, 241, 242], el cual está fundamentado sobre las leyes termodinámicas que gobiernan los procesos irreversibles, eliminando la necesidad de extrapolar los datos

experimentales. Najafizadeh y Jonas [243] proponen una extensión del método basada en un adecuado ajuste polinómico de θ y en la utilización de las curvas $\sigma - \varepsilon$, normalizadas por el esfuerzo y la deformación de pico, respectivamente.

3.5.2 Determinación de los parámetros críticos para el inicio de la recristalización dinámica.

Como se detalló en el Capítulo 2, en el presente trabajo de investigación, el método matemático de la doble diferenciación fue utilizado para identificar las condiciones críticas de esfuerzo y deformación (σ_c, ε_c) asociadas con el inicio preciso de la recristalización dinámica en las curvas de fluencia en caliente, el cual está basado en los cambios de la velocidad de endurecimiento por deformación ($\theta = \partial\sigma/\partial\varepsilon$) como una función del esfuerzo de fluencia (método de Poliak y Jonas, simplificado por Najafizadeh y Jonas) [45, 241-243]. Las curvas experimentales de velocidad de endurecimiento por deformación versus esfuerzo verdadero (θ vs σ) y su correspondiente ajuste polinómico de 3er grado para los aceros B0 y B5 a la temperatura de 950 °C y las tres velocidades de deformación utilizadas son presentadas en las **Figuras 3.20a** y **3.20c**. Como se desprende a partir de estos gráficos, cada curva se compone principalmente de tres segmentos distintos. Primero, θ decrece linealmente con el esfuerzo de fluencia a bajas tensiones. En segundo lugar, la curva $\theta - \sigma$ cambia gradualmente a un segmento lineal de pendiente menor y finalmente, la curva cae hacia $\theta = 0$ al esfuerzo pico. De acuerdo con Poliak y Jonas [45, 241, 243] y Ryan y McQueen [244], la inflexión en el esfuerzo crítico indica que la recristalización dinámica está surtiendo efecto. El punto donde la curva cruza el cero desde arriba representa el esfuerzo máximo o pico (σ_p). A este punto, el valor de σ_p puede medirse con precisión como 67, 100 y 133 MPa para el acero B0 a las velocidades de deformación de 0.001, 0.01 y 0.1 s⁻¹, respectivamente (**Figura 3.20a**), y 56, 83, 119 MPa para el acero B5 a iguales condiciones de velocidades de deformación (**Figura 3.20c**). Aunque los picos de esfuerzo de fluencia a velocidad de deformación constante son una buena indicación de que la recristalización dinámica está en marcha, no proporcionan información precisa acerca de su comienzo. Como ya se señaló, los puntos mínimos en los gráficos de la derivada de la ecuación de 3er orden contra el esfuerzo de fluencia ($d\theta/d\sigma - \sigma$) representan el esfuerzo crítico (σ_c) exacto asociado con el inicio de la recristalización dinámica. Sobre esta base, valores de σ_c de 52, 83 y 110 MPa fueron registrados para el acero B0 a velocidades de deformación de 0.001,

0.01 y 0.1 s^{-1} respectivamente, y 44, 71, y 110 MPa para el acero B5 (ver **Figuras 3.20b** y **3.20d**). Como se puede ver, los valores de σ_p y σ_c son muy diferentes; los valores de σ_c son significativamente más bajos, lo cual corrobora que la recrystalización dinámica comienza mucho antes que la deformación correspondiente al esfuerzo pico. Por otro lado, estos resultados demuestran claramente que el acero B0 requiere mayor esfuerzo y, en consecuencia, una mayor deformación que el acero B5 para el inicio de la recrystalización dinámica. Este método fue utilizado para calcular los valores reales de esfuerzo y deformación (σ_c, ϵ_c) para la iniciación de la recrystalización dinámica para todas las condiciones de ensayo. La **Figura 3.21** representa todos los resultados así obtenidos en función de la velocidad de deformación.

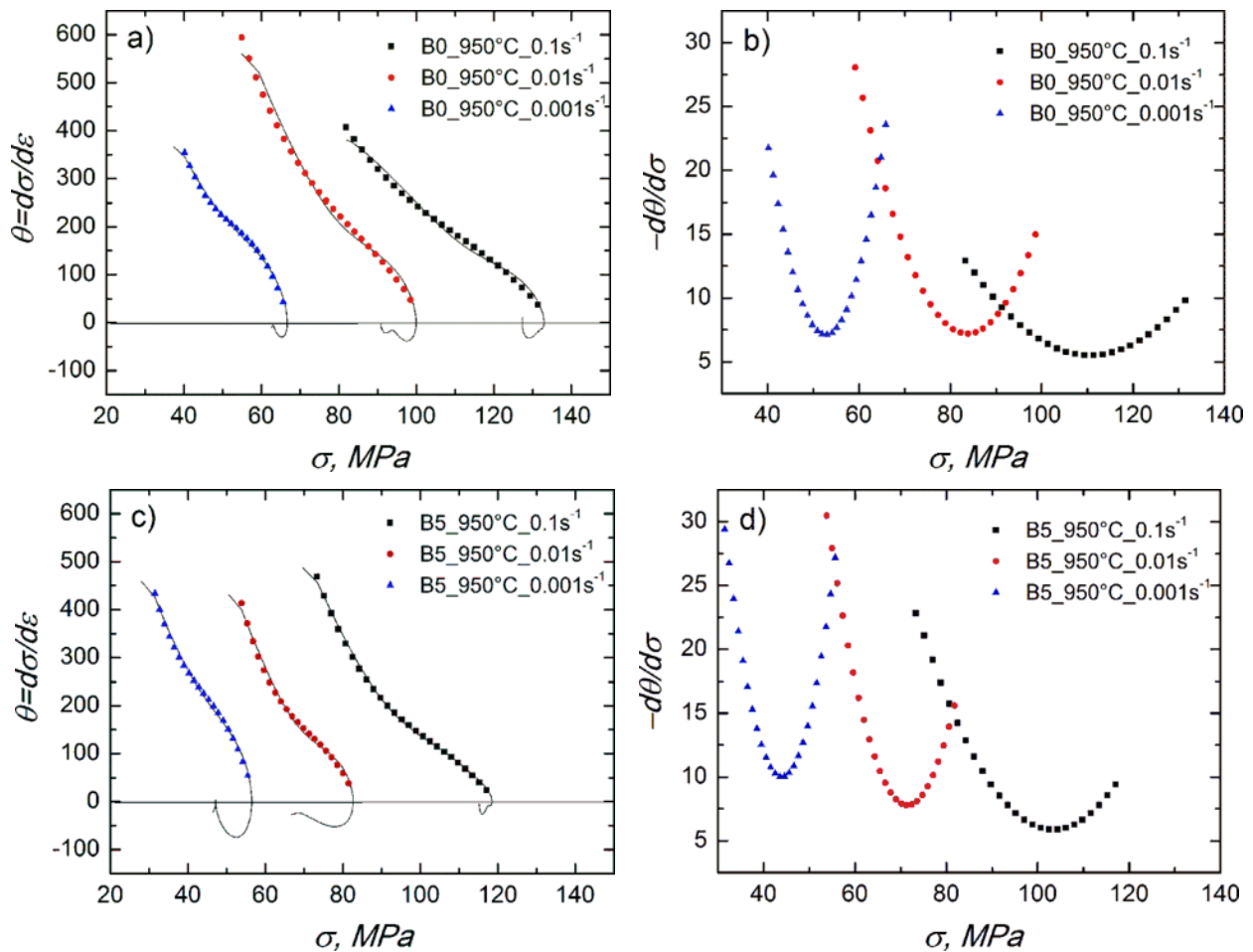


Figura 3.20 Análisis de la velocidad de endurecimiento por deformación (θ) para los aceros B0 y B5 a $950 \text{ }^\circ\text{C}$ y $0.1, 0.01$ y 0.001 s^{-1} .

Por otro lado, es evidente a partir de la **Figura 3.21** que las adiciones de boro producen ablandamiento durante la deformación en caliente del acero. En general, el acero B5 con el mayor contenido de boro exhibe el más grande efecto de ablandamiento. Los valores más bajos de σ_c y ε_c se observaron en este acero, particularmente a las temperaturas de compresión en caliente más elevadas. Como tendencia, se aprecia y se verifica que cuanto más alto es el contenido de boro en el acero menor es el esfuerzo para el inicio de la recrystalización dinámica. La razón para explicar por qué la presencia de boro en el acero produce un efecto de ablandamiento durante la deformación en caliente y consecuente adelanto del inicio de la recrystalización dinámica no está muy clara aún, ya que la mayoría de los elementos de aleación en el acero tienden a retrasar su inicio. Una de las teorías para explicar estos resultados pudiera estar relacionada a la naturaleza dual de los átomos de boro en la red de la austenita y su medio, los cuales cuando poseen energía suficiente pueden moverse de su posición sustitucional a una intersticial, experimentando de esta manera una difusión acelerada, lo cual a su vez puede acelerar el inicio de la recrystalización dinámica [61]. Por otro lado, este mecanismo de ablandamiento del boro puede estar relacionado a la aparición de un canal adicional que facilita la formación de *kinks* de dislocaciones (desplazamientos o cortes de dimensiones atómicas producidos en el plano de deslizamiento de la línea de dislocación) en los centros de impurezas (una disminución de la energía de *kinks* con el aumento de contenido de soluto, facilita la movilidad dislocación) [265-267]. Así mismo, el ablandamiento extra debido al contenido de boro puede ser atribuido a la difusión y segregación de los átomos de boro hacia los límites de grano de la austenita ocupando las vacancias generadas por la deformación aplicada y a su vez modificando y reforzando la cohesión de los límites de grano austeníticos, permitiendo con ello un flujo plástico más fácil en la red austenítica [32, 35, 54, 63, 254]. Todos estos fenómenos pueden ser explicados sobre la base de la teoría de segregación de no equilibrio propuesta por Aust *et al.* [269], como un efecto de pares complejos vacancias móviles-átomos de soluto difundiendo a través de un gradiente de vacancias hacia *kinks* de vacancias (este gradiente puede ser generado por enfriamiento y/o mediante deformación plástica). En este caso, el ablandamiento de los límites de grano es probablemente causado por la presencia de “*clusters*”, resultado de la descomposición de los complejos vacancias-solutos cerca de los límites de *kink* [268, 269]. Por otro lado y como es bien sabido, el tamaño relativo de los átomos de soluto respecto a los de la matriz determina si un proceso de difusión opera de manera intersticial o sustitucional. En este sentido, como se dijo con anterioridad, varios autores [38, 46]

concuerdan que átomos sustitucionales en el acero tienden a incrementar la energía de activación para la deformación de la austenita (Q_{def}) y consecuentemente retrasan el inicio de la recrystalización dinámica, mientras que elementos intersticiales promueven una disminución de la misma, acelerando el inicio de Q_{def} [47-49]. Como una primera aproximación, se puede asumir que el parámetro de red cristalina es linealmente dependiente del número de átomos de soluto en una celda unidad [270]. Entonces, para átomos disueltos sustitucionalmente, el parámetro de red sería linealmente dependiente de la fracción atómica de soluto, mientras que para átomos de soluto disueltos intersticialmente, sería linealmente dependiente del número de átomos de soluto por átomo de solvente [272]. Diferentes investigaciones han reportado aumentos del parámetro de red cristalina de la austenita con el contenido de C [271-273]. Serajzadeh y Taheri [46, 274], analizando las cinéticas y mecanismos de restauración de aceros al carbono, argumentan que un incremento del contenido de C provoca un descenso en la energía de activación, incrementando las cinéticas de recrystalización. Reportan también, que el C reduce la energía de falla de apilamiento (γ_{SFE}), vinculando estos resultados a la expansión de la red cristalina provocada por la adición de dicho elemento, resultando en un aumento de la velocidad de autodifusión lo que conduce a un aumento en las cinéticas de restauración y recrystalización en procesos controlados por difusión. Así mismo, Medina y Hernandez [142, 275] evaluaron el efecto de diferentes elementos de aleación tales como el C, Mn, Si, Mo, Ti, V y Nb sobre la deformación en caliente de aceros al carbono y microaleados, en campo austenítico, demostrando que a excepción del C todos los elementos investigados contribuyen a aumentar la energía de activación. Igualmente, Mead y Birchenall [276] revelan que mientras la difusividad aumenta proporcionalmente con el aumento del contenido de C, la energía de activación disminuye. Bajo el mismo contexto, se cree que el boro intersticial tiene un efecto equivalente al del carbono durante la deformación en caliente [49, 52, 53]. De acuerdo con Busby *et al.* [112], la velocidad de difusión del boro en la austenita es similar a la del carbono. La difusividad de vacancias en la austenita para las aleaciones Fe-C se incrementa cuando se eleva el contenido de boro [277, 278]. Por otra parte, cabe señalar que el contenido de carbono en los presentes aceros disminuye ligeramente con el aumento de boro (véase la **Tabla 2.1**), lo que resalta la influencia de boro en el comportamiento en caliente de los mismos.

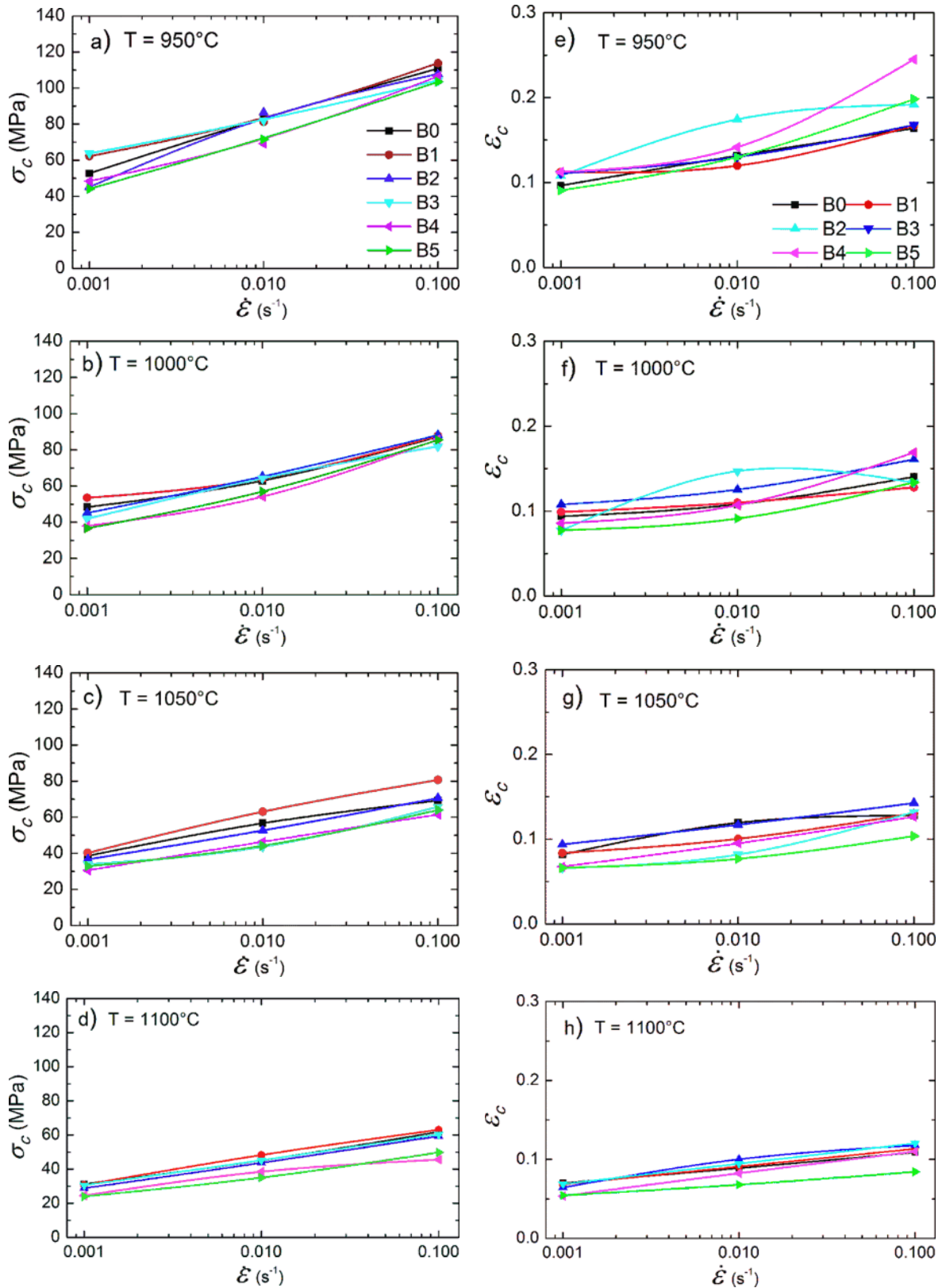


Figura 3.21 Dependencia del esfuerzo crítico (σ_c) y deformación crítica (ϵ_c) de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante.

contenidos de boro en el acero, lo cual causa efectos de ablandamiento, particularmente en los aceros con las mayores concentraciones de boro (aceros B4 y B5).

Tabla 3.3 Valores de esfuerzo pico (σ_p), esfuerzo crítico (σ_c), y relación crítica de esfuerzo (R_σ) para todos los aceros y condiciones de ensayo. Los valores de esfuerzo están en MPa.

Steel	$\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$				$\dot{\epsilon} = 0.01s^{-1}$			$\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$		
	T, °C	σ_p	σ_c	$R_\sigma,$ σ_c/σ_p	σ_p	σ_c	$R_\sigma,$ σ_c/σ_p	σ_p	σ_c	$R_\sigma,$ σ_c/σ_p
B0	950	67	53	0.79	100	84	0.84	133	111	0.83
	1000	58	48	0.82	77	62	0.80	105	87	0.82
	1050	45	39	0.86	65	57	0.87	83	70	0.84
	1100	35	31	0.88	54	45	0.83	75	62	0.82
B1	950	74	62	0.83	100	81	0.81	134	113	0.84
	1000	63	53	0.84	78	64	0.82	109	87	0.79
	1050	47	40	0.85	71	63	0.88	96	80	0.83
	1100	36	31	0.86	58	48	0.82	76	63	0.82
B2	950	70	45	0.64	100	86	0.86	131	107	0.81
	1000	54	45	0.83	79	65	0.82	107	88	0.82
	1050	43	37	0.86	63	53	0.84	86	71	0.82
	1100	34	28	0.82	53	44	0.83	73	59	0.80
B3	950	76	64	0.84	97	81	0.83	124	104	0.83
	1000	50	41	0.82	72	64	0.88	100	81	0.81
	1050	40	34	0.85	55	44	0.8	80	66	0.82
	1100	36	31	0.86	51	45	0.88	69	60	0.86
B4	950	57	48	0.84	81	69	0.85	116	106	0.91
	1000	46	38	0.82	65	54	0.83	98	86	0.87
	1050	36	30	0.83	56	46	0.82	75	61	0.81
	1100	30	24	0.80	48	38	0.79	65	46	0.70
B5	950	63	44	0.69	83	71	0.85	119	103	0.86
	1000	43	36	0.83	70	56	0.80	101	85	0.84
	1050	38	33	0.86	54	44	0.81	75	64	0.85
	1100	27	24	0.88	42	35	0.83	62	50	0.80

Tabla 3.4 Valores de deformación pico (ϵ_p), deformación crítica (ϵ_c) y relación crítica de deformación (R_{ϵ}), para todos los aceros y condiciones de ensayo.

Steel	$\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$				$\dot{\epsilon} = 0.01s^{-1}$			$\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$		
	T, °C	ϵ_p	ϵ_c	$R_{\epsilon}, \epsilon_c/\epsilon_p$	ϵ_p	ϵ_c	$R_{\epsilon}, \epsilon_c/\epsilon_p$	ϵ_p	ϵ_c	$R_{\epsilon}, \epsilon_c/\epsilon_p$
B0	950	0.23	0.09	0.39	0.29	0.13	0.44	0.45	0.16	0.35
	1000	0.18	0.09	0.5	0.24	0.10	0.41	0.38	0.14	0.36
	1050	0.16	0.08	0.5	0.20	0.11	0.55	0.27	0.12	0.44
	1100	0.12	0.07	0.58	0.17	0.08	0.47	0.23	0.10	0.43
B1	950	0.22	0.11	0.5	0.27	0.11	0.40	0.44	0.16	0.36
	1000	0.19	0.09	0.47	0.21	0.11	0.52	0.35	0.12	0.34
	1050	0.16	0.08	0.5	0.21	0.10	0.47	0.29	0.13	0.44
	1100	0.13	0.06	0.46	0.19	0.09	0.47	0.24	0.11	0.45
B2	950	0.24	0.10	0.41	0.32	0.17	0.53	0.49	0.19	0.38
	1000	0.20	0.10	0.5	0.27	0.12	0.44	0.36	0.16	0.44
	1050	0.16	0.12	0.75	0.21	0.14	0.66	0.31	0.19	0.61
	1100	0.12	0.06	0.5	0.20	0.10	0.5	0.26	0.11	0.42
B3	950	0.22	0.11	0.5	0.32	0.13	0.40	0.49	0.16	0.32
	1000	0.15	0.07	0.46	0.23	0.14	0.60	0.34	0.13	0.38
	1050	0.12	0.06	0.5	0.18	0.08	0.44	0.29	0.13	0.44
	1100	0.12	0.06	0.5	0.16	0.09	0.56	0.21	0.12	0.57
B4	950	0.21	0.11	0.52	0.31	0.14	0.45	0.48	0.24	0.5
	1000	0.16	0.08	0.5	0.22	0.10	0.45	0.43	0.16	0.37
	1050	0.12	0.06	0.5	0.18	0.09	0.5	0.27	0.12	0.44
	1100	0.10	0.05	0.5	0.17	0.08	0.47	0.25	0.11	0.44
B5	950	0.19	0.09	0.47	0.30	0.13	0.43	0.52	0.19	0.36
	1000	0.15	0.07	0.46	0.23	0.09	0.39	0.32	0.13	0.40
	1050	0.11	0.06	0.54	0.17	0.07	0.41	0.24	0.10	0.41
	1100	0.09	0.05	0.55	0.13	0.06	0.46	0.22	0.08	0.36

Dado su comportamiento, finalmente la dependencia de la deformación crítica de la temperatura y de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) puede ser expresada para los presentes aceros como una función del parámetro de Zener-Hollomon (Z), mediante la siguiente ecuación:

$$\epsilon_c = K_{\epsilon} \cdot Z^{m_{\epsilon}} \dots \dots \dots (3.3)$$

Donde K_ε y m_ε son constantes del material. Empleando esta aproximación, las relaciones teóricas de ε_c se determinaron a partir de los datos experimentales y se ajustaron a la **ecuación (3.3)**, usando el método de los mínimos cuadrados, como se representa en la **Figura 3.22**. Como puede verse, hay una relación lineal entre ε_c y Z . El valor de ε_c tiende a incrementar en la medida que lo hace Z , es decir, cuando la velocidad de deformación incrementa y la temperatura disminuye. También puede observarse que la adición de boro tiende a disminuir la deformación crítica, particularmente a bajos valores de Z . Las ecuaciones resultantes para ε_c de cada acero estudiado se indican también en dicho gráfico.

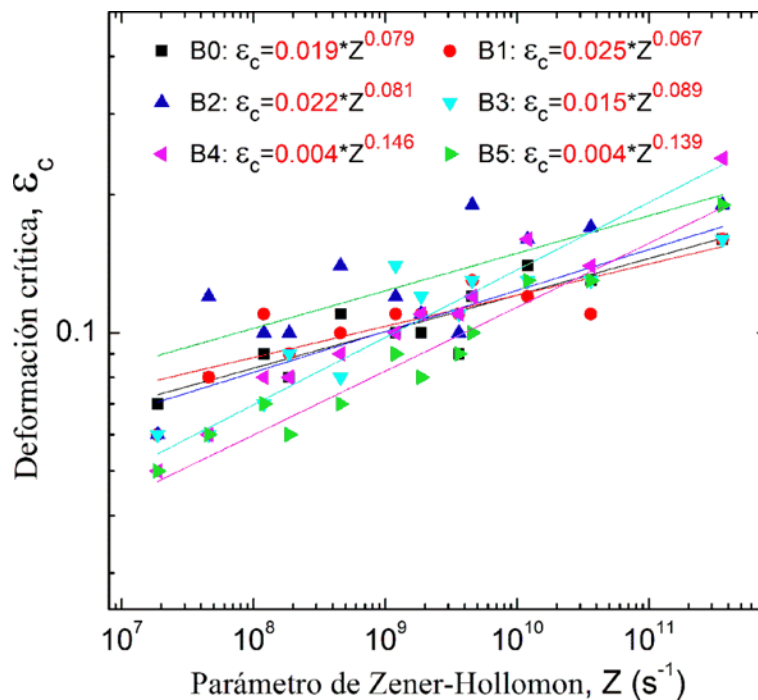


Figura 3.22 Dependencia de la deformación crítica (ε_c) para el inicio de la recristalización dinámica del parámetro de Zener-Hollomon (Z).

3.5.3 Modelado de las curvas de fluencia en caliente

Como se hizo alusión en los capítulos previos, el modelado físico de las curvas de fluencia en caliente pasa por el modelado de cada una de las tres etapas que las constituyen: a) etapa de endurecimiento y restauración dinámica (DRV), b) etapa de recristalización dinámica (DRX) y c) etapa de estado estable (σ_{SS} , ε_{SS}).

3.5.3.1 Etapa de endurecimiento y restauración dinámica (DRV)

La etapa I de las curvas de fluencia relacionada con la evolución de la densidad de dislocaciones durante el proceso de deformación, resultado del balance entre las generadas y almacenadas (endurecimiento) y su reordenación y aniquilación (restauración dinámica), se determinó según el procedimiento de análisis descrito en el apartado 2.6.2.1, basado en la determinación de los parámetros U y Ω , de endurecimiento y ablandamiento, respectivamente [207, 208]. La **Figura 3.23** muestra la dependencia de ambos términos con el parámetro de Zener-Hollomon (Z). Se observa un comportamiento similar para todos los aceros. El parámetro Ω de ablandamiento disminuye con el aumento de Z , esto es, cuando la temperatura decrece o la velocidad de deformación aumenta, los aceros muestran menos capacidad de ablandamiento. Similarmente, cuanto mayor es la velocidad de deformación y menor la temperatura, la movilidad o deslizamiento de las dislocaciones se dificulta, generándose acumulación de subestructuras, predominando el fenómeno de endurecimiento. En relación al efecto del boro, en general, los resultados revelan que las adiciones de boro juegan un mayor rol en los mecanismos de ablandamiento que en los de endurecimiento. La **Figura 3.23** revela una ligera tendencia por parte de los aceros de alto contenido de boro a presentar mayor y menor valor de Ω y U , respectivamente. Como consecuencia, este efecto deberá promover niveles de esfuerzo de fluencia menores en dichas aleaciones cuando son deformadas en caliente, tal y como fue verificado en las curvas experimentales de esfuerzo-deformación ($\sigma - \varepsilon$). Lo anterior es también evidente en las constantes de modelado, donde las variaciones más notables son observadas en el factor pre-exponencial K_{Ω} . Para los aceros A-UHSS microaleados con boro, la aleación B5 muestra el mayor valor absoluto de K_{Ω} y por ello exhibe una mayor pendiente respecto a los demás aceros, lo cual supone un mayor efecto de ablandamiento para cualquier condición de deformación, tal como se demostró anteriormente. Con respecto al acero B0 sin contenido de boro, el mayor valor de K_{Ω} puede ser resultado de su más alto porcentaje en peso de carbono (ver **Tabla 2.1**), dando a entender que cantidades crecientes del mismo pueden promover la restauración dinámica. Esto puede ser explicado, en términos de la influencia del contenido de carbono sobre la auto-difusión del hierro, debido a que grandes cantidades de carbono aumentan la velocidad de difusión en las aleaciones $\gamma - Fe$ [288]. Por lo tanto, cuando el mecanismo de deformación es controlado mediante escalada de dislocaciones (en condiciones de bajos valores de Z), el contenido de carbono acelera las velocidades de difusión, promoviendo dichos

fenómenos de ablandamiento [213]. De acuerdo con Herman *et al.* [289], K_{Ω} es la única constante dependiente de la composición química durante esta primera etapa de modelado y, en concreto, exclusivamente dependiente del contenido de C ($K_{\Omega} = 112.7(1 + 3.88\%C)$). Según esta expresión, a mayor contenido de C más se facilita la restauración dinámica. Las discrepancias de los valores aquí presentados de los parámetros de modelado correspondientes a esta primera etapa con los reportados en bibliografía para otros aceros microaleados pueden obedecer, en parte, a las diferentes energías de activación empleadas [141, 211, 212, 285].

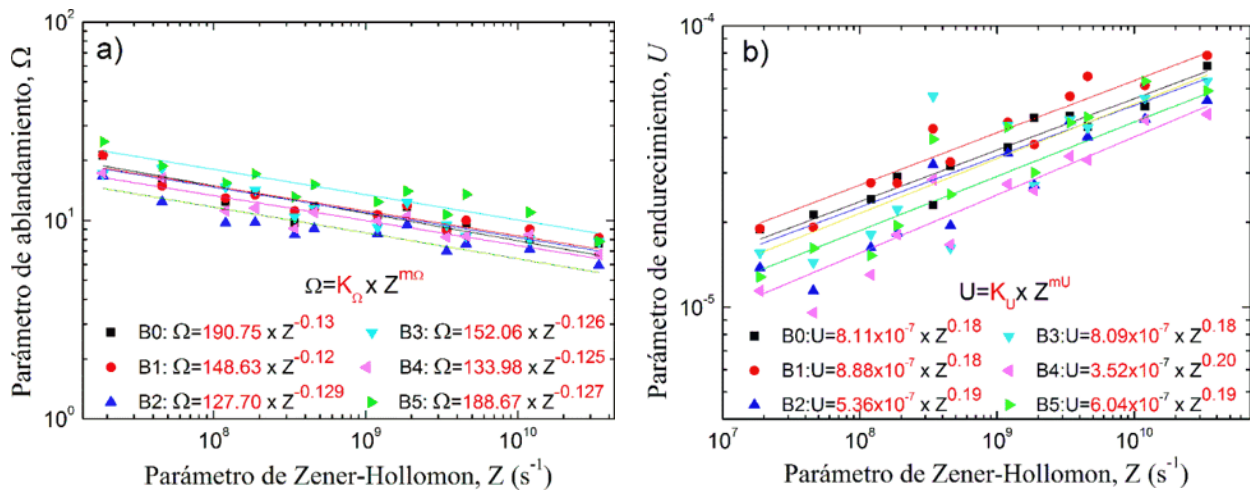


Figura 3.23 Dependencia de los parámetros de ablandamiento (Ω) y endurecimiento (U) del parámetro de Zener-Hollomon (Z).

3.5.3.2 Inicio de la recristalización dinámica

Dentro de las ecuaciones cinéticas constitutivas del comportamiento de fluencia en caliente, una de las más importantes es la de la deformación crítica del inicio de la recristalización (ϵ_c), que representa en aceros y demás aleaciones metálicas el verdadero comienzo de la recristalización dinámica. Sin embargo, como se ha venido mencionando, para simplificar los cálculos y expresiones se considera la deformación de pico (ϵ_p) como el inicio de este mecanismo de ablandamiento, mientras que la deformación de estado estable se instituye (ϵ_{ss}) como el final del mismo en las curvas de fluencia en caliente. En el presente trabajo de investigación, se recuerda que para la caracterización del inicio de la recristalización dinámica, los valores de ϵ_p experimentales fueron tomados directamente de las curvas de fluencia, correspondientes a la deformación cuando el máximo esfuerzo (σ_p) fue alcanzado. La **Figura**

3.24 muestra los valores de ε_p para los seis aceros A-UHSS estudiados, representados en un mismo gráfico sobre la base de la **ecuación (2.14)**, la cual representa la relación más común y difundida que describe la variación de la deformación de pico con las condiciones de deformación (temperatura y velocidad de deformación), pudiéndose notar un razonable ajuste. Como tendencia general, puede verse en el comportamiento de los seis aceros que en la medida que se incrementan los valores de Z , la recristalización dinámica requiere una mayor cantidad de deformación para su inicio. Por otro lado, es evidente que las adiciones de boro causan una disminución de ε_p , particularmente de valores intermedios a bajos de Z . En cuanto a las constantes de modelado de la **ecuación (2.14)**, se puede vislumbrar que el valor del exponencial m_{ε_p} afectando el parámetro Z mantiene una leve tendencia a aumentar con el incremento del contenido de boro en los aceros. Esto parece indicar que la deformación a la cual se alcanza el máximo de esfuerzo presenta una mayor dependencia de las condiciones de deformación a medida que aumenta el contenido de boro. Los valores resultantes de m_{ε_p} de los presentes aceros caen dentro de valores medios reportados en bibliografía para diversos tipos de aceros [34, 46, 48, 52, 141, 142, 211-213, 262]. Sin embargo, puede apreciarse que el efecto neto de la composición química está concentrado en la constante K_{ε_p} , de modo que ésta tiende a disminuir a medida que aumenta el contenido de boro. Variaciones de un orden de magnitud se pueden apreciar en el acero B5 con el más alto contenido de boro, las cuales pueden ser explicadas por el efecto del boro como elemento de aleación intersticial que ayuda a la movilidad de las dislocaciones y contribuye a que sea acelerado el inicio de la recristalización dinámica [52, 55-57]. Tal comportamiento de los presentes aceros es opuesto a los resultados logrados por otros autores en aceros microaleados donde el aumento del grado de aleación por lo regular aumenta el valor de la constante K_{ε_p} [142, 212, 213]. Según Cabrera y Prado [290], varios son los factores que pueden generar discrepancias entre investigadores en los valores del coeficiente y exponente de la deformación de aceros, dentro de los cuales resaltan: i) energías de activación aparente diferentes, ii) exponente de tamaño de grano arbitrariamente fijado en 0.5, iii) el método de ensayo empleado (torsión o compresión pueden producir resultados diferentes y iv) diferente dependencia con la composición química de las constantes de modelado (un elemento microaleante modifica su carácter como retardador del inicio de la recristalización dinámica si está disuelto o precipitado).

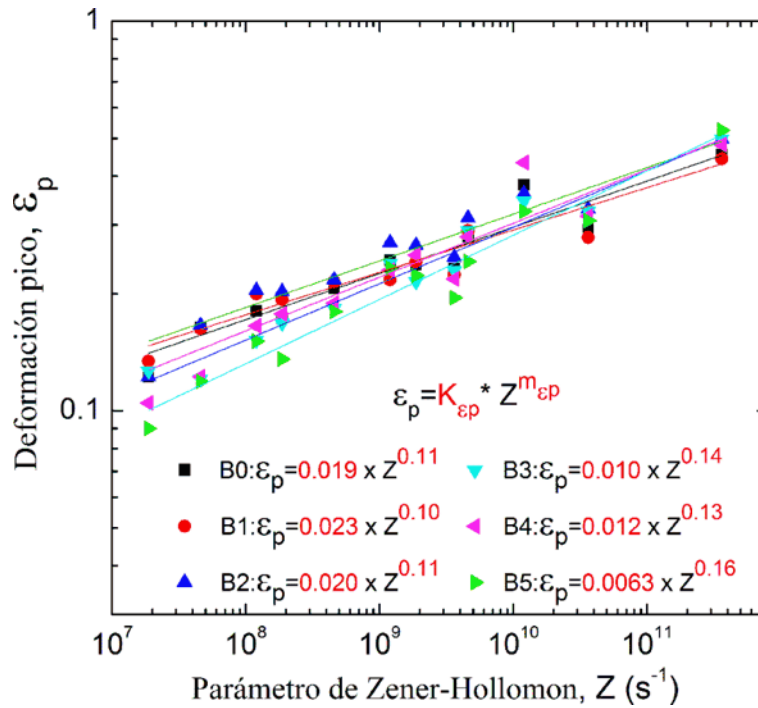


Figura 3.24 Dependencia de la deformación pico (ϵ_p) del parámetro de Zener-Hollomon (Z).

3.5.3.3 Cinética de recristalización dinámica

Como se señaló en el Capítulo preliminar, la cinética de la evolución de la recristalización dinámica puede ser predicha por el modelo KJMA o relación de Avrami (**ecuación (1.16)**) [245]. Para esta parte de la investigación, dado que el inicio de la recristalización dinámica se toma a la deformación pico (ϵ_p), el proceso de ablandamiento puede cuantificarse teniendo en cuenta la disminución en el esfuerzo de fluencia desde esfuerzo pico (σ_p) hasta el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}). La fracción recristalizada se deriva simplemente de las curvas de fluencia en caliente de la siguiente manera:

$$X = \frac{\sigma_p - \sigma}{\sigma_p - \sigma_{ss}} \dots \dots \dots (3.4)$$

Como un primer paso para la caracterización de la cinética de la recristalización dinámica, el exponente k de Avrami asociado con el mecanismo y geometría de la nucleación es calculado

mediante la medición de la pendiente en los gráficos doble logarítmicos de la fracción recristalizada, $\ln[\ln(1/(1 - X))]$, en función del tiempo, $\ln(\varepsilon - \varepsilon_p/\dot{\varepsilon})$. En la **Figura 3.25** se muestran como ejemplos los gráficos así obtenidos para el acero sin contenido de boro (B0) y el acero con 214 ppm (B5) para las diferentes temperaturas y velocidades de deformación manejadas. Puede apreciarse que dentro de la lógica variabilidad experimental los resultados se ajustan a una recta. En la **Figura 3.26** se grafica la dependencia del exponente k con el parámetro Z que involucra las condiciones de deformación. No parece observarse ninguna relación clara entre ambos, ni entre las distintas series de ensayo. Ello también es evidente en las relaciones de Avrami (**Figura 3.25**) donde se aprecia que salvo casos excepcionales todas las curvas tienen una pendiente muy similar. Aunque tradicionalmente el exponente k es considerado constante e independiente de las condiciones de ensayo [271], está claro que si hay cambios en los mecanismos de nucleación éste debería variar.

En el presente estudio, se observa que k muestra una ligera dependencia de la temperatura y velocidad de deformación (**Figura 3.26**), la cual puede expresarse mediante el siguiente ajuste empírico.

$$n = a + b \cdot \log Z \dots \dots \dots (3.5)$$

El valor promedio de 1.6 obtenido para el exponente k está en una buena concordancia con los valores de $1 \leq k \leq 2$ reportados en bibliografía para diferentes de aceros [52, 211-213, 291-294]. Por otro parte, la relación de Avrami también está basada sobre una constante de velocidad de nucleación. Bajo estas condiciones, se ha demostrado [270] que k varía entre 1 y 4 dependiendo del tipo de sitios de nucleación involucrados y si la saturación de los mismos ha sido alcanzada. Los presentes resultados ($k \approx 1$ a 2) soportan la evidencia experimental para la aparición de la nucleación en los límites de grano en aceros microaleados con boro [52]. Las características de recristalización que presentan estos materiales, se relacionan con la presencia del boro y el fenómeno de segregación de no-equilibrio de este mismo elemento que favorece la nucleación y crecimiento de granos en los límites de los ya existentes [61, 114, 123, 124].

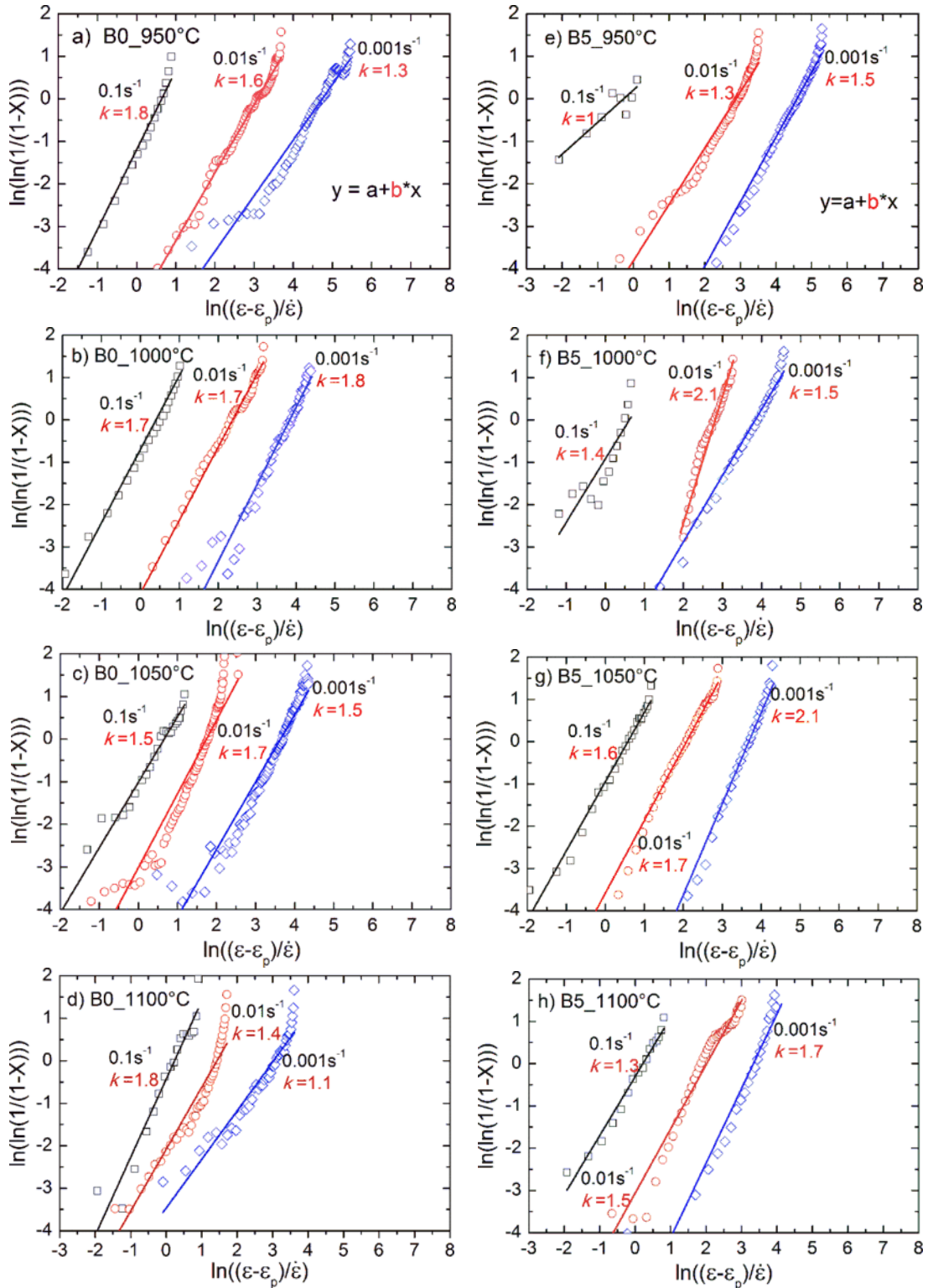


Figura 3.25 Representación doble logarítmica de la fracción volumétrica recristalizada (X) en función del tiempo $(\epsilon - \epsilon_p)/\dot{\epsilon}$ para la determinación del exponente de Avrami (k) para los aceros B0 y B5.

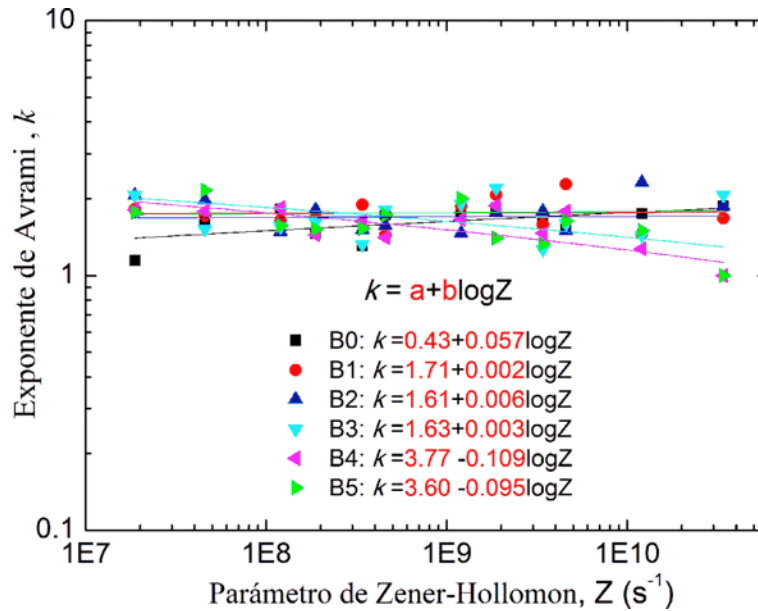


Figura 3.26 Relación entre el exponente de Avrami (k) y el parámetro de Zener-Hollomon (Z).

Finalmente, de acuerdo con la ecuación de la cinética de recristalización (**ecuación (1.17)**), una vez que el exponente de Avrami es calculado, la caracterización de la cinética de recristalización es completada mediante la determinación del tiempo para la recristalización del 50% de fracción de volumen ($t_{50\%}$). En la **Tabla 3.5** se enlistan para los seis aceros estudiados los valores de las constantes obtenidos para la determinación de $t_{50\%}$. Primeramente, se puede observar que no hay una tendencia clara en los valores del exponencial de la velocidad de deformación (m_t), éstos son muy similares para todos los casos con un valor medio de 0.78. Sin embargo, el parámetro K_t es significativamente mayor (hasta tres órdenes de magnitud) en los aceros A-UHSS microaleados con boro (aceros B1-B5), lo que hace suponer que la cinética de recristalización dinámica es más rápida en el acero libre de boro (B0). En otras palabras, esto significa que las adiciones de boro causan un retardo de la cinética de recristalización dinámica durante la deformación en caliente, que generalmente se asocia con un efecto de arrastre soluto [39]. Adicionalmente, a partir de la **Figura 3.27** se puede observar que $t_{50\%}$ aumenta con las adiciones de boro, en particular a valores medios y bajos de Z , esto es, cuando la temperatura aumenta o velocidad de deformación disminuye. Con respecto al parámetro de la energía de activación aparente para la recristalización dinámica (Q_t), debe notarse también que éste difiere de lo reportado en la literatura científica para la mayoría de aceros microaleados convencionales [211, 212, 292, 295]. Los valores aquí registrados para este tipo de aceros son notablemente más

bajos. Del mismo modo, se observa que Q_t es considerablemente más grande en el acero B0, indicando con ello que las adiciones de boro generan una aceleración en el inicio de la recristalización dinámica [52]. En conexión con esto, algunos autores han propuesto expresiones que relacionan la dependencia de Q_t con la composición química del acero [275, 296]. Entre ellas destaca la desarrollada por Medina y Hernández [275] que tiene en cuenta el efecto de los elementos microaleantes, sin embargo, la misma no considera la influencia del boro.

Tabla 3.5 Constantes derivadas para $t_{50\%}$ (ecuación (1.17)).

Acero	K_t	m_t	Q_t (J mol ⁻¹)
B0	1.42043E-5	-0.733	104619
B1	0.00157	-0.794	48700
B2	0.00339	-0.837	37548
B3	0.00145	-0.762	25964
B4	0.00104	-0.802	54649
B5	0.00747	-0.792	33329

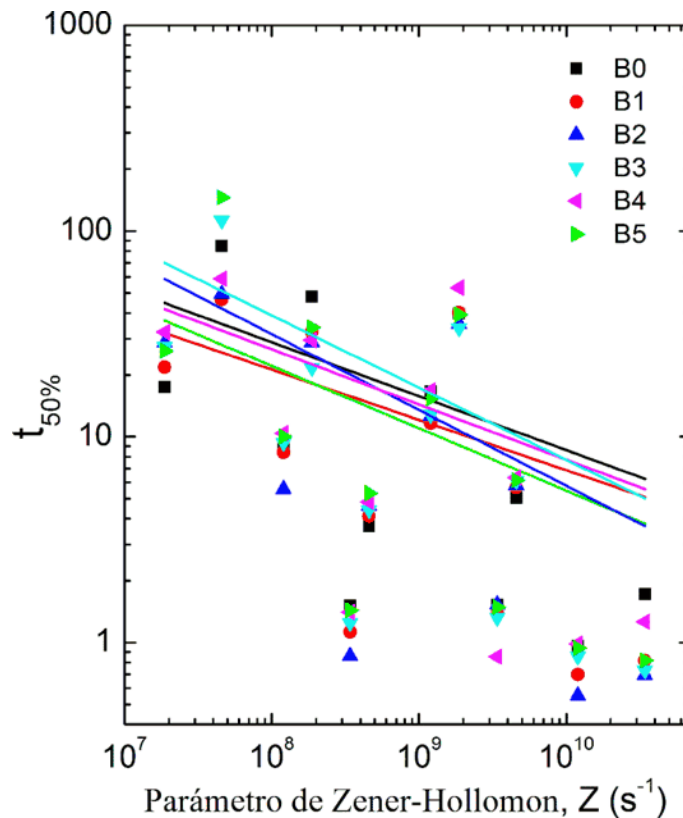


Figura 3.27 Relación entre en el tiempo para alcanzar el 50% de recristalización ($t_{50\%}$) y el parámetro de Zener-Hollomon (Z).

3.5.3.4 Parámetros de esfuerzo pico y esfuerzo de estado estable

En la **Figura 3.28** se muestran graficados los ajustes de los datos experimentales del esfuerzo pico (σ_p) y esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) para cada acero y condición de deformación, sobre la base de las **ecuaciones 2.19** y **2.20**. Tal como se denotó anteriormente, los aceros muestran una disminución de los valores de σ_p y σ_{ss} por los contenidos de boro, marcada a partir de 82 ppm (acero B3), prácticamente para todos los rangos de temperatura y velocidades de deformación analizados. Respecto a las constantes de modelado, en términos generales, tanto para σ_p como σ_{ss} , el efecto del boro se manifiesta en una tendencia creciente de la constante A y una decreciente de α . Estos resultados indican que ambos parámetros de esfuerzo están fuertemente influenciados por las adiciones de boro al acero. Así mismo, el buen ajuste de los datos experimentales a las **ecuaciones (2.19)** y **(2.20)**, apoya la hipótesis de la ausencia de precipitación durante la compresión en caliente y el correcto uso del exponente de *creep* que fue constante e igual a 5. Al igual que para el cálculo de Q_t , en bibliografía existen relaciones empíricas para la determinación directa de las constantes A y α en función de la composición química del acero, pero de nuevo éstas no consideran el efecto del boro [180].

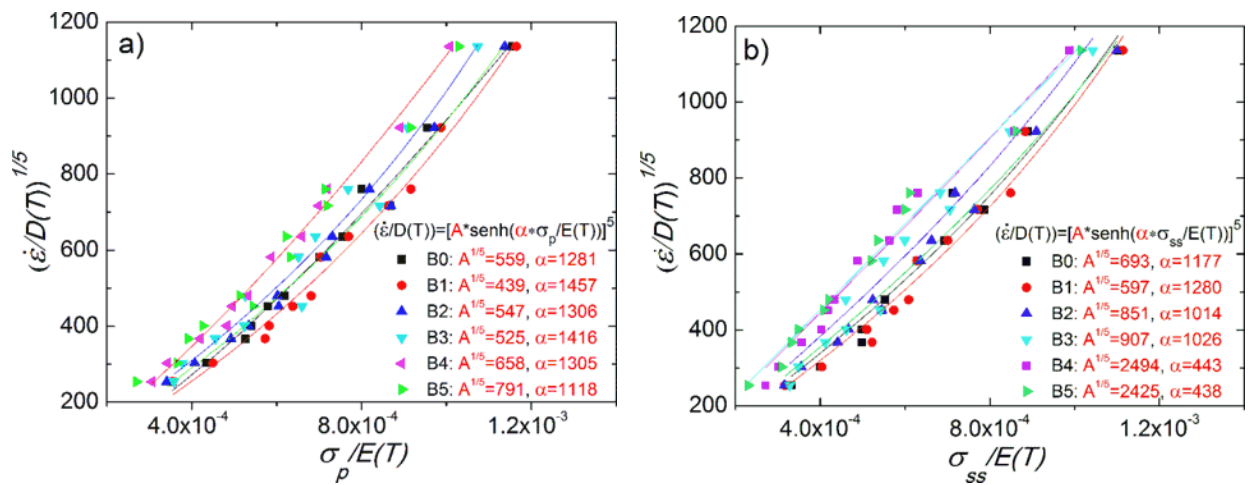


Figura 3.28 Ajuste de los valores de esfuerzo pico (σ_p) y esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) a las **ecuaciones (2.19)** y **(2.20)**, respectivamente.

3.5.3.5 Curvas de fluencia experimentales vs curvas teóricas

Finalmente, a modo de resumen en la **Tabla 3.6** se presentan todos los valores de los parámetros característicos de las ecuaciones constitutivas obtenidas para cada acero. A continuación, en las **Figuras 3.29, 3.30 y 3.31** se presentan las curvas de fluencia en caliente experimentales (líneas solidas) versus las curvas predichas a partir de la integración de los distintos modelos (símbolos). En general, se puede observar una excelente concordancia entre los datos experimentales y los teóricos para cada una de las condiciones de deformación. Desviaciones no superiores al 10% fueron observadas en los casos mas críticos. Estas desviaciones deben tomarse como insignificantes tomando en cuenta que las variaciones en la velocidades de deformación fueron del orden de una magnitud y 50 °C en la temperatura, además de que no se valoró el error experimental. Por lo anterior, se corrobora que el modelo llamado “aproximación de una variable” predice con suficiente exactitud el comportamiento en caliente de aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) microaleados con boro en el rango austenítico.

Tabla 3.6 Resumen de los parámetros constitutivos utilizados en la predicción de las curvas de fluencia en caliente para los seis aceros A-UHSS estudiados.

Etapa de modelado	Parámetro de modelado	Aceros					
		B0	B1	B2	B3	B4	B5
I. Ablandamiento (Ω): $\Omega = k_{\Omega} * Z^{m_{\Omega}}$	k_{Ω}	190.75	148.63	127.70	152.06	133.98	188.67
	m_{Ω}	-0.138	-0.124	-0.129	-0.126	-0.125	-0.127
II. Endurecimiento: $U(\alpha'b)^2 = k_U * Z^{m_U}$	k_U	8.11x10 ⁻⁷	8.88x10 ⁻⁷	5.36x10 ⁻⁷	8.09x10 ⁻⁷	3.52x10 ⁻⁷	6.04x10 ⁻⁷
	m_U	0.18	0.18	0.19	0.18	0.20	0.19
III. Deformación pico (ε_p): $\varepsilon_p = k_{\varepsilon p} * Z^{m_{\varepsilon p}}$	$k_{\varepsilon p}$	0.019	0.023	0.020	0.010	0.012	0.0063
	$m_{\varepsilon p}$	0.11	0.10	0.11	0.14	0.13	0.16
IV. Exponente de Avrami (DRX): $n = A + B * \log Z$	A_{Avrami}	0.432	1.712	1.618	1.631	3.770	3.607
	B_{Avrami}	0.057	0.002	0.006	0.003	-0.109	-0.095
V. Tiempo para 50% de DRX: $t_{50\%} = k_{50\%} * \varepsilon^{m_{t50\%}} * \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right)$	$k_{t50\%}$	1.4204E-5	0.00157	0.00339	0.01458	0.00104	0.00747
	$m_{t50\%}$	-0.733	-0.794	-0.837	-0.762	-0.802	-0.792
	Q_t	104619.65	48700.51	37548.18	25964.10	54649.37	33329.78
VI. Esfuerzo pico y de estado estable $\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)}\right)^{\frac{1}{5}} = A_{\sigma p} \sinh * \alpha_{\sigma p} \left(\frac{\sigma p}{E(T)}\right)$ $\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)}\right)^{\frac{1}{5}} = A_{\sigma ss} \sinh * \alpha_{\sigma ss} \left(\frac{\sigma ss}{E(T)}\right)$	$A_{\sigma p}$	559.652	439.235	547.814	525.070	658.004	791.066
	$\alpha_{\sigma p}$	1281.825	1457.984	1306.430	1416.383	1305.942	1118.712
	$A_{\sigma ss}$	693.328	597.700	851.434	907.501	2494.331	2425.988
	$\alpha_{\sigma ss}$	1177.690	1280.546	1014.615	1026.419	443.710	438.389

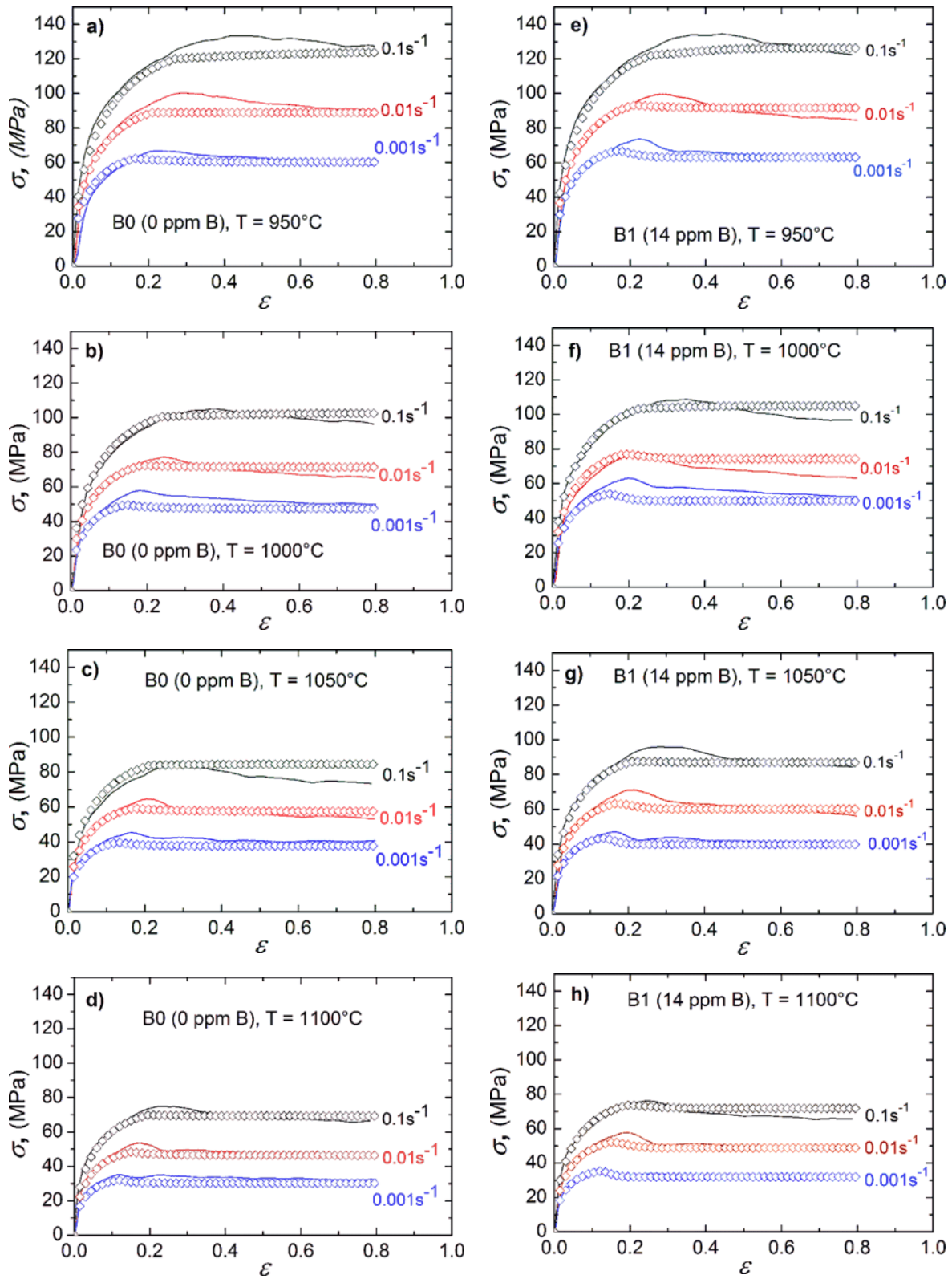


Figura 3.29 Comparación entre las curvas de fluencia experimentales (líneas sólidas) y las teóricas (símbolos) de los aceros B0 y B1.

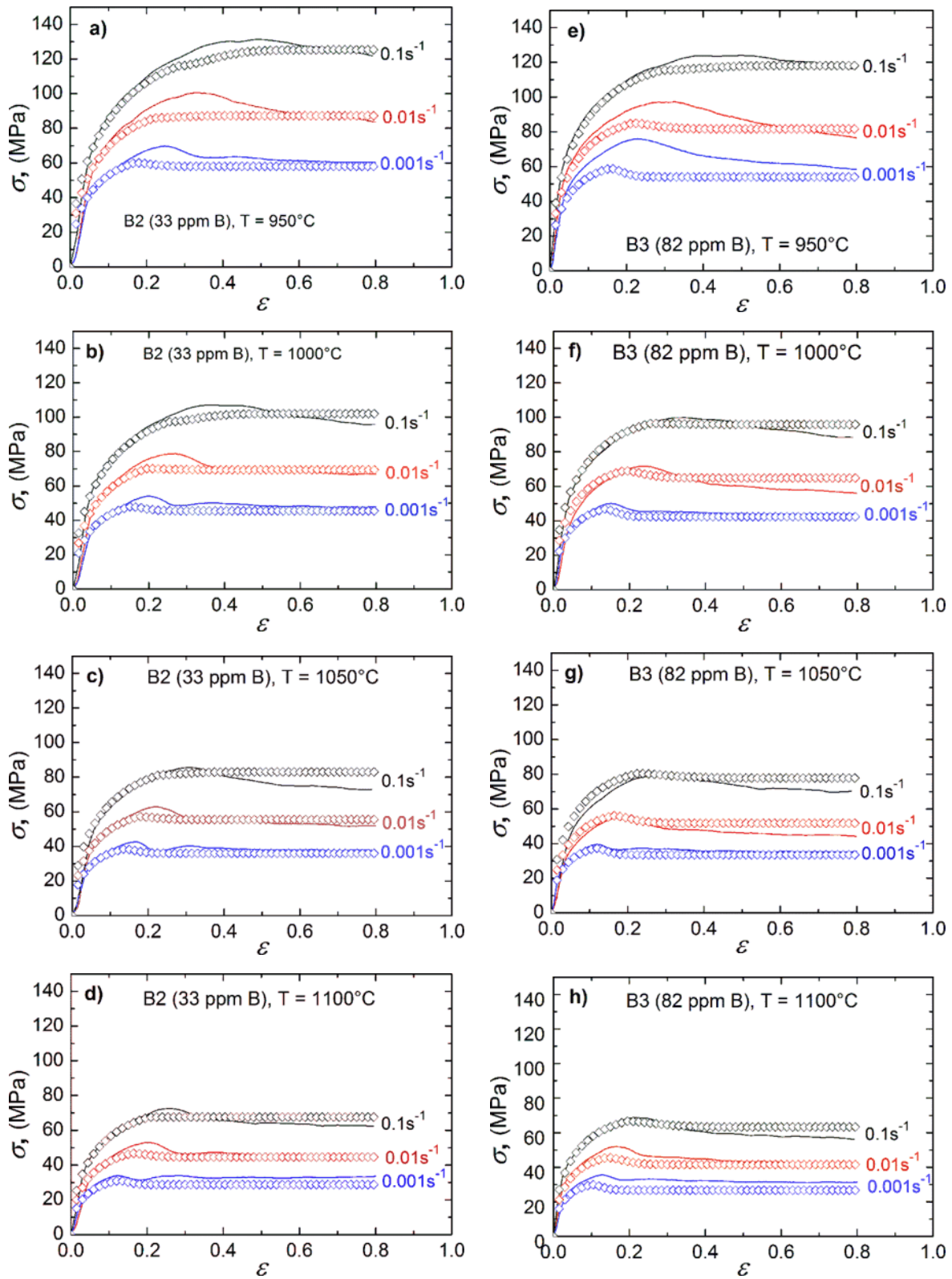


Figura 3.30 Comparación entre las curvas de fluencia experimentales (líneas sólidas) y las teóricas (símbolos) de los aceros B2 y B3.

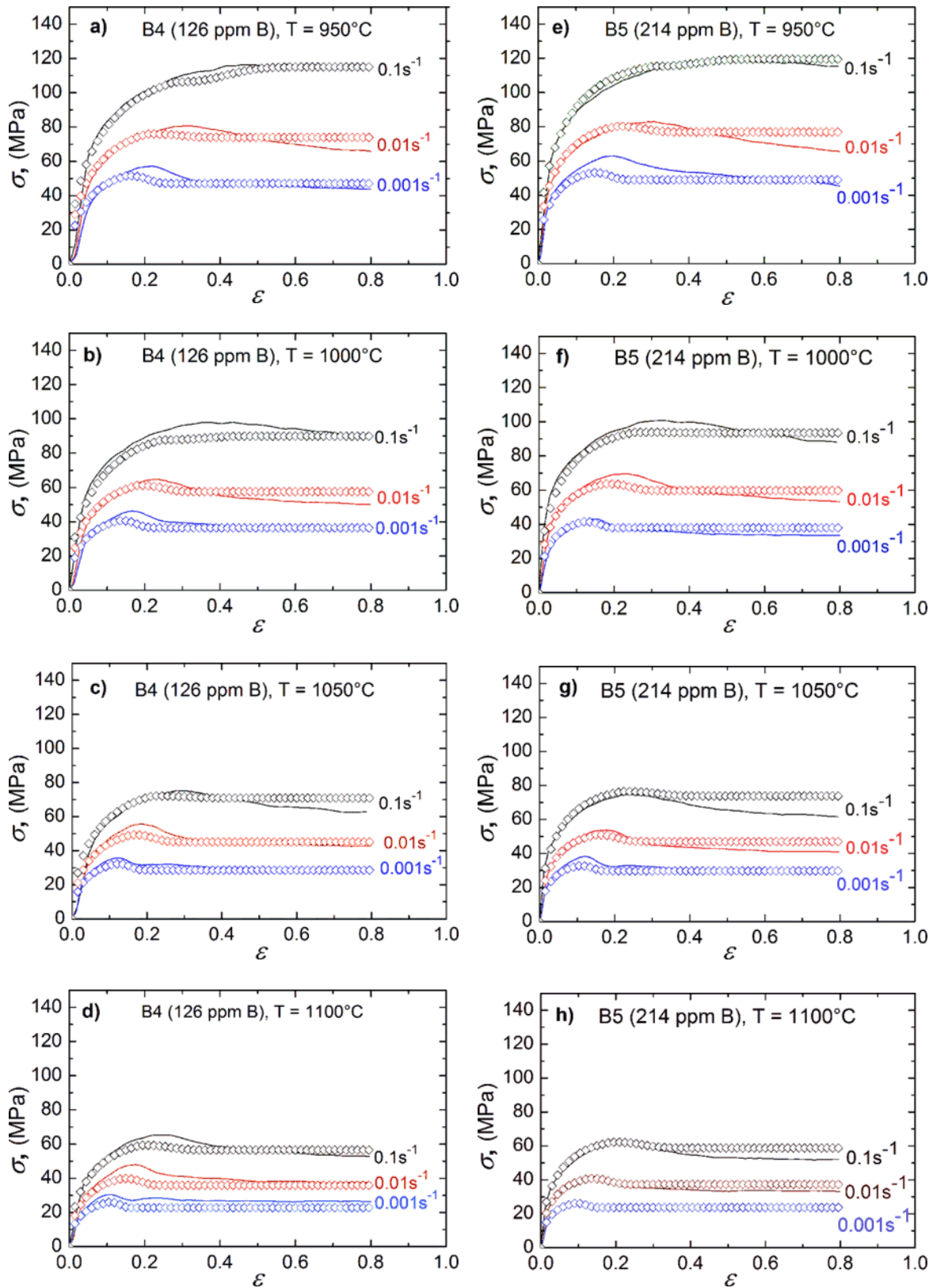


Figura 3.31 Comparación entre las curvas de fluencia experimentales (líneas sólidas) y las teóricas (símbolos) de los aceros B4 y B5.

3.6 Resultados de los ensayos de relajación de esfuerzos

3.6.1 Curvas de relajación de esfuerzos

Como se explicó en la metodología experimental, con la finalidad de estudiar la influencia del boro en los aceros sobre la cinética de precipitación inducida por deformación y su interacción con la recristalización estática, se empleó la técnica de relajación de esfuerzos desarrollada por Liu y Jonas [297]. En la **Figura 3.32** se muestran las curvas resultantes correspondientes para cada acero. En general, el comportamiento de éstas es muy similar para todos los aceros, pudiendo dividirse en tres zonas claramente diferenciadas [62]. En la primera, la curva σ vs $\log(\text{tiempo})$ es lineal y presenta una pendiente negativa que corresponde al ablandamiento del material por recristalización, la segunda región corresponde a una meseta o “plateau” de esfuerzo asociada con la aparición de la precipitación que frena momentáneamente el proceso de recristalización y finalmente, el intervalo entre el tiempo final de precipitación con la continuidad del ablandamiento donde la meseta desaparece y la curva de relajación recupera su tendencia de ablandamiento lineal decreciente hasta que finaliza el ensayo. La buena definición de la zona del “plateau” permite la detección de los tiempos de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación dados por los puntos de inicio y final de los “plateaus” y, consecuentemente, trazar los diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT). A nivel industrial, es bien sabido que si dicha inhibición provisional de la recristalización se aprovecha en la laminación o en cualquier otro proceso de conformación en caliente, podría obtenerse una austenita muy deformada y, en consecuencia, una ferrita muy fina después de la transformación $\gamma \rightarrow \alpha$ [298]. Por otro lado, aunque las características generales de las presentes curvas de relajación son parecidas para los seis aceros estudiados, las posiciones de las mesetas sobre las mismas son ligeramente diferentes. Como se visualiza en tales gráficos, la meseta de esfuerzo es menos marcada en la medida que se incrementa la temperatura de prueba, llegando al grado que a partir de 1000 °C los puntos P_s y P_f no pueden ser detectados con claridad, lo cual obedece a que la fracción volumétrica de precipitados formados durante la relajación disminuye cuando la temperatura es incrementada [193]. Además, se puede observar que los valores de esfuerzo iniciales para la deformación disminuyen ligeramente con las adiciones de boro, particularmente a partir de 800 °C en adelante, indicando que el boro en solución produce un efecto de ablandamiento, tal como ya fue destacado [47]. Finalmente, es también de interés observar que, para algunos casos, la tendencia de las curvas de relajación de esfuerzos no es del todo clara, lo cual podría ser debido a la

correspondencia de pruebas con temperaturas de transformación de fase de los aceros [193], dificultando de nuevo la detección de los puntos P_s y P_f . En la **Tabla 3.7** se compilan todos los tiempos P_s y P_f deducidos a partir de los gráficos de la **Figura 3.32**.

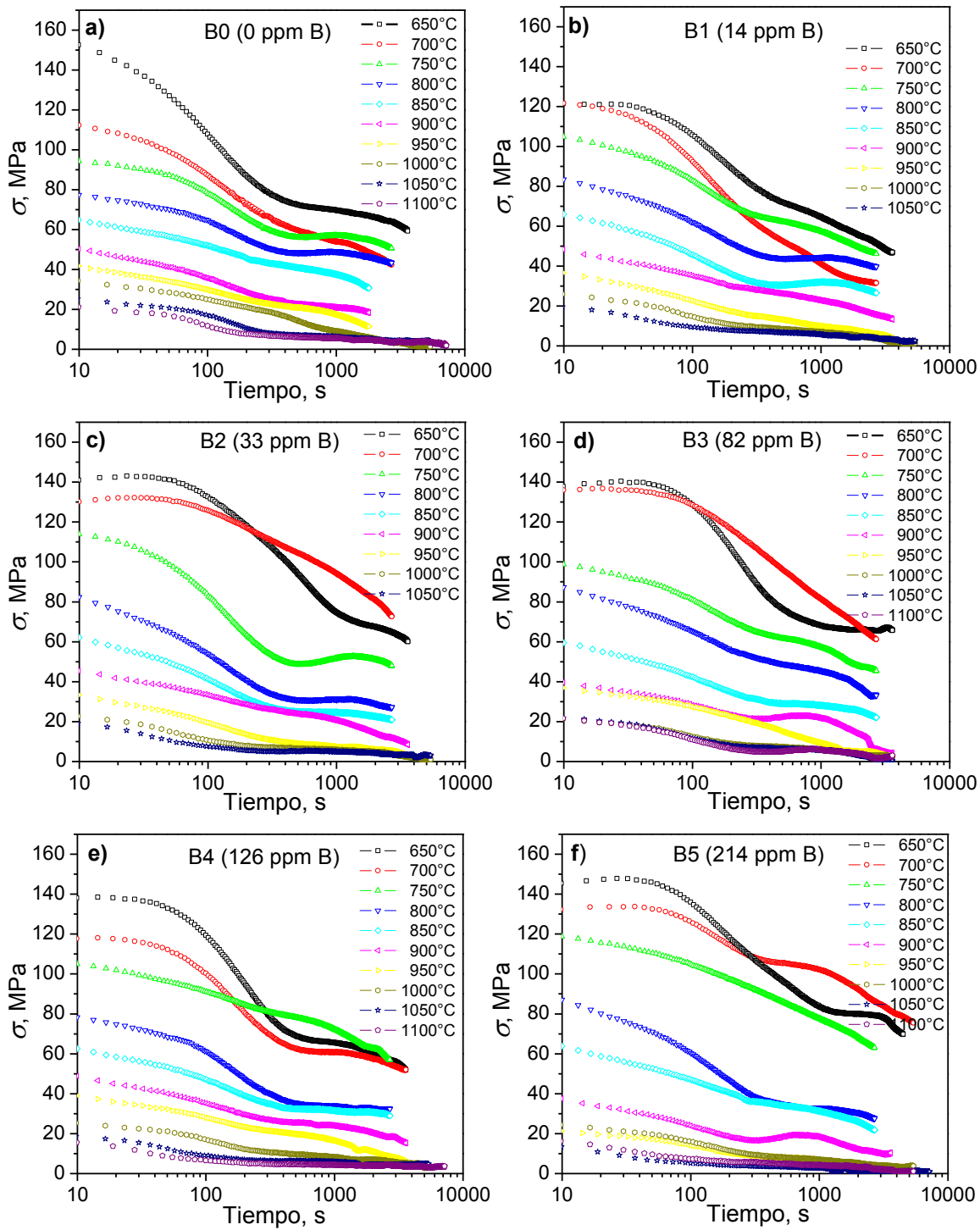


Figura 3.32 Curvas de relajación de esfuerzos para cada acero A-UHSS estudiado.

Tabla 3.7 Tiempos experimentales de inicio (P_s) y final (P_f) de precipitación.

ACERO	Temperatura (°C)	P_s (s)	P_f (s)
B0 (0 ppm B)	650	490	1840
	700	420	1335
	750	385	1200
	800	300	1052
	850	210	1000
	900	380	1390
	950	395	1419
	1000	690	1660
	1050	-	-
	1100	-	-
B1 (14 ppm B)	650	465	1429
	700	413	1049
	750	345	977
	800	271	1140
	850	233	1011
	900	189	821
	950	281	1258
	1000	319	1688
	1050	-	-
	1100	-	-
B2 (33 ppm B)	650	848	2572
	700	430	1809
	750	324	1524
	800	275	1419
	850	251	1241
	900	247	1204
	950	356	1440
	1000	577	2343
	1050	-	-
	1100	-	-
B3 (82 ppm B)	650	-	-
	700	-	-
	750	299	1188
	800	262	1075
	850	267	1134
	900	238	978
	950	238	1386
	1000	760	1643
	1050	-	-
	1100	-	-
B4 (126 ppm B)	650	514	1514
	700	503	1706
	750	-	-
	800	299	1127
	850	302	1134
	900	254	943
	950	225	617
	1000	447	1016
	1050	-	-
	1100	-	-
B5 (214 ppm B)	650	828	1337
	700	314	1093
	750	-	-
	800	279	1182
	850	240	877
	900	219	630
	950	157	779
	1000	298	1463
	1050	-	-
	1100	-	-

Los valores de P_s y P_f omitidos en la **Tabla 3.7** corresponden a las condiciones experimentales donde la meseta de precipitación no se definió claramente en las curvas de relajación de esfuerzos, debido a las razones ya explicadas.

3.6.2 Diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT)

En la **Figura 3.33** se encuentran representados para cada acero, los tiempos experimentales de inicio y final de precipitación P_s y P_f en forma de diagramas semi-logarítmicos Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT). Como se puede apreciar, estas curvas de precipitación tienden a adoptar la forma clásica de “C” reportada en la literatura científica para la mayoría de aceros microaleados [64-67, 74, 191-195, 200, 298-300]. Como es conocido, este comportamiento de precipitación es el resultado de la competencia entre dos fenómenos [74]: (i) la sobresaturación y (ii) la difusividad de los elementos precipitantes (microaleantes). A bajas temperaturas, la sobresaturación es alta pero la difusión de los átomos involucrados es difícil. A altas temperaturas (próximas a la temperaturas de disolución completa), la sobresaturación es muy baja, pero debido a la alta temperatura la difusividad es alta. En estos dos casos extremos la cinética de precipitación es lenta, y queda claro que bajo condiciones de un determinado tiempo y una determinada temperatura, la velocidad de precipitación es máxima.

Los diagramas PTT aportan una gran información de la que podemos destacar la temperatura y el tiempo mínimo de incubación de los precipitados, dado por la nariz de la curva de comienzo de la precipitación (P_s). Se observa que para el acero B0 sin contenido de boro este punto característico se encuentra aproximadamente a una temperatura de 850 °C y un tiempo de 210 s (**Figura 3.33a**). Similarmente, la curva de final de precipitación (línea negra) revela que el tiempo mínimo de final de precipitación se encuentra a 850 °C ($P_f = 1052$ s). Aquí cabe señalar que en los diagramas PTT, los puntos de P_f no necesariamente indican el final de la precipitación. También puede ser que éstos hayan crecido de tal manera que ya no interactúan con la recristalización. Es conocido que la fuerza de anclaje de las partículas decrece con el tiempo en la recristalización de la austenita, puesto que el tamaño promedio de estas se incrementa por procesos de difusión hasta un tamaño que son incapaces de frenar el ablandamiento [298]. Según Medina [209], el engrosamiento de los precipitados se produce

primero por nucleación heterogénea de los precipitados y una vez que finaliza la precipitación el engrosamiento se producirá por el proceso de maduración de Ostwald.

Las predicciones termodinámicas de equilibrio de fases de *FactSage* correspondientes al acero B0 (**Figura 3.4a**) muestran que las partículas que estarían precipitando son V(C,N) desde los 1100 °C, y AlN a partir de 700 °C. Sin embargo, dado que los VN tienen la más baja solubilidad de los precipitados de vanadio, se supone que éstos son los principales precipitados que se forman [300]. A las temperaturas de 1050 y 1100 °C, los puntos P_s y P_f no pudieron detectarse con claridad sobre las curvas de relajación de esfuerzos y, por tal motivo, son representados en líneas discontinuas sobre las curvas de precipitación, guardando la tendencia antecesora. Como se puntualizó anteriormente, la temperatura tiene un efecto marcado sobre la cinética de precipitación inducida por deformación. A 1050 y 1100 °C la mayoría de elementos aleantes y microaleantes en la composición química de los aceros deben estar disueltos y, por ende, presentar una energía muy pequeña para nuclear, sumado a la elevada fuerza y alta velocidad de recristalización, trae consigo que los precipitados se formen a tiempos relativamente largos [299]. De igual forma, a estas altas temperaturas la fuerza motriz para la precipitación es baja con una reducida velocidad de nucleación, producto de la baja sobresaturación de los elementos, requiriéndose otra vez tiempos más largos para que ocurra la precipitación de los carbonitruros [74]. Por otro lado, a altas temperaturas (próximas a la temperaturas de solubilidad de los precipitados), el tamaño de las partículas precipitadas y/o las menores fracciones volumétricas o densidades de precipitación pueden ser insuficientes como para inhibir la recristalización. Por todo esto, las mesetas de precipitación pueden ser menos claras y estables como las obtenidas a 1050 y 1100 °C, dificultando la detección de los tiempos de comienzo y final de la precipitación. Por otra parte, en cuanto a los aceros A-UHSS microaleados con boro (**Figuras 3.33b-f**), se puede apreciar que la presencia de boro incrementa la temperatura a la que la precipitación se produce en el tiempo mínimo, es decir, la temperatura de P_s . Para los aceros con 14, 33 y 82 ppm de boro, P_s corresponde a la temperatura de 900 °C, mientras que para los aceros con 186 y 214 ppm, ésta se encuentra situada a 950 °C. A diferencia del acero libre de boro, de acuerdo con las predicciones de *FactSage*, las principales partículas que podrían precipitar, interactuar y retrasar la recristalización estática en estos aceros se corresponden también con V(C,N) pero a mayores temperaturas, B(C,N) (carbonitruros de boro), boruros tales

como Fe_2B y en menor medida carburos complejos de Cr, Fe y Mn. El aumento de la temperatura de P_s debido a las adiciones de boro podría estar relacionado con la diferencia en la fuerza motriz química para la precipitación. Mayores concentraciones de elementos formadores de precipitados producen una mayor fuerza motriz o precipitadora, resultando en un incremento de la temperatura de precipitación máxima y en un aceleramiento de la cinética de precipitación [301]. A esta misma explicación han llegado varios autores tales como Djahazi *et al.* [193] en aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA) con variaciones de Ti, Nb y B, Zhou *et al.* [199] en aceros bainíticos de bajo carbono tratados con B y distintas adiciones de Cu, y Yan *et al.* [200] en aceros Mn-Nb-B con diferentes contenidos de C y B. Otras explicaciones de las variaciones en la temperatura de la nariz de las curvas de precipitación de los aceros tienen su fundamento teórico en la naturaleza química de los elementos microaleantes presentes en el acero. Así, por ejemplo, la presencia de Ti contribuye a un desplazamiento descendente de la temperatura de P_s , lo cual es imputado a partículas no disueltas tales como TiN que pueden actuar como sitios de nucleación para la precipitación de Ti(C,N) o Nb(C,N) [193]. Mismo efecto de reducción ha sido reportado para el Mo en aceros microaleados al Nb [299, 301]. Otros autores más [299, 300] refieren que la temperatura de P_s depende principalmente del contenido del C y N, siendo mayor en la medida que se incrementa la concentración de estos elementos. En base a esta conclusión, se esperaría una mayor temperatura de P_s en el acero sin boro, puesto que este contiene el mayor % en peso de carbono (ver **Tabla 2.1**). Sin embargo, estos resultados no se presentan en los aceros bajo estudio, lo cual podría ser debido a que las diferencias son mínimas e insuficientes o a que pondera el efecto contrario del boro. Adicionalmente, el análisis de los diagramas PTT revela que la presencia del boro en los aceros tiende a disminuir ligeramente los tiempos de comienzo de precipitación P_s (ver **Tabla 3.7**), efecto que se hace sistemático a partir del acero B2 con 33 ppm de boro. El tiempo mínimo de incubación de la precipitación P_s se reduce gradualmente de 247 a 157 s. Estos resultados indican que el boro tiende también a acelerar la cinética de precipitación inducida por deformación. La explicación principal a este comportamiento puede estar sustentada por el mayor contenido de microaleante en la matriz, que representa un incremento de sobresaturación del elemento aleante, precipitados más estables y un elevado número de núcleos potenciales para la precipitación. Todo ello contribuye a que sea más rápida la nucleación de los precipitados y, por tanto, una mayor fuerza motriz para la precipitación [300]. De acuerdo con Wang y He [95], los átomos de boro pueden segregarse hacia

las dislocaciones y los límites de grano durante la deformación en caliente del acero, disminuyendo la energía interfacial entre las partículas precipitadas y la matriz y, de este modo, la energía de nucleación es reducida y la nucleación de los precipitados es acelerada. Algunos autores [73, 74] refieren que la adición individual de boro a aceros C-Mn no retarda la recrystalización de la austenita. Sin embargo, la adición combinada con otros elementos tales como el Nb o Cu acelera la precipitación inducida por deformación de carbonitruros y conduce a grandes retardos de la recrystalización estática de la austenita, indicando la existencia de un sinergismo entre estos elementos y los átomos de B [75, 76]. Estos resultados son explicados en términos de la teoría clásica de la nucleación, sobre la base de la cual se demuestra que la aceleración de la cinética de nucleación de la precipitación puede ser atribuida a la segregación del boro y de complejos boro-vacancias (segregación de no equilibrio) hacia dislocaciones y límites de grano, tanto como a un incremento en el coeficiente de difusión del Nb con la presencia de boro y a un aumento en la densidad de átomos intersticiales, de modo que la fuerza motriz de nucleación es incrementada y el instante en que inicia la precipitación disminuido. Por otro lado, el tiempo relativamente bajo de inicio de precipitación en el acero sin contenido de boro ($P_f = 1052$ s) debe ser causa de su mayor porcentaje en carbono. Se ha verificado en algunos estudios [302, 303] que mientras mayor es el contenido de C y N se produce una precipitación en un menor tiempo, debido a una elevada sobresaturación en la solución sólida de estos átomos intersticiales. Finalmente, vale la pena señalar que a bajas temperaturas de ensayos de relajación de tensiones, para algunos casos parece haber un ligero aceleramiento de la cinética de precipitación, imposibilitando que se alcance claramente la forma “C” característica de las curvas de precipitación. Este comportamiento puede ser resultado de estar en rango ferrítico, donde al haber menos solubilidad la cinética tiende a adelantarse.

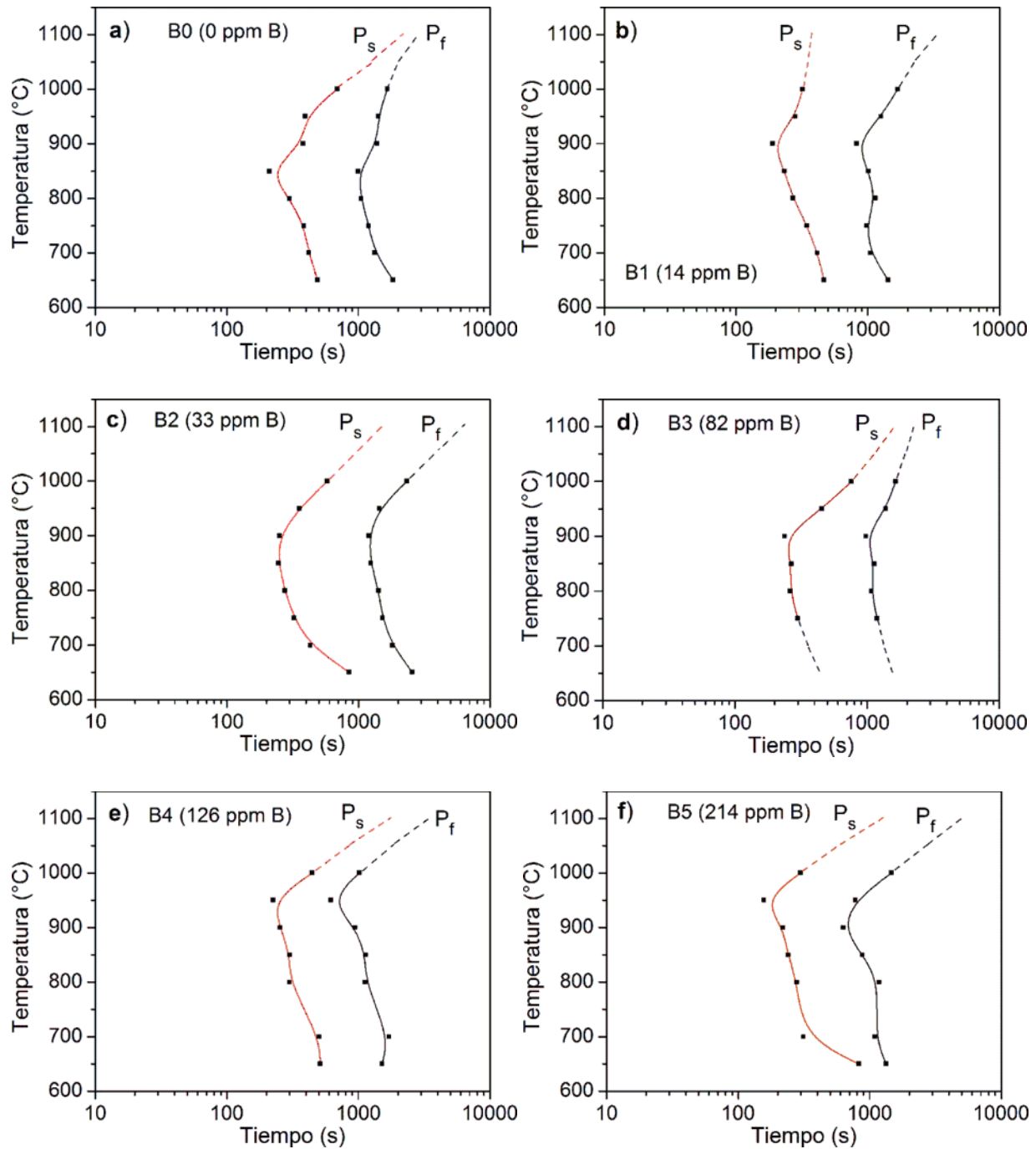


Figura 3.33 Diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT), representando los tiempos mínimos de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación para cada acero estudiado.

3.6.3 Análisis de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Como se mencionó, para el estudio de la evolución de la precipitación se efectuaron ensayos complementarios de relajación de esfuerzos interrumpidos. El análisis de la naturaleza, tamaño, morfología y distribución de las partículas precipitadas se llevó a cabo por microscopía electrónica de transmisión (TEM), empleando la técnica de extracción de precipitados por réplica de carbono. En la **Figura 3.34** se muestran los diagramas PTT obtenidos para los aceros B0 y B5, resaltando la temperatura y los tiempos a los cuales se llevaron a cabo los temple de las probetas en dichos ensayos para seguir el progreso de la precipitación.

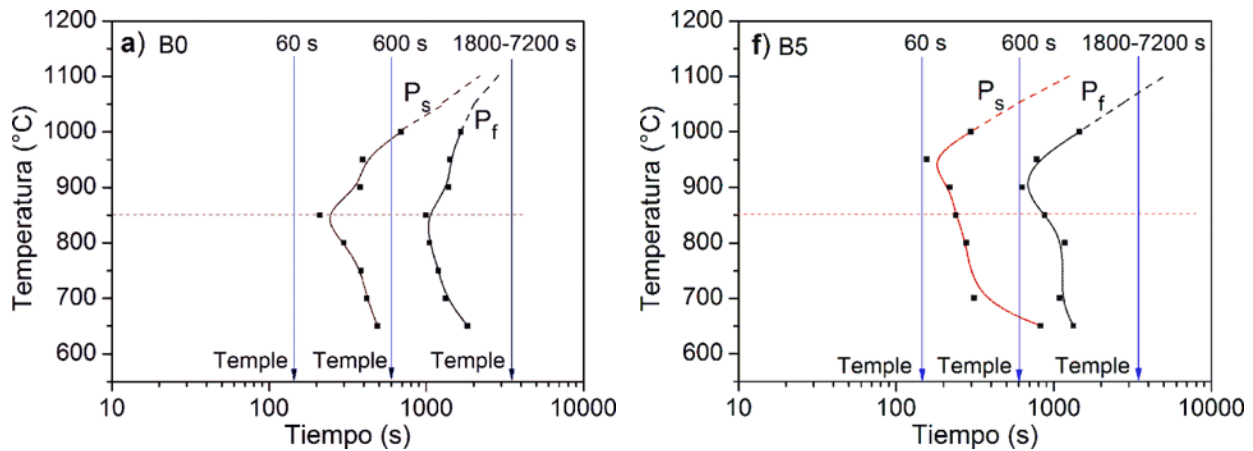


Figura 3.34 Diagramas PTT de los aceros B0 y B5, mostrando las temperaturas y los tiempos de relajación de esfuerzos interrumpidos.

En la **Figura 3.35** se muestran algunos de los resultados de TEM obtenidos para la condición de temperatura de 850 °C y tiempos de relajación de esfuerzos de 60, 600 y 1800 s para la aleación libre de boro (B0). Es evidente a partir de la microestructura de la **Figura 3.35a** que para tiempos de relajación de 60 s, prácticamente no existe precipitación inducida por deformación plástica de la austenita. Sin embargo, a tiempos más largos (600 s) se observa la presencia de una gran cantidad de partículas precipitadas de morfología y tamaño homogéneo, distribuidas aleatoriamente en la microestructura del acero (**Figura 3.35b**), resultado que corrobora el comportamiento de las curvas de relajación, esto es, la formación de una meseta de esfuerzo producto de la precipitación inducida. Para el caso de la probeta ensayada a 1800 s, los resultados revelaron una menor cantidad de precipitados y de mayor tamaño, consecuencia de su

tendencia a coalescer o crecer con el tiempo de relajación. Como se muestra en la **Figura 3.35**, los diámetros de las partículas son ligeramente más grandes en la muestra templada después de 1800 s que después de 600 s. Mediciones detalladas del tamaño de partículas [74] han demostrado que, durante el intervalo de tiempo correspondiente a $P_s - P_f$, la tasa de crecimiento de los precipitados sigue una ley aproximadamente parabólica, es decir, los resultados pueden ser interpretados en términos de la teoría de Zener para la difusión-crecimiento controlado de precipitados, la cual se basa en el establecimiento de un balance entre la fuerza motriz para el crecimiento de grano austenítico, que procede de la disminución de la superficie de límite de grano por unidad de volumen, y la fuerza de anclaje ejercida por los precipitados presentes en la matriz austenítica [304]. Por lo tanto, el tamaño de las partículas y su distribución, determinarán si éstas inducen a la nucleación o si al contrario pueden llegar a inhibir la migración de los límites de grano por anclaje de los mismos. En este contexto, Wei [305] explica que la estimulación de la nucleación por las partículas ocurre cuando los precipitados son de gran tamaño (entre 100-300 nm), mientras que el anclaje de los límites de grano (conocido como el efecto Zener) es un efecto de precipitados pequeños del orden de 5 a 20 nm. Aunque Park *et al.* [302] refieren que precipitados menores a 50 nm dan como resultado que se inhiba la recristalización estática, resultando una recristalización retardada y una cinética de ablandamiento más lenta. En la **Figura 3.35b** se puede observar que para este caso las partículas alcanzadas en el rango de tiempo donde se encuentra la meseta de precipitación son en general de geometría esferoidal y/o cúbica y tamaño mayor que 100 nm. Mientras que si transcurre un tiempo superior al de la meseta de precipitación inducida por deformación, por ejemplo 1800 s, los tamaños de las partículas precipitadas alcanzan valores de hasta 300 nm. En teoría, los tamaños de precipitados más grandes observados aquí que inhiben o retardan momentáneamente la cinética de recristalización estática, obedecen a que el tiempo de análisis de 600s de relajación de esfuerzos está situado por encima de la mitad del rango de precipitación, donde a priori ya ha habido un importante progreso de la misma.

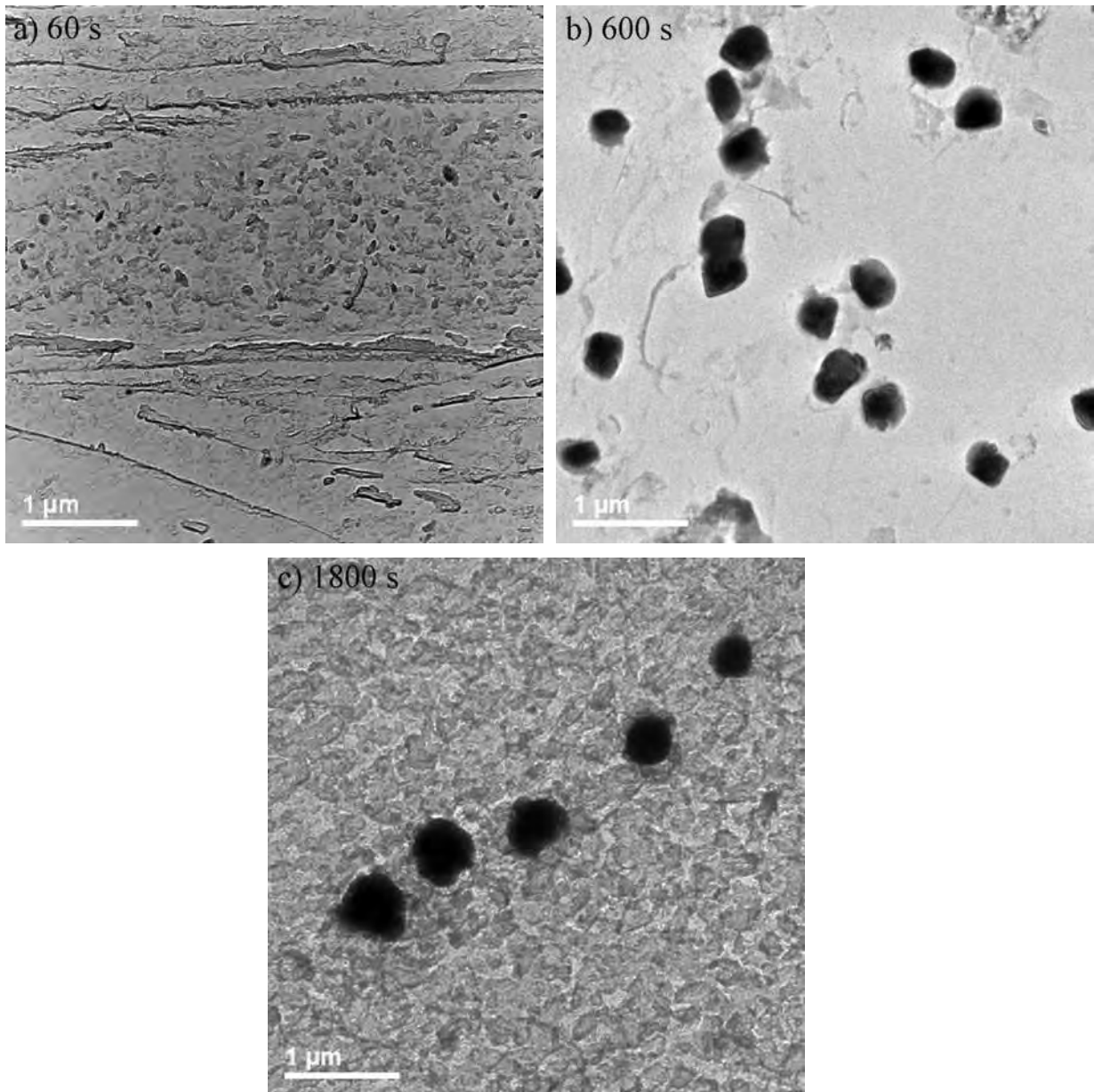


Figura 3.35 Extracción de precipitados por réplica de carbono por TEM mostrando la evolución de la precipitación a 850 °C y diferentes tiempos de relajación de esfuerzos para el acero B0.

En la **Figura 3.36** se muestran más a detalle las características de las partículas precipitadas más comunes evidenciadas para este acero en la meseta de precipitación, las cuales de acuerdo al espectro de rayos-X de TEM-EDS se corresponden principalmente con partículas de VC.

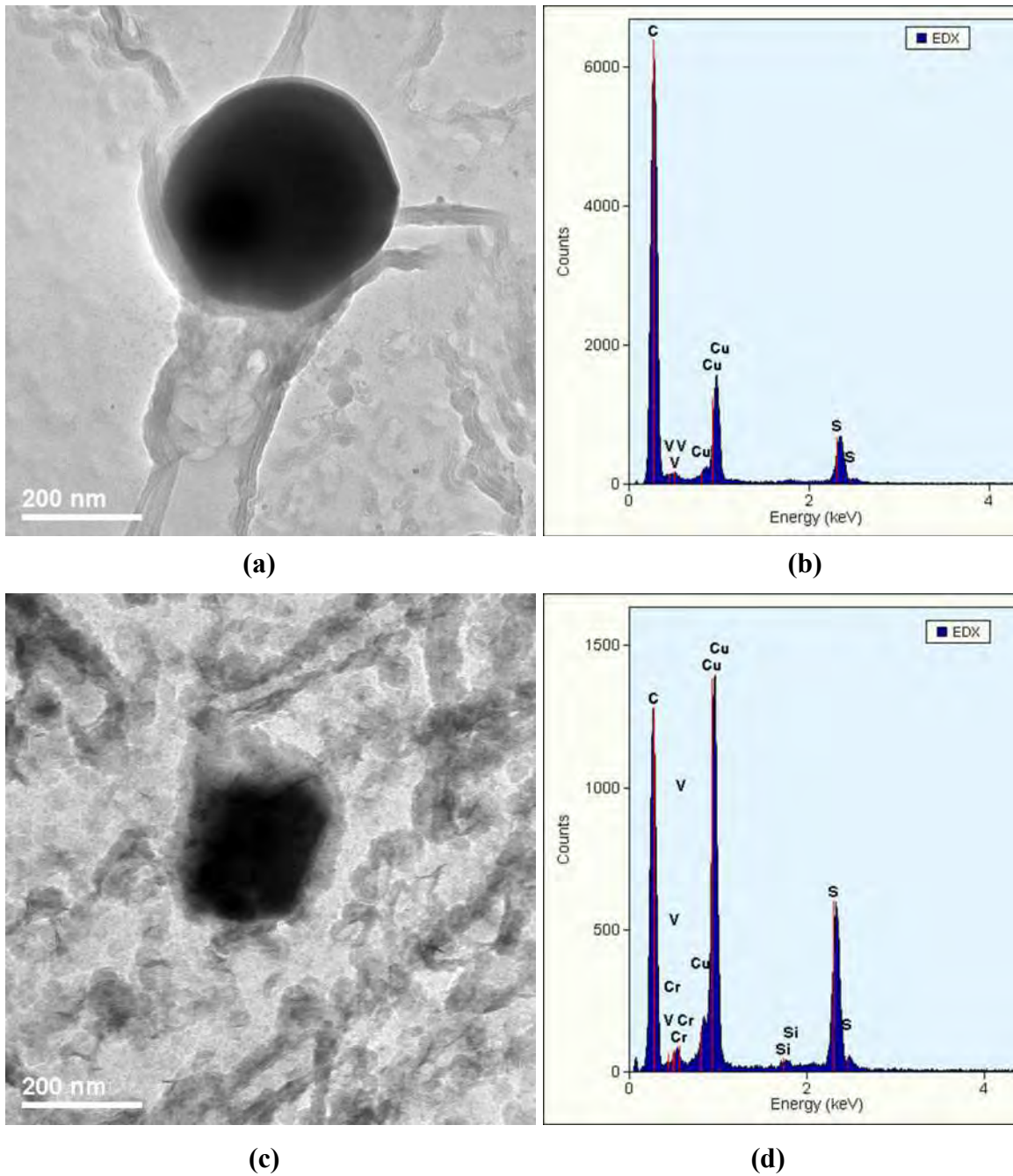


Figura 3.36 (a) y (c) Imágenes características de precipitados de TEM del acero B0 ensayado a 850 °C y 600 s de relajación, (b) y (d) espectrograma TEM-EDS correspondientes.

Por otro lado, en la **Figura 3.37** se muestra el comportamiento del progreso de la precipitación inducida del acero B5, el cual es similar al del acero sin contenido de boro. Sin embargo, se alcanza a percibir que la densidad de precipitación es significativamente mayor y de menor tamaño de partículas en B5. Así mismo, se distinguen diferentes morfologías de los

precipitados, clasificadas en varios trabajos como irregulares, esferoidales, cuboidales y rectangulares [306-308]. El tamaño de la mayoría de los precipitados expuestos en la meseta de precipitación para este caso (**Figura 3.37b**), es del orden de los 100 nm, claramente inferior a los presentados en el acero sin adición de boro para las mismas condiciones de relajación de esfuerzos. Estos resultados son consistentes con el estudio realizado por Shanmugam *et al.* [306, 307], quienes reportan una mayor y más fina precipitación en aceros con varios elementos microaleantes (Ti-V-Nb), en comparación con aceros microaleados solo al V. Esta característica es muy importante a la hora de que los precipitados se formen en la matriz del acero. Mientras menores son los tamaños de partículas y mayores las densidades de precipitación, es posible obtener una mayor efectividad en el retardo de la recristalización de la austenita durante la deformación en caliente.

Por otro parte, aunque en bibliografía se han identificado un gran número de boruros, sólo unos cuantos de ellos (Fe_2B , $\text{M}_{23}(\text{C},\text{B})_6$, M_3B_2 y $\text{Fe}_3(\text{B},\text{C})$) se han detectado de forma fiable y reportado en aleaciones de aceros. Entre estos boruros y borocarburos, el $\text{M}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ (también conocido como el "constituyente de boro") ha sido el más investigado [74]. Este compuesto fue identificado por primera vez por Carroll [309] mediante difracción de rayos-X y desde entonces, varias investigaciones se han llevado a cabo para determinar la influencia de estos precipitados sobre el efecto del boro en la templabilidad, transformaciones de fase, propiedades de *creep*, etc. [129, 310, 311]. También se ha informado [312] que el elemento metálico en $\text{M}_{23}(\text{C},\text{B})_6$ puede ser Fe, con extensa sustitución por Cr, Mo y Mn, y que el carbono y boro pueden sustituirse mutuamente en una medida considerable. La revisión bibliográfica sobre el efecto del boro en la morfología del precipitado, distribución de tamaño y la disposición espacial muestra que la evidencia del efecto del boro se basa en observaciones cualitativas mediante microscopía óptica o electrónica, y que hay una falta general de estudios sistemáticos en este campo. Tal necesidad puede ser ilustrada por el trabajo de Henry *et al.* [313] en el que se muestra que la densidad espacial, la morfología y la distribución del tamaño de los precipitados $\text{M}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ en los límites de grano varían notablemente de un límite de grano a otro debido a los cambios en su estructura como una función de la desorientación entre granos adyacentes. Según Djahazi [74], la presencia del boro en el acero afecta el comportamiento de la precipitación de los compuestos M_{23}C_6 en varias formas. Un mejoramiento de la precipitación de M_{23}C_6 intragranular se ha observado con la presencia de boro tanto en aceros inoxidable austeníticos [130] como en aceros al Mo [314].

La cantidad de precipitación de $M_{23}(C, B)_6$, también se ha encontrado que tiende a aumentar con el contenido de boro en el acero [315]. Otros autores [316] han informado también de un efecto de refinamiento de precipitados por adición de boro en muestras templadas y envejecidas.

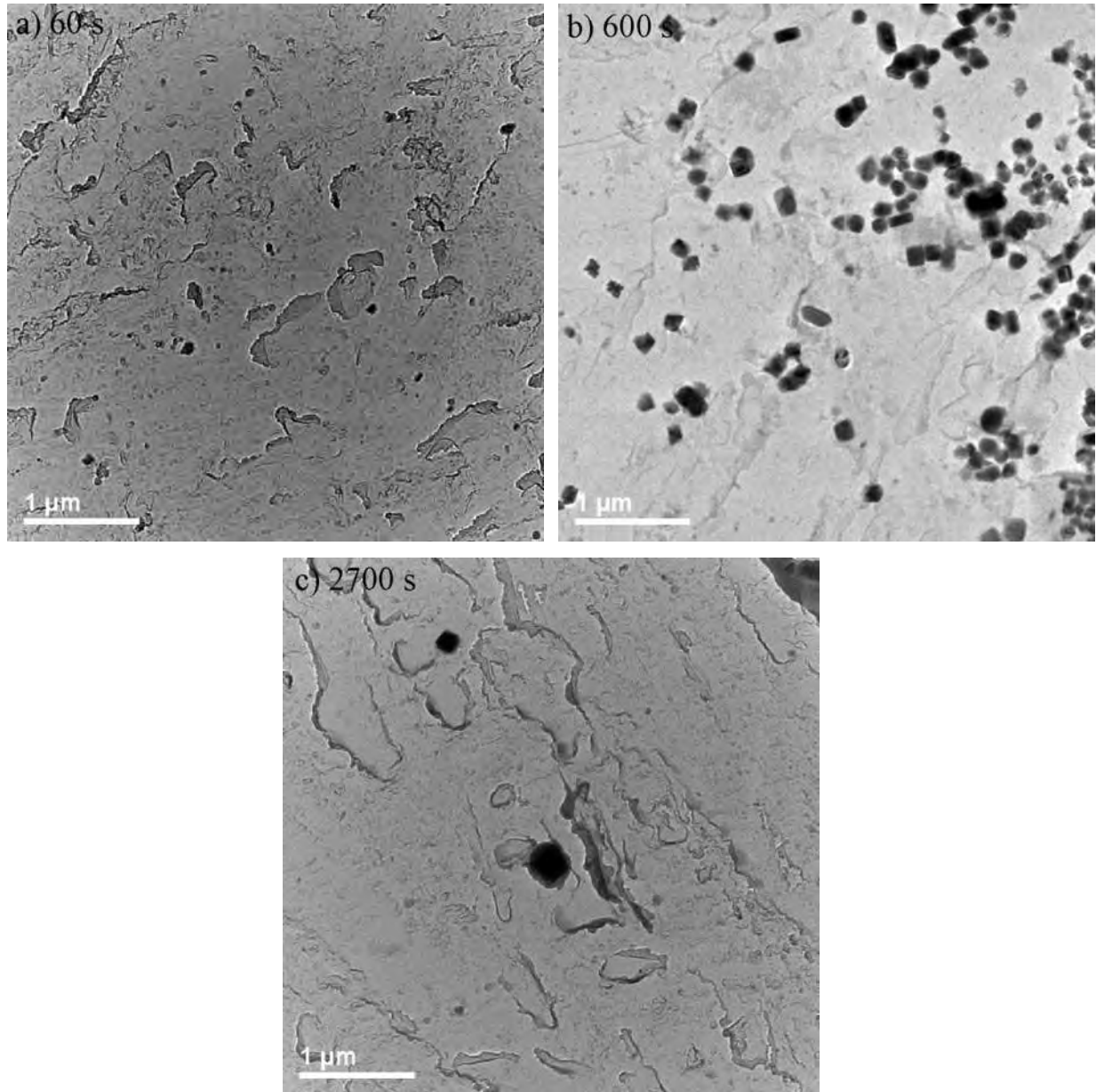


Figura 3.37 Extracción de precipitados por réplica de carbono por TEM mostrando la evolución de la precipitación a 850 °C y diferentes tiempos de relajación de esfuerzos para el acero B5.

Finalmente, en la **Figura 3.38** se muestran los resultados del análisis de la naturaleza y morfología de las partículas precipitadas en el acero B5, utilizando la misma técnica de réplica por extracción con carbono por TEM. Como se puede observar, las morfologías dominantes detectadas fueron del tipo cúbicas o redondeadas y en algunos casos rectangulares, localizadas a lo largo de la matriz y los límites de grano de la austenita.

Por otro lado, aunque no se logró obtener información clara de los parámetros de red de las partículas precipitadas por TEM, en base a la composición química del acero, sus respectivos diagramas de equilibrio de *Fact-Sage* y el análisis a través de la espectroscopia de energía dispersiva por rayos-X en TEM, la naturaleza química de los precipitados más estables termodinámicamente que se mantuvieron sin disolver fueron de carburos de vanadio (**Figura 3.38a**), carburos de boro (**Figura 3.38b**), nitruros de boro (**Figura 3.38c**), carbonitruros de boro (**Figura 3.38d**), carburos de cromo (**Figura 3.38e**) y posiblemente los compuestos complejos o borocarburos $M_{23}(C, B)_6$ (**Figura 3.38f**). Existe información en bibliografía que la fase rica en hierro en aceros microaleados al boro como la que se evidencia en el espectrograma de la **Figura 3.38f** pertenece a precipitados $M_{23}(C, B)_6$, donde $M = Fe, Cr$ o Mo [317-319]. Varios autores [104, 320] han reportado también que las réplicas de extracción de estos precipitados son difíciles de preparar debido a la fácil disolución de los boruros en las soluciones habituales para ataques químicos y soluciones de pulido. En consecuencia, la dimensión observada en microscopía de estas partículas no es representativa del verdadero tamaño de las mismas debido a que siempre hay algo de disolución del precipitado

La observación de las microestructuras anteriores confirma que la formación de las mesetas de esfuerzo en las curvas de relajación es debida a la precipitación inducida por deformación y su comienzo y fin se corresponde aproximadamente con el comienzo y final de la precipitación. Estos resultados también apoyan la validez de la técnica de relajación de esfuerzos para seguir la precipitación inducida por deformación en aceros A-UHSS microaleados con boro.

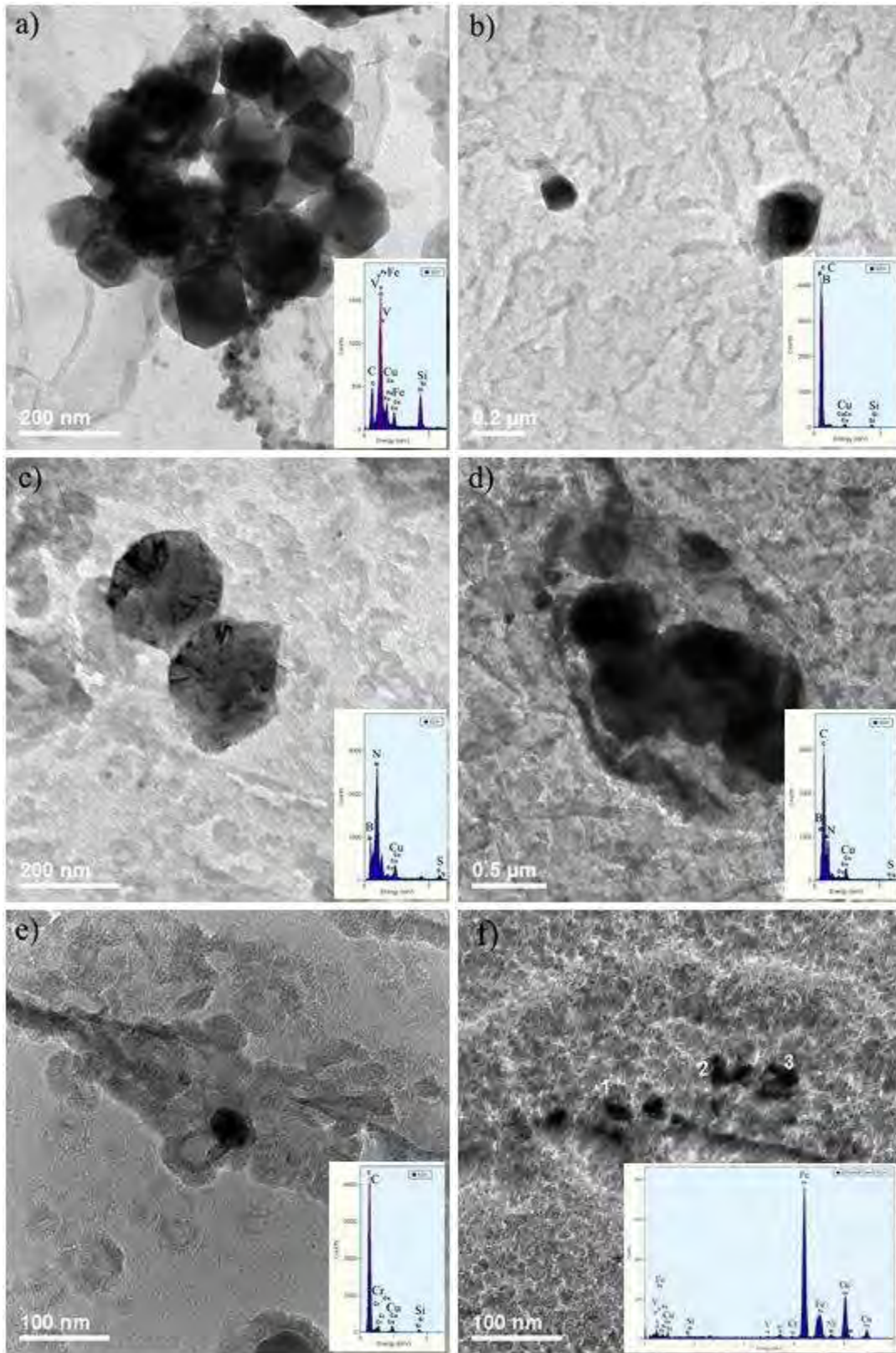


Figura 3.38 Imágenes de precipitados con su respectivo TEM-EDS del acero B5 ensayado a 850 °C y 600 s de relajación.

3.7 Resultados de los ensayos de dilatometría de enfriamiento continuo

3.7.1 Temperaturas de transformación intercríticas

Como fue detallado en el apartado 2.8.1, para la construcción de los diagramas de enfriamiento continuo (CCT), primeramente se calcularon para cada acero las temperaturas intercríticas Ac_1 , Ac_3 y Ms , las cuales representan, respectivamente, la temperatura inicial y final de la transformación ferrita + perlita \rightarrow austenita e inicio de la transformación martensítica. La variación relativa de longitud en función de la temperatura $((\Delta L/L_o) = f(T))$, representada esquemáticamente en las curvas de dilatometría de la **Figura 3.39**, reproduce la respuesta dilatométrica generalmente asociada a la formación de austenita en calentamiento continuo y posteriormente martensita en enfriamiento continuo. Según los resultados mostrados en dichas curvas dilatométricas y recogidos en la **Tabla 3.8**, se puede comprobar que un aumento en el contenido de boro promueve un ligero incremento de Ac_1 y Ac_3 . El boro es considerado el elemento más significativo en la contracción del campo de la austenita, por lo tanto, sus adiciones provocarán siempre un aumento de tales temperaturas [87]. En lo que concierne a la influencia de las adiciones de boro sobre la temperatura Ms , el efecto fue similar al producido por la mayoría de microaleantes, es decir, a mayor concentración de B menor temperatura de transformación martensítica. Por otro lado, las menores temperaturas de transformación observadas en el acero sin contenido de boro (**Figura 3.39a**) pudiera ser efecto del mayor contenido de carbono presente en el mismo en comparación con los aceros microaleados con boro (**ver Tabla 2.1**). Como ya se citó anteriormente, el carbono es un elemento gammágeno que aumenta el campo de existencia de la austenita, por lo tanto, entre mayor sea su contenido más bajas serán las temperaturas de transformación Ac_1 y Ac_3 [87]. De igual forma, el aumento de la concentración de carbono en los aceros provoca una disminución de la temperatura Ms . En el caso de las temperaturas de transformación Ac_1 y Ac_3 , se ha empleado, además de la dilatometría, las ecuaciones empíricas propuestas por Yurioka (**ecuaciones (3.6) y (3.7)**) [321], las cuales dentro del efecto de la composición química toman en cuenta la influencia del boro. En dichas expresiones se registra también un aumento de Ac_1 y Ac_3 , para contenidos crecientes de boro (**ver Tabla 3.8**).

$$Ac_1 = 750.8 - 26.6C + 17.6Si - 11.6Mn - 22.9Cu - 23Ni + 24.1Cr + 22.5Mo - 39.7V - 5.7Ti + 231.4Nb - 169.4Al - 894.7B \dots \dots \dots (3.6)$$

$$Ac_3 = 937.2 - 436.5C + 56Si - 19.7Mn - 16.3Cu - 26.6Ni - 4.9Cr + 38.1Mo - 124.8V + 136.3Ti - 19.1Nb - 198.4Al + 3315B \dots \dots \dots (3.7)$$

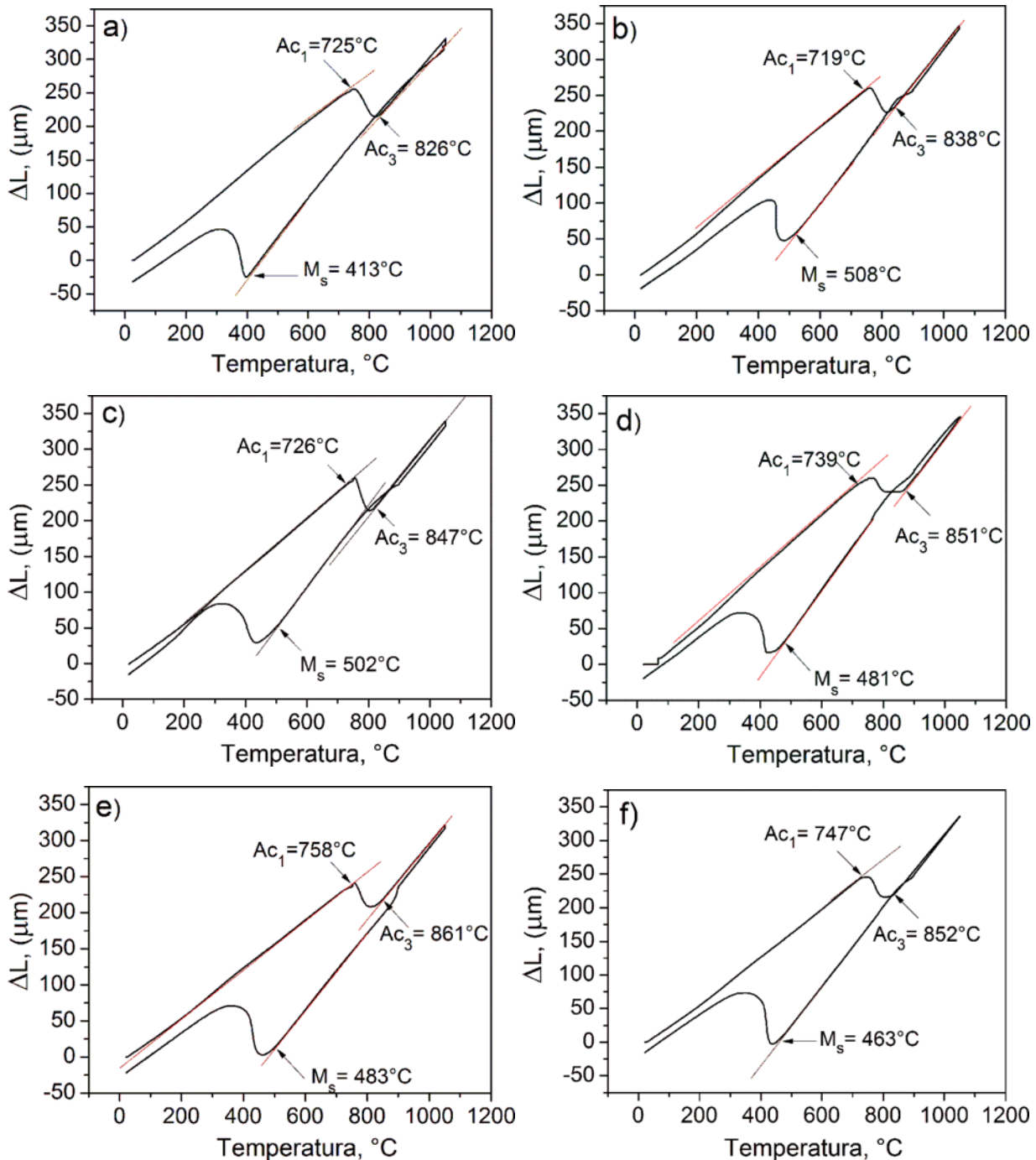


Figura 3.39 Curvas dilatométricas mostrando inicio (Ac₁) y final (Ac₃) de transformación ferrita + perlita → austenita e inicio (M_s) de transformación martensítica: (a) 0 ppm B, (b) 14 ppm B, (c) 33 ppm B, (d) 82 ppm B, (e) 26 ppm B y (f) 214 ppm B.

Tabla 3.8 Temperaturas de transformación Ac_1 , Ac_3 y M_s determinadas experimentalmente por dilatometría y expresiones algebraicas de Yurioka [321], para todos los aceros estudiados.

Método	Temperatura, °C	B0	B1	B2	B3	B4	B5
Dilatometría	Ac_1	725	719	726	739	758	747
	Ac_3	826	838	847	851	861	852
	M_s	413	508	502	481	483	463
Yurioka [321]	Ac_1	704	707	711	711	718	718
	Ac_3	845	852	866	868	894	907
	M_s	-	-	-	-	-	-

3.7.2 Curvas de dilatometría

En la **Figura 3.40** se muestran las curvas dilatométricas de transformación $\gamma - Fe \rightarrow \alpha - Fe$ en enfriamiento continuo obtenidas para cada acero a partir de los ensayos de dilatometría. Como puede observarse, la velocidad de enfriamiento condiciona notablemente la descomposición anisotérmica de la austenita. En general, se puede ver que la temperatura de inicio de la transformación de fase de la austenita va disminuyendo a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento. Ahora bien, como la secuencia en que tiene lugar la formación de las fases transformadas de la austenita es teóricamente conocida, esto permite asociar cada variación de pendiente detectada en dichas curvas dilatométricas a su correspondiente transformación [77]. Aunque, como ya ha sido señalado, los intervalos de temperatura posibles en que se pueden producir las distintas transformaciones de fases son tan amplios, que incluso se pueden solapar entre sí, el orden en que éstos aparecen durante la transformación total de la austenita por enfriamiento continuo está perfectamente establecido [77]. Por tanto, los productos en que se puede descomponer, por enfriamiento continuo, la austenita de los presentes aceros, se habrán formado necesariamente según el siguiente orden: ferrita, perlita, bainita y martensita. Todas estas transformaciones se ven reflejadas por las correspondientes variaciones de pendiente que, de forma más o menos acentuada, se producen en la curva dilatométrica registrada en cada ensayo. La magnitud de dilatación de la curva dependerá siempre de los tipos y cantidades de fases transformadas durante el desarrollo del ciclo térmico completo a que fue sometido el acero. Según esto, parece evidente que las dilataciones macroscópicas producidas durante la transformación de austenita a las más altas velocidades de enfriamiento (100 y 200 °C/s) son mayores, lo cual puede estar relacionado con transformaciones totalmente martensíticas. La

transformación martensítica puede producir variaciones relativamente más bruscas sobre la curva dilatométrica [77].

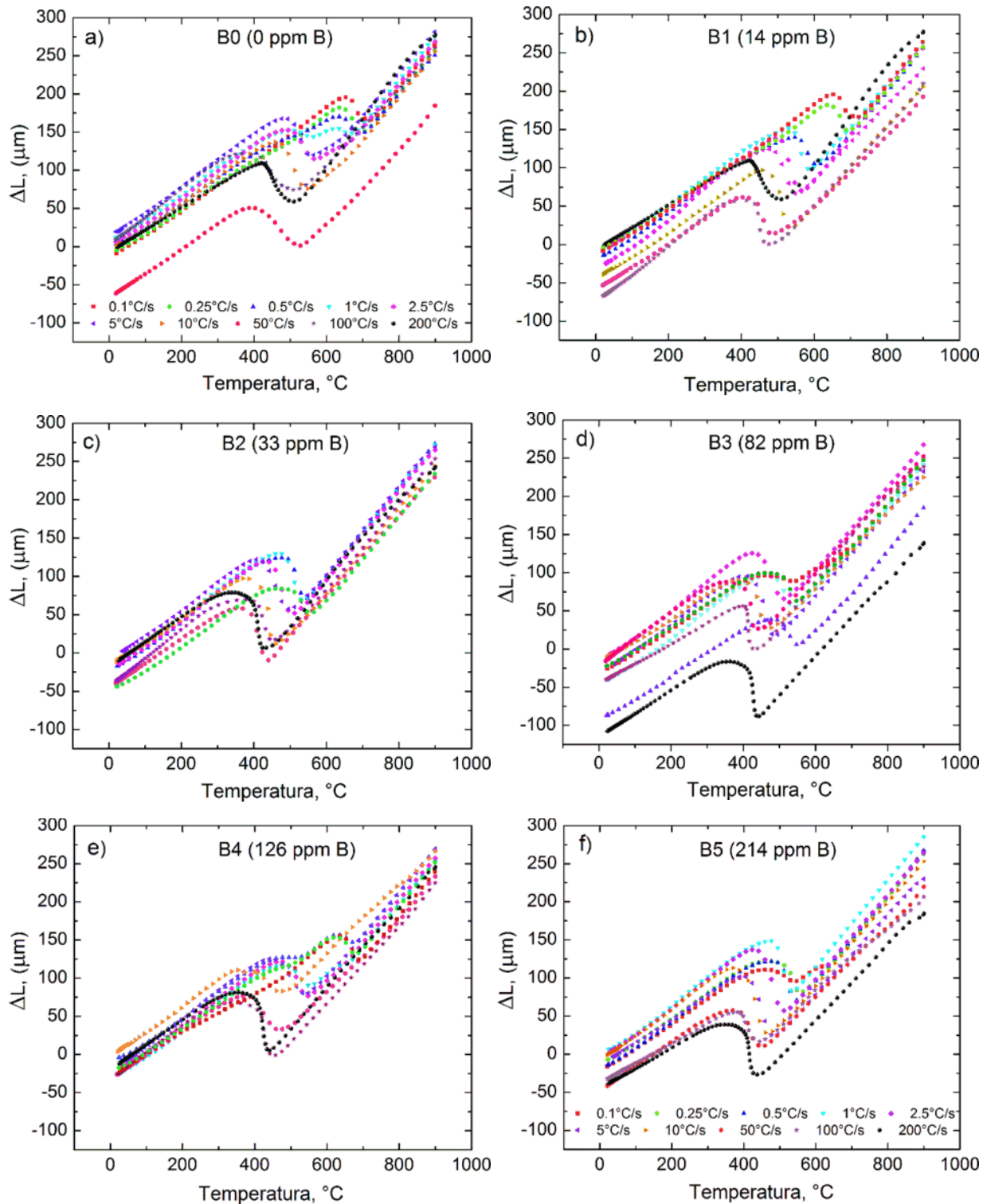


Figura 3.40 Curvas dilatométricas de transformación de fase de enfriamiento continuo.

Por otro lado, es evidente a partir de las curvas de dilatometría presentadas en la **Figura 3.41** que las adiciones de boro retardan la cinética de descomposición de austenita a ferrita. El inicio de las transformaciones de fase de la austenita comienza y finaliza a temperaturas significativamente más bajas en el acero B5 con el máximo contenido de boro en comparación con el acero B0 sin contenido de boro. En general, esta tendencia se mantuvo para la mayoría de aceros A-UHSS microaleados con boro para casi todas las velocidades de enfriamiento. Este comportamiento ya ha sido reportado en aceros bainíticos y es atribuido sobre todo a segregación de átomos de boro y precipitación de finos borocarburos tales como $\text{Fe}_{23}(\text{C},\text{B})_6$ hacia los límites de grano de la austenita, los cuales impiden la nucleación de la ferrita [322].

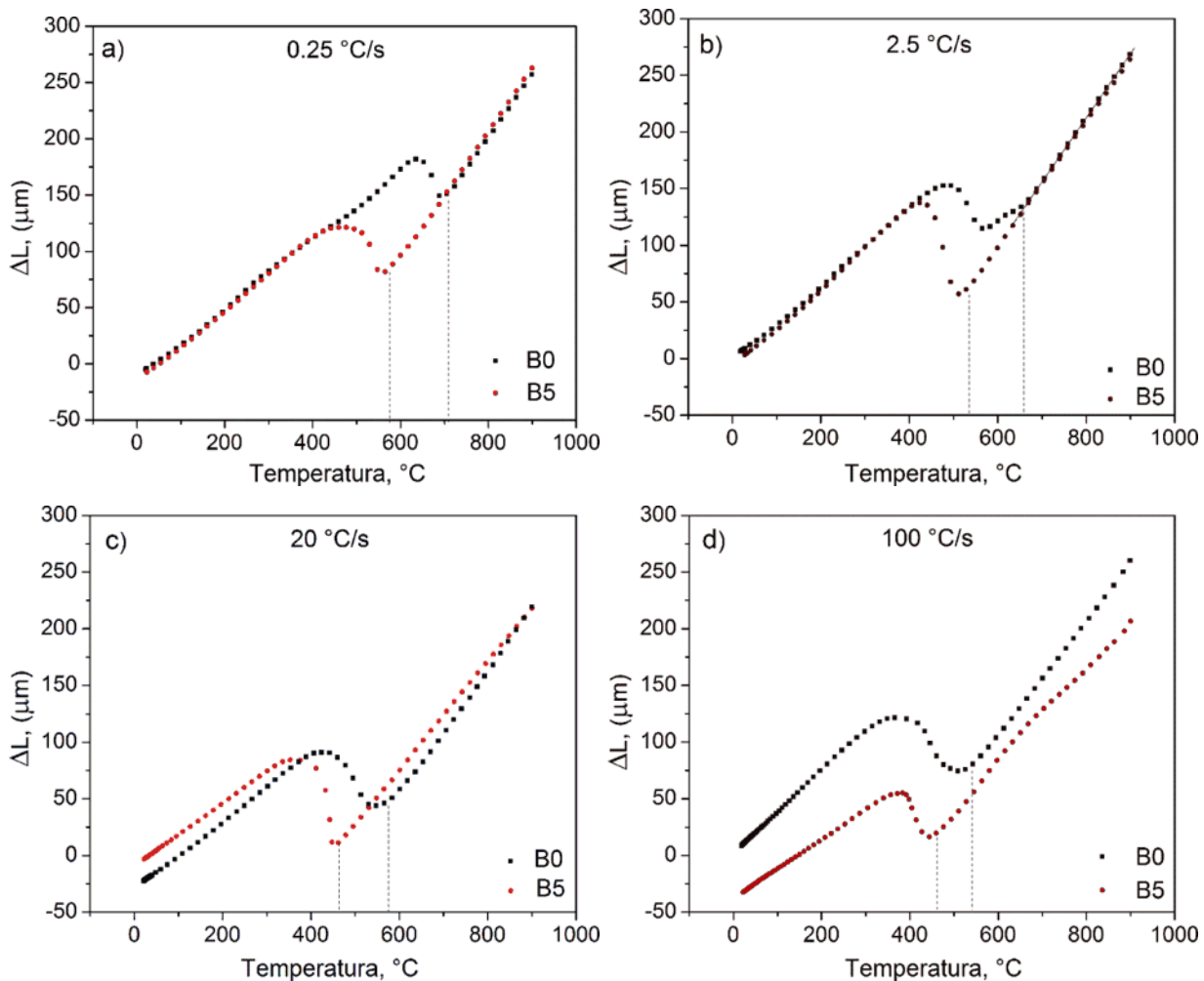


Figura 3.41 Comparación de las curvas de dilatometría del acero sin boro (B0) y el acero con 214 ppm (B5) obtenidas a diferentes velocidades de enfriamiento: a) 0.25 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$, b) 2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$, c) 20 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ y d) 100 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

Por otra parte, es conocido que la amplitud y diversidad de los puntos de transformación requeridos para poder trazar correctamente los diagramas CCT de enfriamiento continuo de un acero, exige que los resultados directos del propio ensayo dilatométrico sean apoyados y confirmados por técnicas adicionales como el análisis metalográfico y ensayos de dureza de las probetas ensayadas en dilatometría.

3.7.3 Análisis microestructural por microscopía óptica

En la **Figura 3.42** se muestran algunas micrografías ópticas del análisis de la evolución microestructural en función de la velocidad de enfriamiento para el acero B0 sin contenido de boro. Como se puede apreciar, para las más bajas velocidades de enfriamiento la microestructura es una mezcla de ferrita (F) del tipo poligonal (morfología equiaxial, granos poligonales de ejes aproximadamente iguales que nuclearon en los límites de grano austeníticos) y perlita (P) formada por láminas intercaladas de ferrita y carburo, en diferentes proporciones, dependiendo de la velocidad de enfriamiento (ver **Figuras 3.42a-c**). Sin embargo, a partir de 10 °C/s (**Figura 3.42d**) y hasta 50 °C/s las fases resultantes son predominantemente bainíticas (B), mientras una microestructura consistiendo de estructuras bainítico-martensíticas (B+M) se observa desde velocidades de enfriamiento de 50 °C/s en adelante (**Figura 3.42e-f**).

En la **Figura 3.43** se resumen las microestructuras resultantes para el acero B5 con el mayor contenido de boro. La principal diferencia microestructural de este acero con B0, radica en que prácticamente desaparece la ferrita alotriomórfica observada en las muestras ensayadas a las velocidades de enfriamiento más lentas. En su lugar, parece predominar otro tipo de ferrita llamado acicular (FA) (ver **Figura 3.43a**) que nuclea intergranularmente sobre inclusiones o precipitados presentes en la microestructura del acero. Este fenómeno pudo ser debido a una segregación excesiva de átomos de boro hacia los límites de grano austenita/ferrita que inhibió la nucleación de la ferrita alotriomórfica. De acuerdo con el diagrama de fases binario Fe-B [323], la solubilidad del boro en la austenita a 1150°C está por encima de 150 ppm, mientras que ésta decrece significativamente a 20 ppm a aproximadamente 857°C. Por lo tanto, el boro extra pudo precipitar durante el enfriamiento y fomentar la formación de la ferrita acicular. Otra diferencia importante que se puede apreciar en las microestructuras de este acero, es que al parecer la transformación martensítica comienza con mucha anticipación, a velocidades de enfriamiento del

orden de los 10 °C/s (**Figura 3.43d**). Como se ha venido apuntando, el boro es un elemento de microaleación que potencia la templeabilidad del acero al intensificar la transformación de fase de austenita a martensita [95].

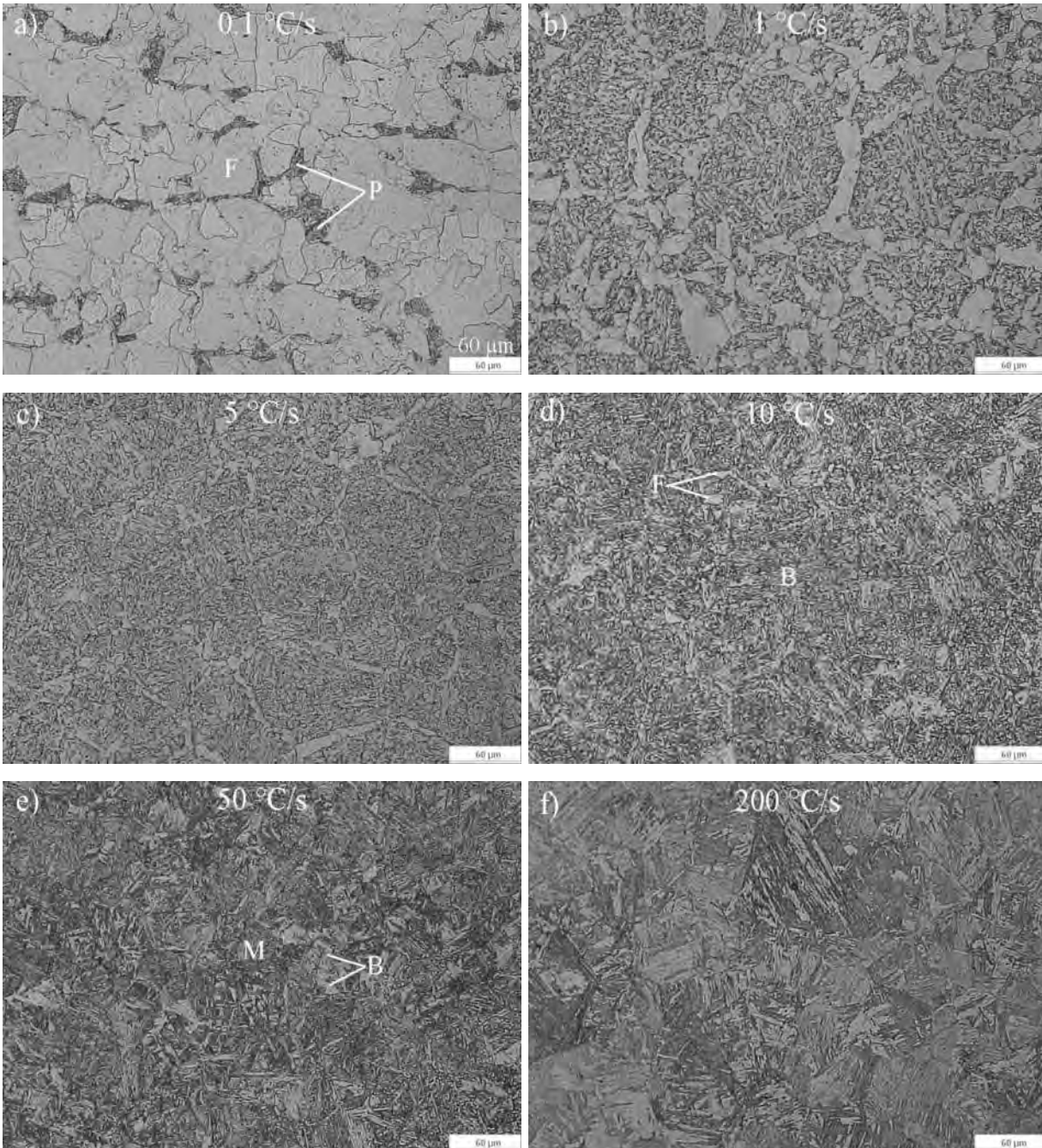


Figura 3.42 Microestructuras del acero B0 sin contenido de boro obtenidas a diferentes velocidades enfriamientos: a) 0.1 °C/s, b) 1 °C/s, c) 5 °C/s, 10 °C/s, 50 °C/s y 200°C/s.

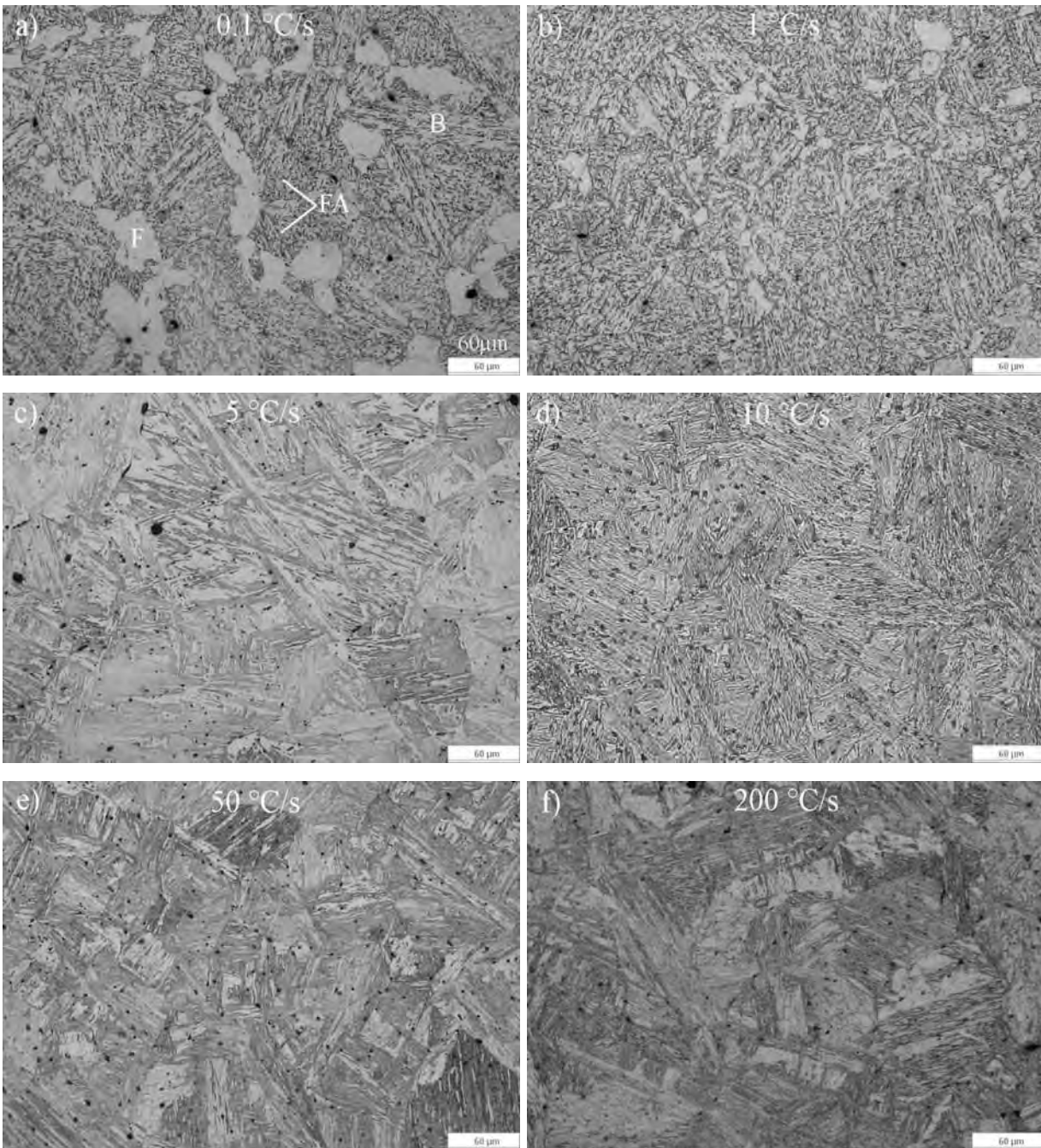


Figura 3.43 Microestructuras del acero B5 con 214 ppm de boro obtenidas a diferentes velocidades enfriamientos: a) 0.1 °C/s, b) 1 °C/s, c) 5 °C/s, 10 °C/s, 50 °C/s y 200°C/s.

3.7.4 Perfiles de dureza

En la **Figura 3.44** se muestran graficados los valores de microdureza Vickers promedio de los presentes aceros en función de la velocidad de enfriamiento. De acuerdo a lo esperado, en todos los casos se observó un incremento de la dureza proporcional al aumento de la velocidad de

enfriamiento. Para velocidades extremadamente lentas ($0.1-1^{\circ}\text{C/s}$), donde las fases resultantes en los aceros fueron principalmente una mezcla de ferrita y perlita, los valores de dureza registrados fueron en general, menores que 250 HV. Por el contrario, para el caso de las velocidades de enfriamiento más elevadas ($100-200^{\circ}\text{C/s}$) en donde la fase predominante fue martensita, la dureza promedio de los aceros fue de 350 HV. Como es sabido, la elevada dureza de la martensita está relacionada con el hecho de que la red se encuentra bajo un estado elevado de deformación interna, debido a la presencia de los átomos de carbono en posiciones intersticiales en la red del hierro α . Además, hay que tener en cuenta que la transformación de austenita a martensita resulta en la formación de una gran cantidad de finos cristales de martensita con orientaciones variadas en cada grano de austenita. Todos estos factores hacen que el movimiento de las dislocaciones a través de una estructura martensítica sea muy difícil. [87]. En cuanto al efecto del boro, en general, los resultados revelaron un ligero incremento de la dureza proporcional con el contenido de boro en los aceros, especialmente para las velocidades de enfriamiento más altas. Como también ya fue citado, el incremento de la dureza por adiciones de boro al acero viene dado por un retardo o inhibición de la nucleación de ferrita en los límites de grano austeníticos, dando lugar a la formación de estructuras bainítico-martensíticas, aumentando de este modo la dureza del acero [95]. Adicionalmente, estos resultados también se pueden relacionar con un efecto de endurecimiento por precipitación. El Boro sobresaturado puede precipitar como Fe_2B y/o $\text{Fe}_{23}(\text{B,C})_6$ durante el enfriamiento, tal como fue evidenciado y reportado por Lanier *et al.* [324].

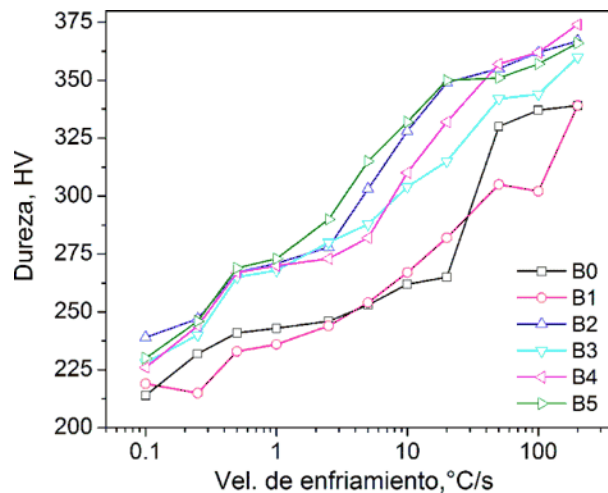


Figura 3.44 Evolución de la dureza de los aceros en función de la velocidad de enfriamiento.

3.7.5 Diagramas experimentales de transformación de enfriamiento continuo (CCT)

Las **Figuras 3.45 a 3.50** muestran los diagramas experimentales de transformación de enfriamiento continuo (CCT) correspondientes a los seis aceros A-UHSS estudiados, y construidos a partir de las curvas de dilatometría, análisis metalográfico por microscopía óptica y ensayos de dureza Vickers. Cabe aclarar que se señalan las fases en general, es decir, no se mencionan las subdivisiones o tipos de cada una de ellas. Las temperaturas intercríticas Ac_1 , Ac_3 y Ms y valores promedio de dureza (HV) para cada condición también son representados en dichos diagramas de transformación. En general, estos diagramas CCT están divididos en cuatro regiones: ferrita, perlita, bainita y martensita. La evolución de cada una de ellas depende directamente de las velocidades de enfriamiento y en menor medida de los contenidos de boro presentes en cada acero. Las temperaturas de transformación Ac_1 y Ac_3 son mayores cuanto mayores son las concentraciones de boro en los aceros. La temperatura de inicio de transformación martensítica (Ms) disminuye en la medida que incrementa el porcentaje de boro. Los diagramas CCT correspondientes al acero B0 sin adición de boro y al acero B1 con 14 ppm revelan la mayor velocidad crítica de temple (velocidad de enfriamiento mínima para alcanzar la transformación martensítica). Las transformaciones de fase ferrítico-perlíticas se retardan en la misma medida que se aumenta el contenido de boro en los aceros, hasta el punto que prácticamente la fase perlita es inhibida en los aceros B4 y B5, con 126 y 214 ppm de boro, respectivamente. La transformación bainítica es promovida por la presencia de boro en los aceros. Las adiciones de boro producen un notable desplazamiento de las curvas CCT hacia la derecha, abriendo el campo de la austenita metaestable, aumentando por tanto, la templabilidad de los aceros.

Como puede verse, existe una gran diversidad de factores que, de forma más o menos decisiva, pueden influir en las transformaciones de fases de un acero, y como consecuencia, en la configuración y morfología de los frentes y zonas que delimitan dichas transformaciones dentro de su respectivo diagrama de transformación. Por lo tanto, la información generada por los presentes diagramas CCT será válida sólo para aquellos aceros que posean igual composición química, tamaño de grano, condiciones estructurales iniciales y que vayan a ser sometidos a tratamientos térmicos parecidos. Su extrapolación a otras condiciones similares será, en absoluto rigurosa y deberá ser tratada con las consideraciones adecuadas..

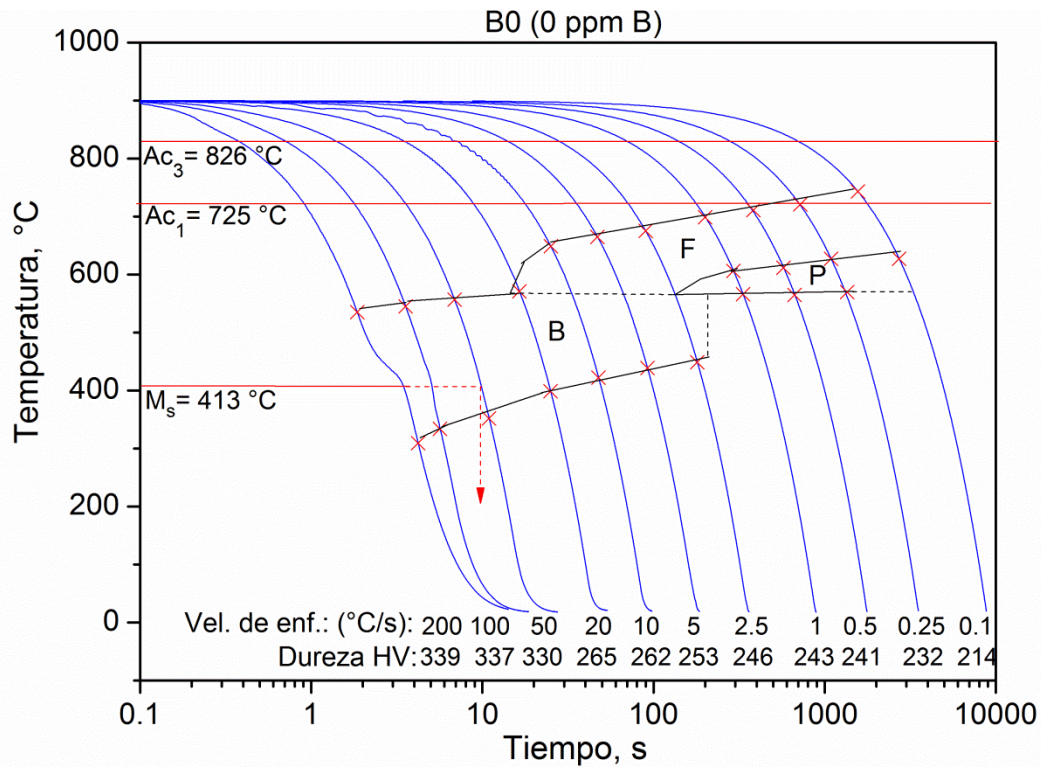


Figura 3.45 Diagrama experimental CCT del acero sin contenido de boro (B0).

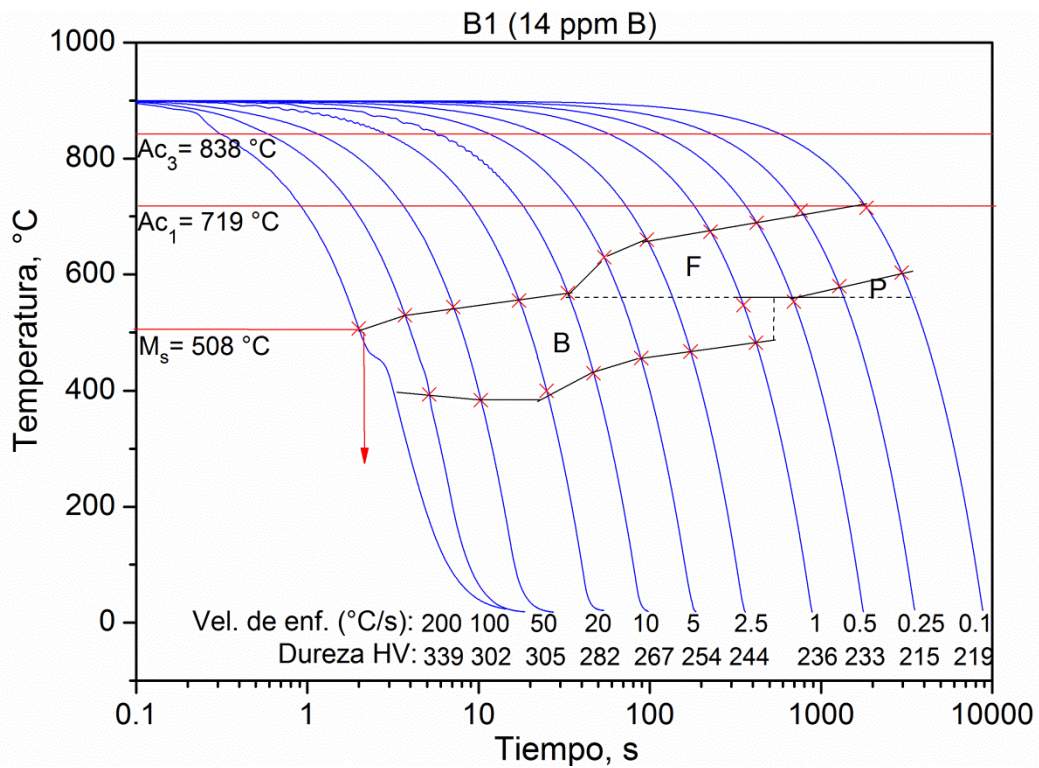


Figura 3.46 Diagrama experimental CCT del acero con 14 ppm de boro (B1).

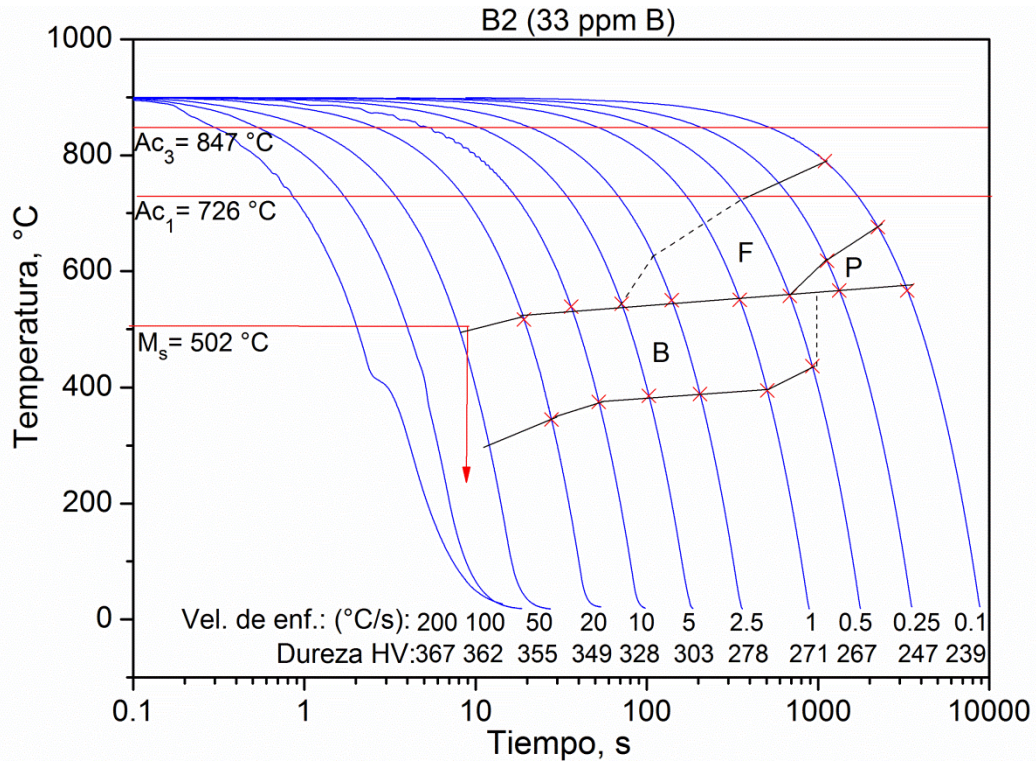


Figura 3.47 Diagrama experimental CCT del acero con 33 ppm de boro (B2).

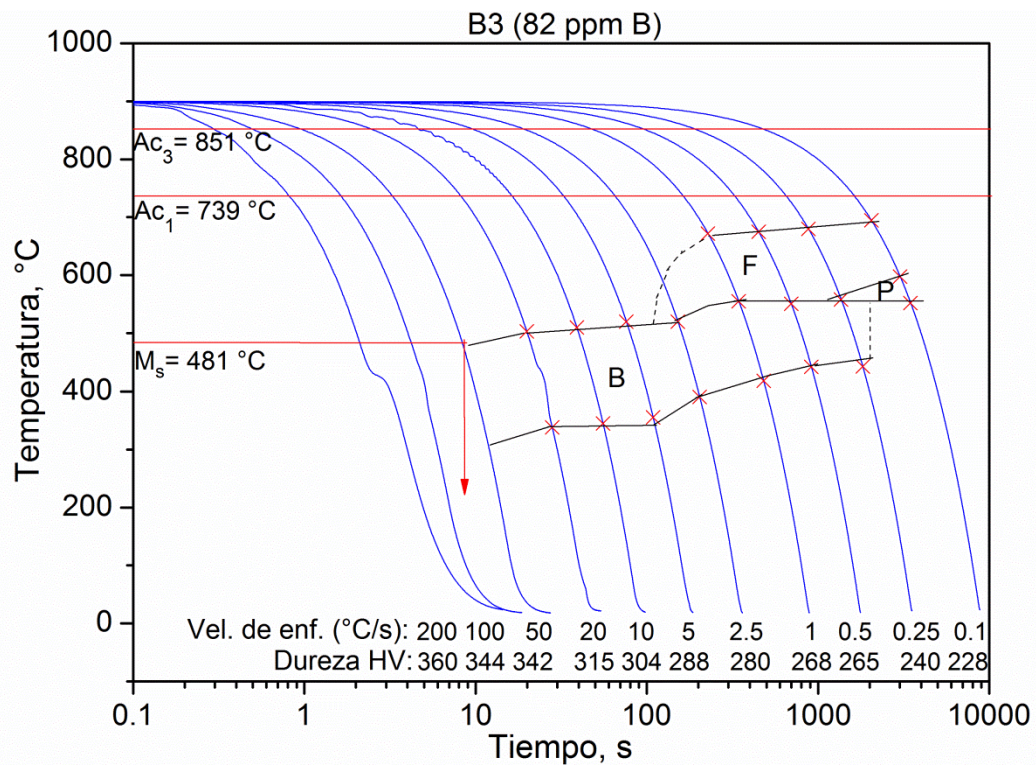


Figura 3.48 Diagrama experimental CCT del acero con 82 ppm de boro (B3).

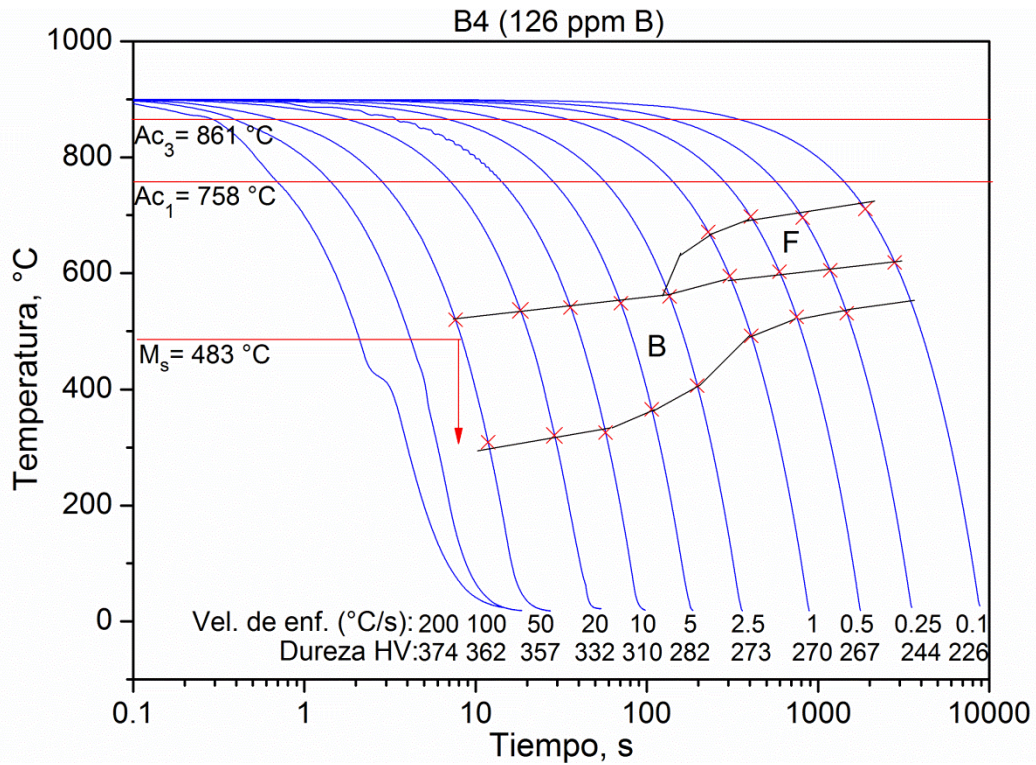


Figura 3.49 Diagrama experimental CCT del acero con 126 ppm de boro (B4).

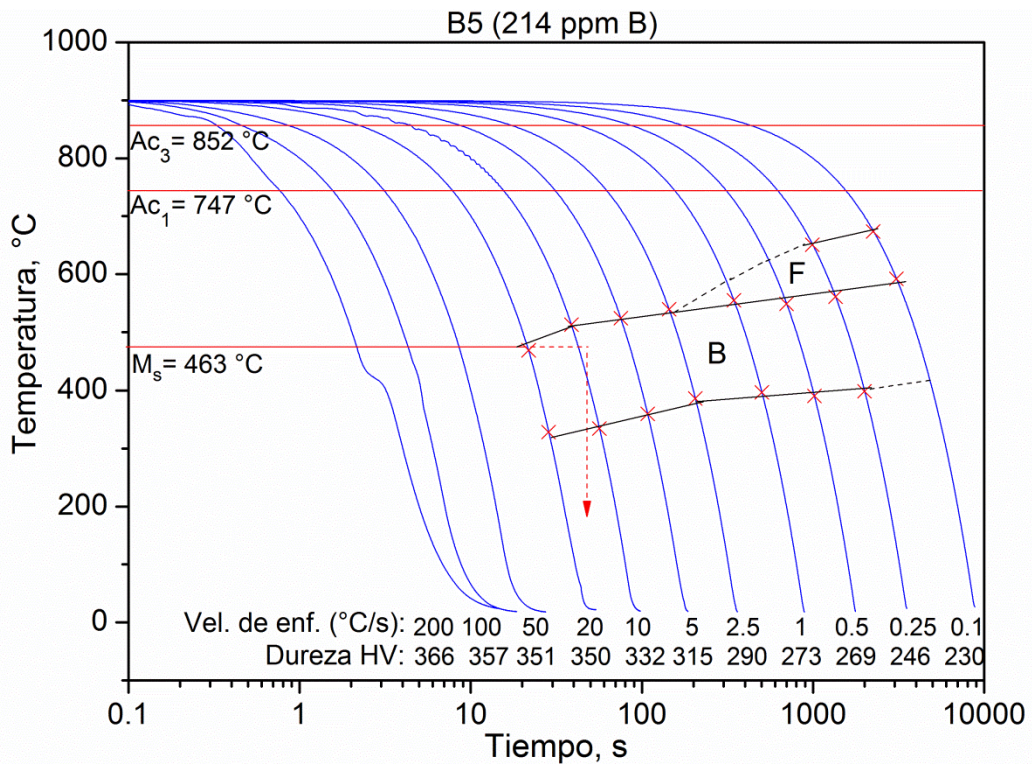


Figura 3.50 Diagrama experimental CCT del acero con 124 ppm de boro (B5).

Finalmente, los diagramas experimentales CCT fueron comparados con diagramas teóricos determinados por el software comercial “*TTT/CCT Prediction*” [325, 326]. En las **Figuras 3.51 a 3.53** se muestran los diagramas calculados correspondientes a los aceros B0, B3 y B5, respectivamente, en los cuales se resalta el inicio de la transformación bainítica (Bs) y martensítica (Ms). De acuerdo con estos diagramas, las temperaturas de Bs y Ms tienden ligeramente a incrementarse con el contenido de boro en los aceros, lo cual concuerda con lo observado experimentalmente. Sin embargo, el comportamiento en general de las curvas de transformación de fase teóricas es muy similar en todos los casos, no se alcanza a observar claramente el efecto evidenciado de desplazamiento de las curvas hacia la derecha que resultan en un notable aumento de la templabilidad de los aceros. Lo anterior podría ser debido a que hay muy pocos diagramas reportados en bibliografía, y generalmente corresponden a aceros con menos de 30 ppm de boro [203].

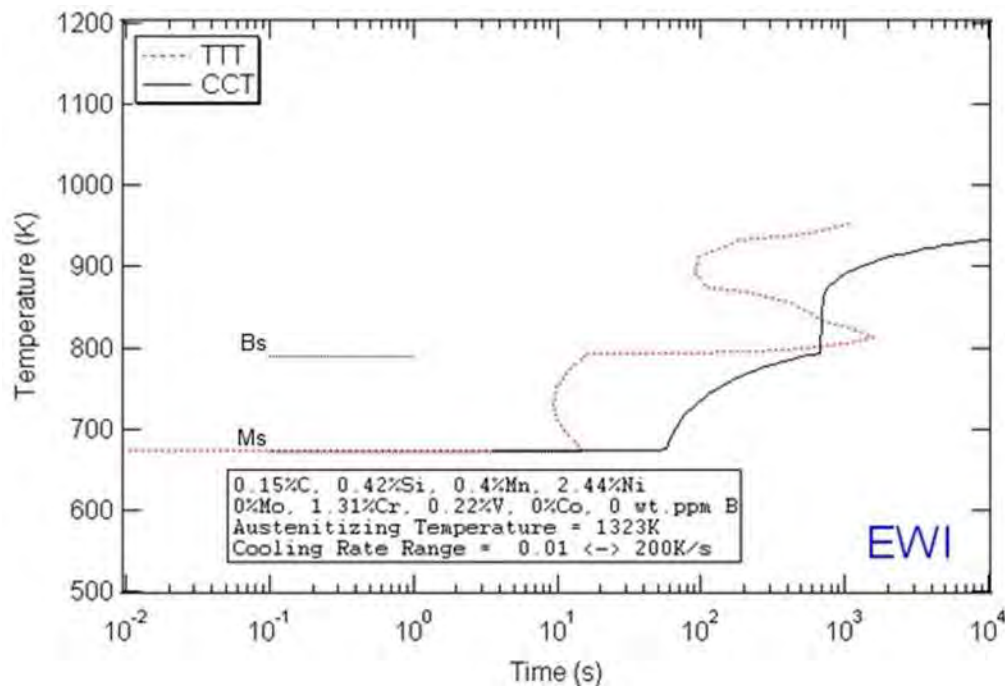


Figura 3.51 Diagrama teórico de transformación isotérmica y enfriamiento continuo (TTT-CCT) del acero sin contenido de boro (B0), determinado por el software comercial “*TTT/CCT Prediction*” [325, 326].

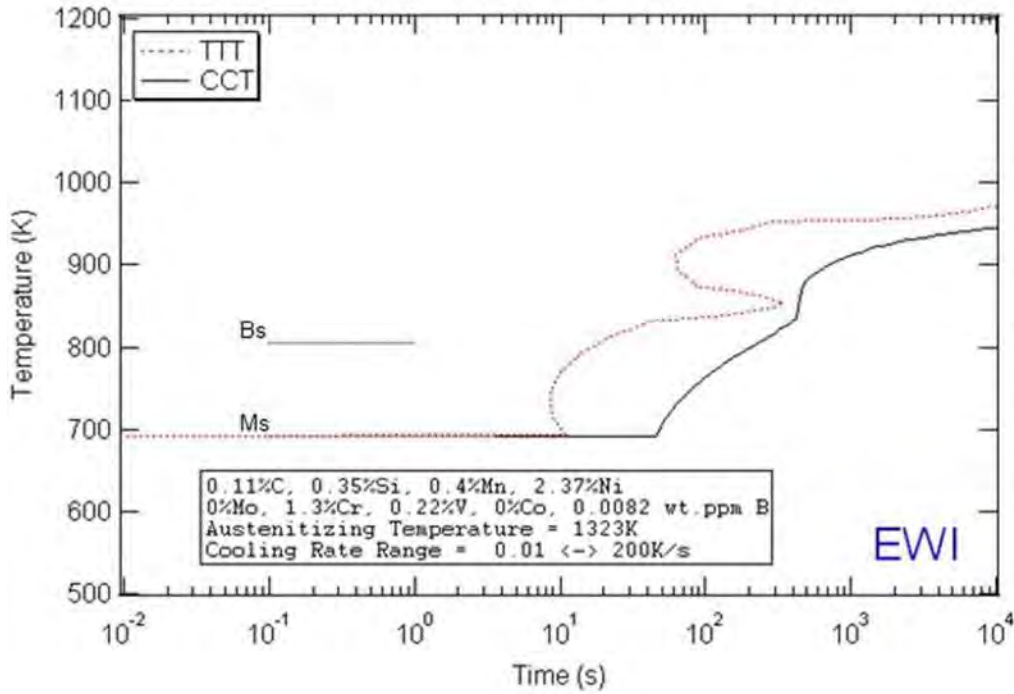


Figura 3.52 Diagrama teórico de transformación isotérmica y enfriamiento continuo (TTT-CCT) del acero con 82 ppm de boro (B3), determinado por el software comercial “*TTT/CCT Prediction*” [325, 326].

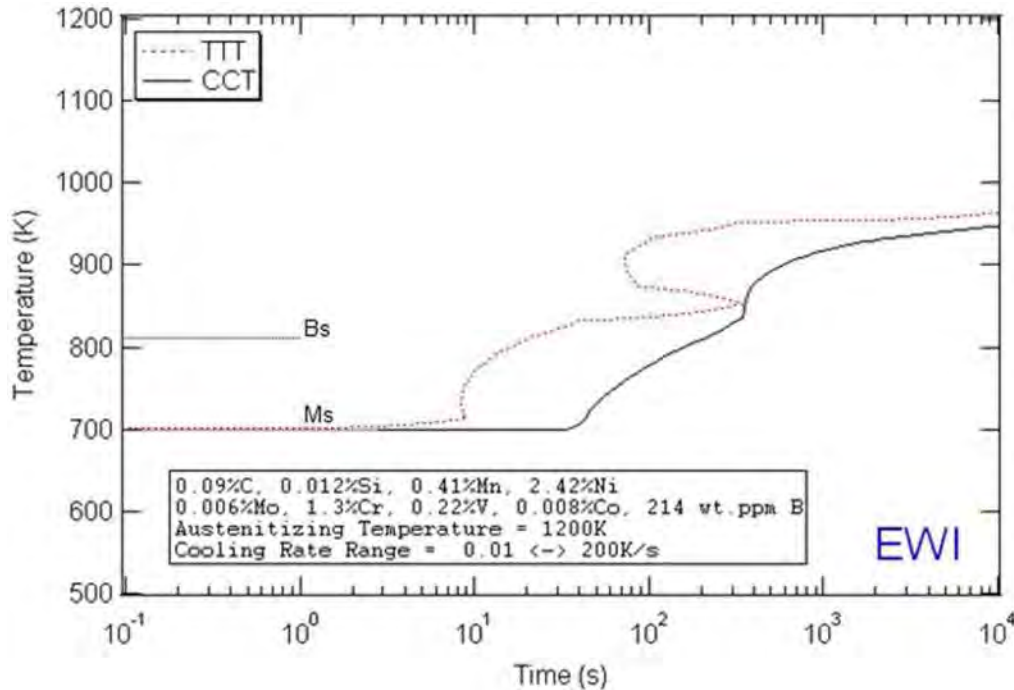


Figura 3.53 Diagrama teórico de transformación isotérmica y enfriamiento continuo (TTT-CCT) del acero con 214 ppm de boro (B5), determinado por el software comercial “*TTT/CCT Prediction*” [325, 326].

CAPÍTULO 4 CONCLUSIONES

4.1 Conclusiones derivadas de los ensayos de tracción uniaxial en caliente

1. La adición de boro a los presentes aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) de bajo contenido de carbono NiCrVCu es benéfica para la ductilidad en caliente. El más grande efecto se observó para adiciones superiores a 82 ppm, cuando hubo suficiente B para combinarse con todo el N. En comparación con el acero sin contenido de boro, el incremento de ductilidad en caliente en términos de R.A fue de hasta el 142%.
2. La más baja ductilidad se presentó a las menores temperaturas de ensayo (650-750 °C), sin embargo, ésta se fue recuperando en función del incremento del boro. La ductilidad más alta ocurrió entre 900 y 1000 °C donde se presentó recristalización dinámica (DRX). Los altos contenidos de boro favorecieron el inicio de la recristalización dinámica al verse disminuidos los valores de esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ε_p).
3. La no recuperación de la ductilidad en caliente a bajas temperaturas se atribuye principalmente a precipitados tales como V(C,N), AlN y/o inclusiones acopladas en cavidades, particularmente MnS y CuS, los cuales juegan un papel significativo en los mecanismos de nucleación y crecimiento de grietas.
4. En general, el modo de fractura de los presentes aceros A-UHSS microaleados con boro tiende a ser más dúctil con el incremento del contenido de boro. Todos los aceros ensayados las temperaturas más bajas exhiben fractura mayoritariamente frágil, mientras a 900 y 1000 °C, el modo de fractura es más dúctil con algo de descohesión interdendrítica.

4.2 Conclusiones derivadas de los ensayos de compresión uniaxial en caliente

1. Las curvas de fluencia siguen el comportamiento esperado con la variación de la temperatura y la velocidad de deformación verdadera ($\dot{\varepsilon}$), esto es, un aumento de la temperatura o una disminución de la velocidad de deformación promueven un descenso del esfuerzo de fluencia y viceversa. Para todos los aceros, y bajo todas las condiciones de deformación, los valores de esfuerzo verdadero y deformación verdadera de pico

- $(\sigma_p$ y $\varepsilon_p)$ aumentan con el aumento de la velocidad de deformación y disminuyen con un incremento de la temperatura y viceversa.
2. Las curvas de fluencia obtenidas exhiben el comportamiento esperado cuando tiene lugar el fenómeno de recristalización dinámica. Para todos los aceros se observa un comportamiento de pico simple, cuando los mismos son ensayados utilizando velocidades de deformación de 0.01 y 0.001s^{-1} para todo el intervalo de temperaturas estudiado, mientras que la recristalización cíclica se ve más favorecida para las condiciones de alta temperatura (1100°C) y baja velocidad de deformación (0.001s^{-1}), especialmente para el acero sin contenido de boro, y los aceros B1 y B2, con 14 y 33 ppm de boro, respectivamente.
 3. Los valores de esfuerzo pico (σ_p) y deformación pico (ε_p) tienden a disminuir a medida que aumenta el contenido de boro en los aceros, lo cual demuestra que el boro tiene un efecto de ablandamiento sobre el acero, adicional al producido por la aparición de la recristalización dinámica (DRX). El acero B5 con 214 ppm de boro exhibió el más grande efecto de ablandamiento.

4.2.1 Conclusiones derivadas del cálculo de las condiciones críticas para el inicio de la recristalización dinámica.

1. Para los presentes aceros A-UHSS microaleados con boro, el método matemático de la doble diferenciación de las curvas de fluencia en caliente (método de Poliak y Jonas), permitió determinar efectivamente las condiciones críticas para el inicio de la recristalización dinámica.
2. Ambos el esfuerzo crítico (σ_c) y deformación crítica (ε_c) tienden a disminuir con el incremento del contenido de boro en los aceros, lo cual revela que el boro adelanta el inicio de la recristalización dinámica.
3. La media de la relación crítica de esfuerzo ($R_\sigma = \sigma_c/\sigma_p$) y relación crítica de deformación ($R_\varepsilon = \varepsilon_c/\varepsilon_p$) de los aceros fue de 0.82 y 0.53, respectivamente. Estas relaciones son consistentes con valores reportados para otras aleaciones, particularmente aceros C-Mn, aceros microaleados, aceros de alto carbono y aceros inoxidable.

4.2.2 Conclusiones derivadas del modelado de las curvas de fluencia en caliente

1. Las relaciones esfuerzo-deformación como una función de la temperatura y la velocidad de deformación fueron exitosamente descritas sobre la base de aproximación propuesta por Estrin, Mecking, y Bergström, vía la ecuación clásica de Avrami y mediante la función convencional de seno hiperbólico.
2. El análisis de los parámetros de modelado de las curvas de fluencia en caliente muestra que las adiciones de boro juegan un mayor rol en los mecanismos de ablandamiento que en los de endurecimiento. La variación más notable se observó en la constante K_{Ω} .
3. La energía de activación para la recrystalización (Q_{rec}) es considerablemente menor en el acero con el mayor porcentaje en peso de boro, indicando que las adiciones de boro aceleran el inicio de la recrystalización dinámica.
4. Las constantes de modelado A y α tienden a incrementar y disminuir, respectivamente, con el aumento del contenido de boro en los aceros, lo cual indica que tanto el esfuerzo pico (σ_p) y el esfuerzo de estado estable (σ_{ss}) están fuertemente influenciados por las adiciones de boro.
5. El excelente ajuste entre las curvas de fluencia en caliente experimentales y las calculadas demuestran que el modelo llamado “aproximación de una variable” predice con razonable exactitud el comportamiento de fluencia en caliente de aceros A-UHSS microaleados con boro en el rango austenítico.

4.3 Conclusiones derivadas de los ensayos de relajación de esfuerzos

1. En ausencia de precipitación, la relación *esfuerzo vs log (tiempo)* es lineal bajo todas las condiciones de deformación y temperatura. La aparición de la precipitación conduce a la aparición de una meseta de esfuerzo y la relajación se reanuda una vez que la precipitación es completada.
2. La meseta de esfuerzo es menos marcada en la medida que se incrementa la temperatura de prueba, llegando al grado que a partir de 1000 °C los tiempos de inicio (P_s) y final (P_f) de la precipitación no pudieron ser detectados con claridad.
3. La presencia de boro ayuda a retardar la recrystalización de la austenita después de la

- deformación, lo cual se relaciona principalmente con segregación de boro a las dislocaciones y la formación de precipitados complejos de boro.
4. Los diagramas de Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) determinados tienden a adoptar la forma clásica de “C” para todos los aceros. La adición de boro tiende a acelerar la cinética de precipitación inducida por deformación, es decir, a disminuir los tiempos de comienzo de precipitación e induce a que ésta de inicio a mayores temperaturas.
 5. Se demuestra que la técnica de relajación de esfuerzos es una herramienta que permite estudiar la cinética de precipitación inducida por deformación y su interacción con la recristalización estática de la austenita en aceros A-UHSS microaleados con boro.

4.3.1 Conclusiones derivadas análisis de precipitados por TEM

1. Las partículas precipitadas más comunes evidenciadas en la meseta de precipitación en el acero sin contenido de boro se corresponden principalmente con VC de morfología esferoidal o cubica y de tamaño homogéneo superior a 100 nm.
2. La formación de precipitados es significativamente mayor y de menor tamaño de partículas en el acero B5 con 214 ppm de boro en comparación con el acero libre de boro. La naturaleza química de los precipitados en el acero B5 se corresponden con partículas de VC, BC, BN, B(C,N), y compuestos complejos o borocarburos $M_{23}(C, B)_6$
3. Se corrobora que la técnica de extracción de precipitados por réplica de carbono es de bastante utilidad para el análisis de la morfología, tamaño y naturaleza química de las partículas precipitadas en aceros.

4.4 Conclusiones derivadas de los ensayos de dilatometría

1. El inicio y final de las transformaciones de fase detectados a partir de los puntos de inflexión en las curvas dilatométricas fueron validados mediante análisis metalográfico y ensayos de dureza, lo cual corrobora la eficacia de esta técnica experimental para la investigación de la cinética de transformaciones de fase.
2. La presencia de boro en el acero tiende a incrementar ligeramente las temperaturas

intercríticas de transformación Ac_1 y Ac_3 y, por el contrario, a disminuir la de inicio de transformación martensítica (M_s).

3. Las adiciones de boro al acero retrasan o inhiben la cinética de transformación de fase de austenita a ferrita, promoviendo de esta manera la formación de estructuras bainítico-martensíticas.
4. Las adiciones de boro producen un desplazamiento de las curvas de transformación de enfriamiento continuo (CCT) hacia la derecha, por tanto, incrementando la templabilidad de los aceros.
5. Para los presentes aceros experimentales, los diagramas teóricos de transformación isotérmica y enfriamiento continuo TTT/CCT, no revelan claramente la influencia del boro en la cinética de las transformaciones de fase, mientras que los diagramas experimentales determinados resultan de mayor fiabilidad.

RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS.

- 1) Llevar a cabo un estudio adicional sobre el comportamiento de ductilidad y fluencia en caliente de este tipo de aleaciones, haciendo énfasis en el rol del Ti con respecto a la relación B/N.
- 2) Realizar un estudio específico sobre la distribución y segregación de equilibrio y de no equilibrio del boro mediante técnicas adicionales como SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) o PTA (Particle Tracking Autoradiography), que ayuden a aclarar los mecanismos de difusión del boro en este tipo de aceros.
- 3) Profundizar en investigaciones posteriores sobre la influencia de la variación de la cantidad y velocidad de deformación en la cinética de precipitación inducida por deformación y recristalización de la austenita.
- 4) Llevar a cabo pruebas de nanoindentación que corroboren la naturaleza de cada una de las fases transformadas bajo enfriamiento continuo.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] Committee on Automotive Applications, International Iron & Steel Institute, Advanced High Strength Steel Application Guidelines, (2009), pp. 1-13.
- [2] A. Grajcar, R. Kusiak, W. Ozgowicz, K. Golombek, Physical simulation of thermomechanical processing of new generation advanced high strength steels, CMMS, 12, (2012), pp. 115-129.
- [3] J.G. Speer, E. De Moor, K.O. Findley, D.K. Matlock, B.C. De Cooman, D.V. Edmonds, Analysis of microstructure evolution in quenching and partitioning automotive sheet steel, Metall. Mater. Trans. A, 42A, (2011), pp. 3591-3601.
- [4] R. Kuziak, R. Kawalla, S. Waengler, Advanced high strength steel for automotive industry, Archives of Civil and Mechanical Engineering, 8, (2008), pp. 103-118.
- [5] R. Kuziak, M. Pietrzyk, Physical and numerical simulation of the manufacturing chain for the DP steels strips, Steel Research International, Special Edition: Technology of Plasticity, (2011), pp. 756-761.
- [6] K. Eberle, P. Cantinieaux, P. Harlet, New thermomechanical strategies for the production of high strength low alloy multiphase steels showing a transformation induced plasticity (TRIP) effect, Steel Research, 70, (1999), pp. 233-238.
- [7] W. Bleck, K. Phiu-On, Microalloying of cold-formable multiphase steels grades, Materials Science Forum, 500-501 (2005), pp. 97-112.
- [8] L. Duensing, Explaining advanced high-strength steels, Modern Metals, October, (2006), pp. 92-94.
- [9] B. Mintz, S. Yue, J.J. Jonas, Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking during continuous-casting, International Materials Reviews, 36, (1991), pp. 187-217.
- [10] B. Mintz, D.N. Crowther. Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking in continuous casting. International Materials Reviews, 55, (2010), pp. 168-196.
- [11] B. Mintz, The influence of composition on the hot ductility of steels and to the problem of transverse cracking, ISIJ Int., 39, (1999), pp. 833-855.
- [12] N.E. Hannerz, Critical hot plasticity and transverse cracking in continuous slab casting with particular reference to composition, Trans. Iron Steel Inst. Jpn, 25, (1985), pp. 149-158.
- [13] W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, Grain boundary segregation of copper, tin and antimony in C-Mn Steels at 900 °C, J. Materials Science, 19, (1984), pp. 2136-2144.
- [14] W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, The effect of Sn, Al and N on the hot ductility of a carbon-manganese steel between 700-1200 °C, Met. Trans., 19, (1988), pp. 1305-1309.
- [15] C. Nagasaki, J. Kihara, Effect of copper and tin on hot ductility of ultra-low ISIJ Int., 37, (1997), pp. 523-530.
- [16] A. Cowley, B. Mintz, Relative importance of transformation temperatures and sulphur content on hot ductility of steels, Mater. Sci. Technol., 20, (2004), pp. 1431-1439.
- [17] J. Calvo, J.M. Cabrera, A. Rezaeian, S. Yue, Evaluation of the hot ductility of a C-Mn steel produced from scrap recycling, ISIJ Int., 47, (2007), pp. 1518-1526.
- [18] M.A. Noguez-Amaya, T. Robert-Núñez, G. Salas-Baunet, J.G. Ramírez-Vieyra, Efecto de los elementos residuales en los aceros 1018 Comerciales, XXV Simposio Nacional de Siderurgia, México, (2005).

- [19] H. Matsuoka, K. Osawa, M. Ono, Influence of Cu and Sn on hot ductility of steels with various C content, *ISIJ Int.* 37, (1997), pp. 255-262.
- [20] W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, High-temperature ductility loss in carbon- manganese and niobium-treated steels, *Metall. Trans. A-Physical Metallurgy and Materials Science*, 17, (1986), pp. 1995-2006.
- [21] B. Mintz, J.M. Arrowsmith, Hot-ductility behaviour of C-Mn-Nb-Al steels and its relationship to crack propagation during the straightening of continuously cast strand, *Met. Technol.*, 6, (1979), pp. 24-32.
- [22] B. Mintz, A. Cowley, C. Talian, D.N. Crowther, R. Abushosha, Influence of P on hot ductility of high C, Al and Nb containing steels, *Mater. Sci. Technol.* 19, (2003), 184–188.
- [23] D.N. Crowther, B. Mintz, Influence of carbon on hot ductility of steels, *Mater. Sci. Technol.*, 2, (1986), pp. 671-676.
- [24] L.E. Cepeda, J.M. Rodríguez-Ibabe, J.J. Urcola, M. Fuentes, Influence of dynamic recrystallization on hot ductility of aluminum killed mild-steel, *Mater. Sci. Technol.* 5, (1989), pp. 1191-1199.
- [25] T. Revaux, P. Deprez, J.P. Bricout, J. Oudin, In-situ solidified hot tensile test and hot ductility of some plain carbon-steels and microalloyed steels, *ISIJ Int.*, 34, (1994), pp. 528-535.
- [26] R. Abushosha, S. Ayyad, B. Mintz, Influence of cooling rate on hot ductility of C-Mn-Al and C-Mn-Nb-Al steels, *Mater. Sci. Technol.*, 14, (1998), pp. 346-351.
- [27] R. Abushosha, R. Vipond, B. Mintz, Influence of sulfur and niobium on hot ductility of as-cast steels, *Mater. Sci. Technol.*, 7, (1991), pp. 1101-1107.
- [28] S.K. Kim, J.S. Kim, N.J. Kim, Effect of boron on the hot ductility of Nb-containing steel. *Metall. Mater. Trans.* 33A, (2002), pp. 701-704.
- [29] S. Ueda, M. Ishikawa, N. Ohashi: in *Boron in Steel*, S.K. Banerji and J.E. Morral, eds., TMS-AIME, New York, NY, (1980), pp. 181-198.
- [30] E.D. Hondros, M.P. Seah, Segregation in interfaces, *Int. Met. Rev.*, 22, (1977), pp. 262-301.
- [31] K. Laha, J. Kyono, T. Sakai, S. Kishimoto, N. Shinya, Austenitic stainless steel through the self-healing effect of boron for creep cavitation, *Metall. Mater. Trans. A*, 36, (2005), pp. 399-409.
- [32] S.H. Song, A.M. Guo, D.D. Shen, Z.X. Yuan, Effect of boron on the hot ductility of 2.25Cr1Mo steel, *Mater. Sci. Eng. A*, 360, (2003), pp. 96-100.
- [33] C. Krause, Nickel Aluminides, Breaking into the Marketplace, An Oak Ridge National Laboratory Report, TN, 1997.
- [34] C.M. Sellars, Modelling microstructural development during hot rolling, *Mater. Sci. And Tech.*, 6, (1990), pp. 1072-1081.
- [35] H.W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z.J. Dang, Effect of boron on hot ductility of low carbon low alloyed steel, *Mater. Sci. Technol.*, 17, (2001), pp. 843-846.
- [36] H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation-mechanism Maps. The plasticity and creep of metals and ceramics*, chapters 1-5, Ed. Pergamon Press, Oxford, (1982).
- [37] J.J. Jonas, Dynamic recrystallization—scientific curiosity or Industrial Tool?, *Mater. Sci. Eng. A*, 184, (1994), pp. 155-165.
- [38] G.R. Stewart, J.J. Jonas, F. Montheillet, Kinetics and critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization in 304 stainless steel, *ISIJ Int.*, 44, (9) (2004), pp. 1581-1589.
- [39] T. Sakai, J.J. Jonas, Dynamic recrystallization, Mechanical and microstructural considerations. *Acta Metall.*, 32, (1984), pp. 189-209.

- [40] J.J. Jonas, C.M. Sellars, W.J. McG. Tegart, Recrystallization of metals during hot deformation, *Metall. Rev.*, 14, (1969), pp. 1-12.
- [41] J.J. Jonas, H.J. McQueen, Recovery and recrystallization during high temperature deformation, in "Mise en forme de métaux et alliages", Chapter 6, 99-143, Editions du C.N.R.S., Paris. (1976).
- [42] H.J. McQueen, J.J. Jonas, Recovery and recrystallization during high temperature deformation, *Treatise on materials science and technology* 6. Academic Press, New York, (1975), pp. 394-490.
- [43] M.J. Luton, C.M. Sellars, Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation, *Acta Metall.*, 17, (1969), pp. 1033-1043.
- [44] C.M. Sellars, Hot working and forming processes, *Metals Forum*, 4, (1981), p.75.
- [45] E.I. Poliak, J.J. Jonas, A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization, *Acta Mater.*, 44, (1996), pp. 127-136.
- [46] S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri. An investigation on the effect of carbon and silicon on flow behavior of steel, *Materials and Design* 23, (2002), pp. 271-276.
- [47] Z. Xu, G.R. Zhang, T. Sakai, Effect of carbon content on static restoration of hot worked plain carbon steels, *ISIJ Int.*, 35, (2), (1995), pp. 210-216.
- [48] F. Escobar, J.M. Cabrera, J.M. Prado, Effect of carbon content on plastic flow behaviour of plain carbon steels at elevated temperature, *Mater. Sci. Technol.* 19, (2003), pp. 1137-1147.
- [49] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, Hot flow behavior of boron microalloyed steels, *Mater. Sci. Eng. A*, 480, (2008), pp. 49-55.
- [50] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, Hot ductility behavior of boron microalloyed steels, *Mater. Sci. Eng. A*, 460-461, (2007), pp. 464-470.
- [51] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, C. Maldonado, J.M. Cabrera, Hot ductility behavior of a low carbon advanced high strength steel (AHSS) microalloyed with boron, *Mater. Sci. Eng. A*, 528, (2011), pp. 4468-4474.
- [52] I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, Modeling of the hot deformation behavior of boron microalloyed steels under uniaxial hot compression conditions, *Int. J. Mat. Res. (formerly Z. Metallkd.)*, 99, (2008), pp. 1336-1345.
- [53] I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, C. Maldonado, J.M. Cabrera, Determination of the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization in boron microalloyed steels, *Mater. Sci. Eng. A*, 528, (2011), pp. 4133-4140.
- [54] F. Zarandi, S. Yue, The effect of boron on hot ductility of Nb-microalloyed steels, *ISIJ Int.*, 46, (2006), pp. 591-598.
- [55] I. Baker, E.M. Schulson, The Effect of boron on the chemistry of grain boundaries in stoichiometric Ni₃Al, *Philosophical Magazine*, 57, (1988), pp. 379-385.
- [56] 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, (1986), pp. 1395-1399.
- [57] E.M. Schulson, T.P. Weihs, D.V. Viens, I. Baker, Discussion of "the role of boron inductilizing Ni₃Al", *Acta Metall.*, 33, (1985), pp. 1587-1591.
- [58] S.F. Medina, Determination of precipitation-time-temperature diagrams for Nb, Ti, or V micro-alloyed steels. *J. Mater. Sci.*, 32, (1997), pp. 1487-1492.
- [59] J. Miltra, U.D. Kulkarni, G.K. Dey, Hardness based model for determining the kinetics of precipitation, *Mater. Sci. Eng. A*, 500, (2011), pp. 244-247.
- [60] R. Simoneau, G. Begin, A.H. Marquis, Progress of NbCN precipitation in HSLA steels as determined by electrical resistivity measurements, *Metal Sci.* 12, (1978), pp. 381-386.

- [61] M. Jahazi, J.J. Jonas, The non-equilibrium segregation of boron on original and moving austenite grain boundaries, *Mater. Sci. Eng. A*, 335, (2002), pp. 49-61.
- [62] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, W.P. Sun, Influence of boron on nature and distribution of strain induced precipitates in (Ti,Nb) high strength steels, *Mater. Sci. Technol.*, 8, (1992), pp. 628-636.
- [63] X.L. He, M. Djahazi, J.J. Jonas, J. Jackman, The non-equilibrium of boron during the recrystallization of Nb-treated HSLA steels, *Acta metall.*, 39, (1991), pp. 2295-2308.
- [64] W.J. Liu, J.J. Jonas, Ti(C,N) precipitation in microalloyed austenite during stress relaxation, *Metall. Trans. A*, 19, (1988), pp. 1415-1424.
- [65] S.H. Park, S. Yue, J.J. Jonas, Continuous-cooling-precipitation kinetics of Nb(C,N) in high strength low alloy steels, *Metall. Trans., A*, 23 (1992), pp. 1641-1651.
- [66] Z.H. Zhang, Y. Liu, X. Liang, Y. She, The effect of Nb on recrystallization behavior of a Nb micro-alloyed steel, *Mater. Sci. Eng. A*, 474, (2008), pp. 254-260.
- [67] A. Pandit, A. Murugaiyan, A.S. Podder, A. Haldar, D. Bhattacharjee, S. Chandra, R.K. Ray, Strain induced precipitation of complex carbonitrides in Nb-V and Ti-V microalloyed steels, *Scripta Mater.*, 53, (2005), pp. 1309-1314.
- [68] C. García Mateo, C.B. López, J.M. Rodríguez-Ibabe, Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels. *Mater. Sci. Eng. A*, 303, (2001), pp. 216-225.
- [69] P.D. Hodgson, S.H. Zehiri, J.J. Whaley, The static and metadynamic recrystallization behaviour of an X60 Nb microalloyed steel. *ISIJ Int.*, 44, (2004), pp. 1224-1229.
- [70] M. Džubinsky, Z. Husain, W.M. Haafien, Comparison of recrystallisation kinetics determined by stress relaxation, double hit, optical metallography and EBDS, *Materials Characterization*, 52, (2004), pp. 93-102.
- [71] B. Mirzakhani, M.T. Salehi, S.H. Khoddam, S.H. Seyedein, M.R. Aboutalebi, Investigation of dynamic and static recrystallization behavior during thermomechanical processing in a API-X70 microalloyed steel, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 18(8), (2009), pp. 1029-1034.
- [72] Zh.H. Zhang, Y. Liu, X. Liang, Y. She, The effect of Nb on recrystallization behavior of a Nb micro-alloyed steel, *Mater. Sci. Eng. A*, 474, (2008), pp. 254-260.
- [73] L.T. Mavropoulos, J.J. Jonas, *Can. Metall. Q.*, 27, (1988), pp. 235-46.
- [74] M. Djahazi, Influence of boron distribution on precipitation and recrystallization in hot worked austenite, Ph.D. Thesis, McGill University, Monreal, PQ, Canada, 1989.
- [75] L.T. Mavropoulos, J.J. Jonas, *Can. Metall. Q.*, 28, (1988), pp. 159-69.
- [76] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, THERMEC 88, *Proc. Int. Conf. on Phys. Metall. and thermomechanical processing of steels and other metals*, ISIJ Int., (1988), pp. 246-252.
- [77] J.C. Zhao, M.R. Notis, Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformation kinetics of steels: a phenomenological rationalization of experimental observations, *Mater. Sci. Eng. R15* (1995), pp. 135-208.
- [78] G. Xu, L. Wan, S. Yu, L. Liu, F. Luo, A new method for accurate plotting continuous cooling transformation curves, *Mater. Sci. Eng. A*, 62, (2008), pp. 3978-3980.
- [79] A.B. Cota, P.J. Modenesi, R. Barbosa, D.B. Santos, Determination of CCT diagrams by thermal analysis of an HSLA bainitic steel submitted to thermomechanical treatment, *Scripta Mater.* 40, (1999), pp. 165-169.
- [80] Y. Wei, X. Wei-hong, L. Ya-xiu, B. Bing-zhe, F. Hong-sheng, Effect of chromium on CCT diagrams of novel air-cooled bainite steels analyzed by neural network, *Journal of Iron and Steel Research International*, 14, (2007), pp. 39-42.

- [81] Y.E. Smith, C.A. Siebert, Continuous cooling transformation kinetics of thermomechanically worked low-carbon austenite, *Metall. Trans. ASM. 2A*, (1971), pp. 1711-1725.
- [82] P.A. Manohar, T. Chandra, C.R. Killmore, Continuous cooling transformation behaviour of microalloyed steels containing Ti, Nb, Mn and Mo, *ISIJ Int.*, 36, (1996), pp. 1486-1493.
- [83] S.W. Thompson, D.J. Colvin, G. Krauss, Continuous cooling transformations and microstructures in a low-carbon, high-strength low-alloy plate steel, *Metall. Trans. A. 21*, (1990), pp. 1493-1507.
- [84] W. Thompson, D.J. Colvin, G. Krauss, Austenite decomposition during continuous cooling of an HSLA-80 plate steel, *Metall. Mater. Trans. A. 27*, (1996), pp. 1557-1571.
- [85] M. Katsumata, O. Ishiyama, T. Inoue, T. Tanaka, Microstructure and mechanical properties of bainite containing martensite and retained austenite in low carbon HSLA steels *Metall. Trans. JIM. 32*, (1991), pp. 715-728.
- [86] J. Trzaska, L.A. Dobrzanski, Modelling of CCT diagrams for engineering and constructional steels, *Mater. Process. Technol.*, 192-193, (2007), pp. 504-510.
- [87] H.K. Bhadeshia, *Steels, Microstructures and Properties*. 3rd ed., Ed., Institute of Materials, London, (2006).
- [88] L.F. Moreno, Transformaciones de inequilibrio producidas por ciclos anisotérmicos en aceros inoxidable martensíticos tipo 13Cr y 14CrMoV. Tesis doctoral, Universidad Computense de Madrid, (1992).
- [89] R.W. Honeycombe, H.K. Bhadeshia, *Steels, Microstructure and Properties*, 2nd ed., England, (1995), pp. 83-139.
- [90] C. Zhang, D. Caia, Y. Wang, M Liu, B. Liao, Y. Fan. *Materials characterization*, 59, (2008), pp. 1638-1642.
- [91] S.S. Babu, G.M. Goodwin, R.J. Rohde, B. Sielen, Effect of residual boron on the microstructure of low-carbon steel resistance-seam welds, *Welding Research Supplement*, June, (1998), pp. 249-253.
- [92] H.K. Bhadeshia, L.E Svensson, Model for boron effects in steel welds, *Proc. International Conference Proceedings on Modeling and Control of Joining Processes*, Ed. T. Zacharia, AWS, (1993), pp. 153-160.
- [93] B. Kapadia, Prediction of the boron hardenability effect in steel- A comprehensive review, Hardenability concepts with applications to steel, *Con. Proc. Chicago*, 24-26 Oct., (1977), pp. 448-482.
- [94] B.M. Kapadia, R.L. Woodyatt, How manganese and boron affect?, *Metal Progress*, (1974), pp. 82-83.
- [95] X.M. Wang, X.L. He, Effect of boron addition on structure and properties of low carbon bainitic steels, *ISIJ Int.*, 42, (2002), pp. 38-46.
- [96] J. Adamczyk, A. Grajcar, Heat treatment and mechanical properties of low-carbon steel with dual-phase microstructure, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 22, (2007), pp. 13-20.
- [97] B. Ehrhardt, T. Gerber, Property related design of advanced cold rolled steels with induced plasticity, *Steel Grips*, 4, (2004), pp. 247-255.
- [98] B.M. Kapadia, Effect of boron additions on the toughness of heat-treated low-alloy steels, *J. Heat Treat.*, 5, (1987), pp. 41-53.
- [99] T.I. Titova, N.A. Shulgan, I. Yu Malykhina, Effect of boron microalloying on the structure and hardenability of building steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 49, (2007), pp. 39-44.

- [100] C.J. Heckmann, D. Ormston, F. Grimpe, H.G. Hillenbrand, J.P. Jansen, Development of low carbon Nb–Ti–B microalloyed steels for high strength large diameter line pipe, *Ironmaking & Steelmaking*, 32, (2005), pp. 337-341.
- [101] H.J. Jun, J.S. Kang, D.H. Seo, K.B. Kang, C.G. Park, Effects of deformation and boron on microstructure and continuous cooling transformation in low carbon HSLA steels, *Mater. Sci. Eng. A*, 422, (2006), pp. 157-162.
- [102] S.K. Maity, N.B. Ballal, G. Goldhahn, R. Kawalla, Development of ultrahigh strength low alloy steel through electroslag refining process, *ISIJ Int.*, 6, (2009), pp. 902-910.
- [103] M. Naderi, Hot stamping of ultra-high strength steels, Ph. D. Thesis, Aachen University, Aachen, Germany, (2007).
- [104] Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, R. Tricot, Influence of boron on the decomposition of austenite in low carbon alloyed steel, in: *Metallurgical Transactions*. 6, (1975), pp. 287-300.
- [105] X.P. Shen, R. Priestner, Effect of boron on the microstructure and tensile properties of dual-phase steel, *Metall. Mater. Trans. A*, 21A, (1990), pp. 2547-2553.
- [106] M.B. Verlag Stahleisen, H. Fabritius, Verein Deutscher Eisenhüttenleute, *Werkstoffkunde Stahh*, (1956), pp. 250-252.
- [107] C.E. Birchenall, Volume diffusion- An empirical survey of atom movements, *ASM*, (1951), pp. 112-128.
- [108] A. Brown, J.D. Garnish, R.W. Honeycombe, The distribution of boron in pure iron. *Metal Sci.*, 8, (1974), pp. 317-324.
- [109] M. Deighton, *J. Iron Steel Inst.*, 205, (1967), p. 535.
- [110] A. Brownrigg, G.O. Brown, *The Journal of the Australian Inst. Of Metals*, 17, (1972), p. 192.
- [111] R.M. Goldhoff, J.W. Spretnak, *J. of Metals*, (1957), pp. 1278-1283.
- [112] P.E. Busby, M.E. Warga, C. Wells, Diffusion and solubility of boron in iron and steel *J. of Metals*, (1953), pp. 1463-1468.
- [113] P.M. Strocchi, B.A. Melandri, A. Tamba, On the nature of boron solid solution in α -iron, *Nuovo Cim.*, 51, (1967), pp. 1-11.
- [114] Y. Hayashi, T. Sugeno, Nature of boron in α -iron, *Acta Metall.*, 18, (1970), 693–697.
- [115] M.E. Nicholson, *J. of Metals*, (1954), pp. 185-190.
- [116] R.M. Goldhoff, J.W. Spretnak. Boron segregation and temperature embitterment of ferrites steel, *J. Metals*, 9, (1957), pp. 745-751.
- [117] A.K. Shevelov, *Sov. Phys. Doklady*, 3, (1958), p. 1254.
- [118] H.J. Ooldschmidt, *J. Iron Steel Inst.*, 209, (1971), p. 900.
- [119] S. Shenhua, Y. Zhexi, X. Tingdong, Non-equilibrium segregation of boron at austenite grain boundaries, *Journal of Materials Science Letters*, 10, (1991), pp. 1232-1234.
- [120] D. McLean, "Grain Boundaries in Metals", Oxford University Press, (1957).
- [121] B. Serin, Y. Desalos, Ph. Maitrepierre, J. Rofes-Vernis, Caracteristiques de transformation et propriétés d'aciers a bas carbone au Nb-B, *Mém. Sei. Rev. Mét.*, 75, (1978), pp. 355-369.
- [122] J.H. Westbrook, K.T. Aust, Solute hardening at interfaces in high-purity lead-I grain and twin boundaries, *Acta Metall.*, 11, (1963), pp. 1151-1163.
- [123] H.J. Grabke, V. Leroy, H. Viehhaus, Segregation on the surface of steels in heat treatment and oxidation, *ISIJ Int.*, 35, (1995), pp. 95-113.
- [124] S. Suzuki, M. Tanino, Y. Waseda, Phosphorus and boron segregation at prior austenite grain boundaries in low-alloyed steels, *ISIJ Int.*, 42, (2002), pp. 676-678.
- [125] K.T. Aust, J.S. Armijo, E.F. Koch, J.H. Westbrook, Intergranular corrosion and electron microscopic studies of austenitic stainless steel, *Trans. ASM*, 60, (1967), pp. 360-372.

- [126] T.R. Anthony, Solute segregation in vacancy gradients generated by sintering and temperature, *Changes, Acta Metall.*, 17, (1969), pp. 603-609.
- [127] S.J. Bercovici, C.E.L. Hunt, P. Niessen, A model of vacancy flux induced segregation to grain-boundaries during cooling, *J. Mat. Sci.* 5, (1970), pp. 326-330.
- [128] T.M. Williams, A.M. Stoneham, D.R. Harries, The segregation of boron to grain boundaries in solution-treated type 316 austenitic stainless steel, *Met. Sci.* 10, (1976), pp. 14-19.
- [129] X. He, Y. Youyi, J. Ke, The hardenability of boron steel and the segregation of boron, *Acta Metall.*, Sin.19, (1983), p. A459.
- [130] B.J. Thomas, G. Henry, "Boron in Steel", *Proc. Int. Symp. On Boron Steels*, eds. S.K. Banerji and J.E. Morral, TMS/ AIME, (1980), p. 80.
- [131] Y. Chu and X. He, *Proc. Int. Conf. on HSLA Steels*, eds. D.P. Dunne and T. Chandra, ASM, (1984), p. 327.
- [132] W.T. Lankford, Some considerations of strength and ductility in continuous-casting process, *Metall. Trans.*, 3, (1972), pp. 1331-1357.
- [133] J.D. Lee, W.J. Kim, Compressive behaviour capable of predicting hot tensile ductility behavior in a 1-1% C-Mn steel, *Mater. Sci. Technol.*, 17, (2001), pp. 409-414.
- [134] B. Mintz, Importance of Ar₃ temperature in controlling ductility and width of hot ductility trough in steels, and its relationship to transverse cracking, *Mater. Sci. Technol.*, 12, (1996), pp. 132-138.
- [135] B. Patrick, V. Ludlow, Development of casting practices to minimize transverse cracking in microalloyed steels, *Rev. Metall.* 91, (1994), pp. 1081-1089.
- [136] Y. Maehara, K. Yasumoto, H. Tomono, T. Nagamichi, Y. Ohmori, Surface cracking mechanism of continuously cast low carbon low alloy steel slabs, *Mat. Sci. and Technol.*, 6, (1990), pp. 793-806.
- [137] B. Mintz, J.J. Jonas, Influence of strain-rate on production of deformation-induced ferrite and hot ductility of steels, *Mater. Sci. Technol.*, 10, (1994), pp. 721-727.
- [138] E. Hurtado-Delgado, R.D. Morales, Hot ductility and fracture mechanisms of a C-Mn-Nb-Al steel, *Metall. Mater. Trans. B*, 32, (2001), pp. 919-927.
- [139] J.R. Wilcox, R.W. Honeycombe, Effect of precipitation on hot ductility of niobium and aluminium microalloyed steels, *Mater. Sci. Technol.*, 3, (1987), pp. 849-854.
- [140] E.T. Turkdogan, Causes and effects of nitride and carbonitride precipitation in HSLA steels in relation to continuous casting, *Steelmaking Conf. Proc.*, 70, (1987), pp. 399-415.
- [141] G. V. 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 Politecnica de Cataluña, Barcelona, España, (2013).
- [142] S.F. Medina, C.A. Hernandez, The influence of chemical composition on peak strain of deformed austenite in low alloy and microalloyed steels, *Acta Mater.*, 44, (1996), pp. 149-154.
- [143] P.J. Wray, Effect of carbon content on the plastic flow of plain carbon steels at elevated temperatures, *Metall. Mater. Trans. A*, 13, (1982), pp. 125-134.
- [144] P.J. Wray, Effect of composition and initial grain size on the dynamic recrystallization of austenite in plain carbon steels, *Metall. Mater. Trans. A*, 15, (1984), pp. 2009-2019.
- [145] B. Mintz, R. Abushosha, D.N. Crowther, Influence of small additions of copper and nickel on hot ductility of steels, *Mat. Sci. Technol.*, 11, (1995), pp. 474-481.
- [146] B. Mintz, O. Comineli, L. P. Karjalainen, The influence of Ni on the hot ductility of C-Mn-Al, Cu containing steels as a way of preventing hot shortness, *Proc. of 59th Annual*

- Conference of Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM São Paulo, Brazil, (2004).
- [147] O. Comineli, H. Luo, H.M. Liimatainen, L.P. Karjalainen, Influence of Ni alloying on hot ductility of Ti-Nb steels, Proc. of 59th Annual Conference of Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, ABM São Paulo, Brazil (2004).
- [148] N. Imai, N. Komatsubara, K. Kunishige, Effect of Cu and Ni on hot workability of hot-rolled mild steel, *ISIJ Int.*, 37, (1997), pp. 224-231.
- [149] A.O. Humphreys, D.S. Liu, M.R. Toroghinezhad, J.J. Jonas, Effect of chromium and boron additions on the warm rolling behavior of low carbon steel. *ISIJ Int.*, (2002), pp. 52-56.
- [150] M.R. Toroghinezhad, A.O. Humphreys, E. Essadqi, F. Ashrafizadeh, A. Najafizadeh, J.J. Jonas, Effect of chromium, boron and manganese additions on the deformation and recrystallization textures of warm rolled low carbon steels, *ISIJ Int.*, 43, (2003), pp. 1842-1850.
- [151] M. Golja. Investigation of steel flow stress and plasticity at high temperature, *Kovine, Zlitine, Tehnologije*, 33, (1999), pp. 5-8.
- [152] K. Banks, A. Koursaris, F.F. Verdoorn, A. Tuling, Precipitation and hot ductility of low C-V and low C-V-Nb microalloyed steels during thin slab casting, *Mater. Sci. Technol.*, 17, (2001), pp. 1596-1604.
- [153] B. Mintz, R. Abushosha, The influence of vanadium on hot ductility of steel, *Ironmaking Steelmaking*, 20, (1993), pp. 445-452.
- [154] T.H. Coleman and J.R. Wilcox, Transverse cracking in continuously cast HSLA slabs-influence of composition”, *Mat. Sci. Technol.*, 1, (1985), pp. 80-83.
- [155] D.N. Crowther, M.J.W. Green, P.S. Mitchell, The Influence of composition on the hot cracking susceptibility during casting of microalloyed steels processed to simulate thin slab casting conditions, “Microalloying in Steels”, *Materials Science Forum*, Vols. 284-286, (1998), pp. 469-476.
- [156] B. Mintz, J. M. Arrowsmith, Influence of microalloying additions on hot ductility of steels, in “Hot Working and Forming Processes”, The Metals Society, (1980), pp. 99-103.
- [157] M. Ayada, M. Yuga, N. Tsuji, Y. Saito, A. Yoneguti, Effect of vanadium and niobium on restoration behavior after hot deformation in medium carbon spring steels. *ISIJ Int.*, 38, (1998), pp. 1022-1031.
- [158] D.A. Melford in "Residuals Additives and Materials Properties". Ed. by A. Kelly, D.W. Pashhley, E.D. Hondros, C. Lea, The Royal Society, London, (1980), pp. 89-103.
- [159] O. Comineli, R. Abushosha, B. Mintz, Influence of titanium and nitrogen on hot ductility of C-Mn-Nb-Al steels, *Mat. Sci. Technol.*, 15, (1999), pp. 1058-1068.
- [160] B. Mintz, Z. Mohamed and R. Abushosha, Influence of calcium on hot ductility of steels, *Mater Sci. Technol.*, 5, (1989), pp. 682-88.
- [161] K. Suzuki, S. Miyagawa, Y. Saito, K. Shiotani, Effect of microalloyed nitride forming elements on precipitation of carbonitride and high temperature ductility of continuously cast low carbon Nb containing steel slab, *ISIJ Int.*, 35, (1995), pp. 34-41.
- [162] T.D. Xu, S.H. Song, Z.X. Yuan, Z.S. Yu, Two types of boron segregation at austenite grain boundaries and their mutual relation, *J. Mater. Sci.* 25 (1990), pp. 1739-1744.
- [163] S.H. Song, T.D. Xu, Z.X. Yuan, Z.S. Yu, Equilibrium grain-boundary segregation and the effect of boron in B-doped Fe-30wt% Ni austenitic alloy, *Acta Metall. Mater.* 39, (1991), pp. 909-914.
- [164] T.D. Xu, S.H. Song, H.Z. Shi, W. Gust, Z.X. Yuan, A method of determining the

- diffusion coefficient of vacancy-solute atom complexes during the segregation to grain boundaries, *Acta Metall. Mater.* 39, (1991), pp. 3119-3124.
- [165] X.L. He, Y.Y. Chu, J.J. Jonas, The grain boundary segregation of boron during isothermal holding, *Acta Metall.*, 37, (1989), pp. 2905-2916.
- [166] Z.L. Zhang, Q.Y. Lin, Z.S. Yu, Non-equilibrium intergranular segregation in ultra-low C steel, *Mater. Sci. Technol.*, 16, (2000), pp. 305-308.
- [167] M.P. Seah, Adsorption-induced interface decohesion, *Acta Metall.*, 28, (1980), pp. 955-962.
- [168] M. Lagerquist, R. Lagneborg, The influence of boron on the creep properties of austenitic stainless steel, *Scand. J. Metall.*, 1, (1972), pp. 81-86.
- [169] L.H. Chown, L.A. Cornish. Investigation on hot ductility in Al-Killed boron steels. *Mater. Sci. Eng. A*, 494, (2008), pp. 263-275.
- [170] K.C. Cho, D.J. Mun, J.Y. Kim, J. K. Park, J.S. Lee, Y.M. Koo. Effect of precipitation behavior on the hot ductility of boron containing steel, *Metall. Mater. Trans. A*, 46, (2010), pp. 1421-1428.
- [171] C. Marique and P. Messien, *Rev. Metall.*, 87, (1990), pp. 599-609.
- [172] F. Boratto, C. Weidig, P. Rodrigues, B.M. Gonzalez, *Wire J. Int.*, 26, (1993), pp. 86-89.
- [173] J. Calvo-Muñoz, 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 Politecnica de Cataluña, Barcelona, España, (2006).
- [174] R. Abushosha, S. Ayyad, B. Mintz, Influence of cooling rate and MnS inclusions on hot ductility of steels, *Mater. Sci. Technol.*, 14, (1998), pp. 227-235.
- [175] R. Abushosha, O. Comineli, B. Mintz, Influence of Ti on hot ductility of C-Mn-Al steels, *Mater. Sci. Technol.*, 15, (1999), pp. 278-286.
- [176] I.S. Chang, S.G. Cho, Effect of cooling rate and strain rate on hot ductility of B steel, *J. Korean Inst. Met. Mater.*, 31, (1993), pp. 64-72.
- [177] K. Yamamoto, H. G. Suzuki, Y. Oona, N. Nodec, T. Inoue, Formation mechanism and prevention of facial cracks of continuously cast steel slabs containing boron, *Tetsu-to-Hagane*, 73, (1987), pp. 111-122.
- [178] L.H. Chown, A.S. Tuling, The influence of cooling rate on hot ductility in a low carbon boron steel, 15th International Congress on Electron Microscopy (ICEM) Conference Proceedings, 15, (2002), pp. 767-768.
- [179] I.S. Chung, S.G. Cho, *J. Korean Inst. Met. Mater.* 31, Jan. (1993), pp. 64-72.
- [180] J.M. Cabrera, A. Al Omar, J.M. Prado, J. J. Jonas, in Proceedings of ReX'96. The third international conference on recrystallization and related Phenomena. Ed. Terry R. McNelley, Monterey Institute of Advanced Studies, Monterey, California, USA, (1997), pp. 381-388.
- [181] J. Gil Sevillano, Flow stress and work hardening in "Materials Science and Technology", vol. 6 "Plastic Deformation and Fracture of Materials", chapter. 2, pp 19-88, Ed. R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer. (1991).
- [182] R.W. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, ed. John Wiley and Sons, (1995), pp. 124-127.
- [183] W. Roberts, B. Ahlblom, A nucleation criterion for dynamic recrystallization during hot working, *Acta Metall.*, 26, (1978), pp. 801-813.
- [184] N.D. Ryan, H.J. McQueen, Comparison of dynamic softening in 301, 304, 316, and 317 stainless steels, *High Temperature Technology*, 8, (1990), pp. 185-200.

- [185] A. Al Omar, Caracterización dinámica de dos aceros microaleados de medio carbono mediante ensayos de compresión a alta temperatura. Aplicación de mapas de procesado, Tesis doctoral, Universidad Politecnica de Cataluña, Barcelona, España, (2006).
- [186] M.G. Akben, I. Weiss, J.J. Jonas, Dynamic precipitation and solute hardening in a V microalloyed steel and two Nb steels containing high levels of Mn, *Acta Metall.*, (1981), pp. 111-121.
- [187] M.G. Akben, T. Chandra, P. Plassiard, J.J. Jonas, Dynamic precipitation and solute hardening in a titanium microalloyed steel containing three levels of manganese, *Acta Metall.*, 32, (1984), pp. 591-601.
- [188] J.P. Michel, M.G. Akben, J.J. Jonas, Etude de la precipitation dynamic de Nb(CN), VN et AlN dans l'austeniténite d'aciers á bas carbone, *Revue de Métallurgie*, 78, (1981), p. 823.
- [189] E.P. Abrahamson, B.S. Blakeney Jr, The effect of dilute transition element additions on the recrystallization of Iron, *Transactions of the Metallurgical Society, AIME*, 218, (1960), pp. 1101-1104.
- [190] J.P. Michel, J.J. Jonas, Precipitation kinetics and solute strengthening in high temperature austenites containing Al and N, *Acta Metall.*, 29, (1981), pp. 513-526.
- [191] J.J. Jonas, M.G. Akben, Retardation of austenite recrystallization by solutes: a critical appraisal, *Metals Forum*, 4, (1981), pp. 92-101.
- [192] J.J. Jonas, I. Weiss, Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels, *Met. Sci.*, (1979), pp. 238-245.
- [193] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, W.P. Sun, Nb(C,N) precipitation and austenite in boron-containing high strength low, alloy steels, *Metall., Trans., A*, 23, (1992), pp. 2111-2120.
- [194] B. Dutta, C.M. Sellars, Effect of composition and process variables on Nb(C,N) precipitation in Nb microalloyed austenite, *Mater. Sci. Technol.*, 3, (1987), pp. 197-206.
- [195] I. Weiss, J.J. Jonas, Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels, *Metall. Trans., A*, 10, (1979), pp. 831-840.
- [196] M.G. Akben, B. Bacroix, J.J. Jonas, Effect of V and Mo addition on high temperature recovery, recrystallization and precipitation behavior of Nb-based microalloyed steels, *Acta Metall.*, 31, (1983), pp. 161-174.
- [197] M.J. Crooks, A.J. Garratt-Reed, J.B. Vander Sande, W.S. Owen, Precipitation and recrystallization in some V and V-Nb microalloyed steels, *Metall. Trans., A*, 12, (1981), pp. 1999-2013.
- [198] W.J. Liu, J.J. Jonas, Nucleation kinetics of Ti carbonitride in microalloyed austenite, *Metall. Trans., A*, 20, (1989), pp. 689-697.
- [199] G.F. Zhou, M. Wen, P. Li, X. He, Effect of copper and boron content on strain-induced Nb(C,N) precipitation in ULCB steels at hot deformation temperature, *Acta Metall.*, 13, (2000), pp. 623-628.
- [200] S. Yang, X. He, M. Chen, Z. Dang, T. Ko, *Mater., Sci., Eng.*, 12, (1994), p. 49.
- [201] A.B. Quispe, S.F. Medina, J.M. Cabrera, J.M. Prado, Diagrama de Recristalización-Precipitación- Tiempo-Temperatura (RPTT) de un acero microaleado al vanadio con 0.35% C, *Rev. Metal.*, 34, (1998), pp. 342-346.
- [202] J.M.R. Santos, Interação entre a recristalização e a precipitação induzida por deformação de um aço microligado ao Nióbio e um açomicroligado ao Vanádio. Tesis doctoral. Universidad Federal de São Carlos, Brazil, (1998).
- [203] E. López-Chipres, Estudio del comportamiento a fluencia de aceros microaleados al boro, Tesis doctoral, IIM-UMSNH, Morelia, México, (2008).

- [204] W. Roberts: Deformation, Processing and Structure, G. Krauss, ed., ASM, Metals Park, OH, 1982, pp. 109-184.
- [205] W. Blum: in Materials Science and Technology, R.W. Cahn, P. Haasen, and E.J. Kramer, eds., VCH, Weinheim, 1991, vol. 6, pp. 363-405.
- [206] U.F. Kocks Laws for work-hardening and low temperature creep, Eng. Mater. Technol., Trans., ASME, 98, (1976), pp. 76-85.
- [207] Y. Estrin, H. Mecking, A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter model, Acta Metall., 32 (1) (1984), pp. 57-70.
- [208] Y. Bergström, A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline α -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations, Mater. Sci. Eng., 5, (1969-70), pp. 193-200.
- [209] E. Voce, The relationship between stress and strain for homogeneous deformation, J. Inst. Metals, 74, (1948), pp. 537-540.
- [210] Y. Bergström, B. Aronsson, The application of a dislocation model to the strain and temperature dependence of strain hardening exponent n in the Ludwik-Hollomon relation between stress and strain in mild steels, Metall. Trans., 3, (1972), pp. 1951-1957.
- [211] A. Laasraoui, J.J. Jonas, Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rate, Metall. Trans., vol. 22, (1991), pp. 1545-1558.
- [212] J.M. Cabrera, A. Al Omar, J.J. Jonas, J.M. Prado, Modeling the flow behavior of a medium carbon microalloyed steel under hot working conditions, Metall. Mater. Trans. 28A, (1997), pp. 2233-2244.
- [213] M. El Wahabi, J.M. Cabrera, J.M. Prado, Hot working of two AISI 304 steels: a comparative study, Mater. Sci. Eng. A. 343, (2003), pp. 116-125.
- [214] Yin-Jiang Qin, Qing-Lin Pan, Yun-Bin He, Wen-Bin Li, Xiao-Yan Liu, Xi Fan, Modeling of flow stress for magnesium alloy during hot deformation, Mater. Sci. Eng. A, 527 (2010), pp. 2790-2797
- [215] F. Montheillet, Modeling the steady state regime of discontinuous dynamic recrystallization, The Fourth International Conference on Recrystallization and Related Phenomena. Ed. T.Sakai and H.G. Suzuki, The Japan Institute of Metals, (1999), pp. 651-658.
- [216] R. Sandström, R. Lagneborg, A model for hot working occurring by recrystallization, Acta Metall., 23, (1975), pp. 387-398.
- [217] K. Marthinsen, O. Lohne, E. Nes, The development of recrystallization microstructures studied experimentally and by computer simulation, Acta Metallurgica, 37, (1989), pp. 135-145.
- [218] H.W. Hesselbarth, I.R. Göbel, Simulation of recrystallization by cellular automata, Acta Metallurgica, 39, (1991), pp. 2135-2143.
- [219] S. Brown, J. Wlassich, Application of invariant set theory to dynamic recrystallization constitutive behavior, Metall. Trans., 23A, (1992), pp. 2091-2103.
- [220] R.A. Vandermeer, Modeling microstructural evolution during recrystallization, Scripta Mater., 27, (1992), pp. 1563-1568.
- [221] D.J. Jensen, Modelling of microstructure development during recrystallization, Scripta Metall. Mater., 27, (1992), pp. 1551-1556.
- [222] F.J. Humphreys, A network model for recovery and recrystallization, Scripta Mater., 27, (1992), pp. 1557-1562.

- [223] C. Devadas, I.V. Samarasekera, E.B. Hawbolt, The thermal and metallurgical state of steel strip during hot rolling: Part III. Microstructural evolution, *Metall., Trans.*, 22A, (1991), pp. 335-349.
- [224] F. Garofalo, An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metals, *Transactions of AIME*, vol 227, (1963), pp. 351-356.
- [225] C.M. Sellars, W.J. McG. Tegart, La relation entre la résistance et la structure dans la déformation a chaud, *Mémoires Scientifiques de la Revue de Metallurgie*, vol LXIII, n°9, (1966), pp. 731-746.
- [226] C. Capdevila, F.G. Caballero, C. García de Andrés, Aspectos relevantes de la transformación de austenita en ferrita alotriomórfica e idiomórfica, *Rev. Metal.*, Madrid. (2005), pp. 213-216.
- [227] R.F. Mehl, The structure and rate of formation of pearlite. *Trans. Am. Soc. Metals*, 29, (1941), pp. 813-862.
- [228] J.R. Yang, H.K. Bhadeshia, Thermodynamics of the acicular ferrite transformation in alloy-steel weld deposits, *Mater. Sci. Tech.* 5, (1989), pp. 93-97.
- [229] I. Madariaga, I. Gutiérrez and H.K.D.H. Bhadeshia, Acicular ferrite morphologies in a medium carbon microalloyed steel, *Metall. Trans. A* 32, (2001), pp. 2187-2197.
- [230] Ph. Maitrepierre, J. Rofes-Vernis, D. Thivellier, Structure-Properties Relationships in boron steels, *Boron in Steel*, The Metallurgical Society of AIME, (1979), pp. 1-18.
- [231] Z. Nishiyama, *Martensite Transformation*, English edition, Academic Press, New York, 1978.
- [232] M.S. Wechsler, D.S. Lieberman, T.A. Read, On the theory of the formation of martensite, *Trans. AIME J. Metals*. 197, (1953), pp. 1503-1515.
- [233] K.W. Andrews, Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures, *Journal of the Iron Steel Inst.*, 203, Part 7, (1965), pp. 721-727.
- [234] C. Capdevila, F.G. Caballero, C. García de Andrés, Analysis of the effect of alloying elements on the martensite-start temperature of the steels. *Mater. Sci. Tech.* 19, (2003), pp. 581-586.
- [235] W. Steven, A.G. Haynes, The temperature of formation of martensite and bainite in low alloy steels, *J. Iron Steel Inst.* 183, (1956), pp. 349-359.
- [236] G. Krauss, Martensite in steel, strength and microstructure, *Mater. Sci. Eng. A*, 40, (1999), pp. 273-275.
- [237] G.A. Toledo, O. Campo, E. Lainez: *Steel Res.*, vol. 64, (1993), pp. 293-99.
- [238] ASTM E8 Standard, Standard test methods for tension testing of metallic materials, 2011, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, DOI: 10.1520/E0008_E0008M-11 www.astm.org. (2011), p. 27.
- [239] ASTM, Standard test methods for elevated tension tests of metallic materials, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 21-92.
- [240] ASTM, Standard test methods for testing at high temperature of metallic materials, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 8-00M.
- [241] E.I. Poliak, J.J. Jonas, Initiation of dynamic recrystallization in constant strain rate hot deformation, *ISIJ Int.* 43, (2003), pp. 684-691.
- [242] E.I. Poliak, J.J. Jonas, Critical strain for dynamic recrystallization in variable strain rate hot deformation, *ISIJ Int.*, 43, (2003), pp. 692-700.
- [243] A. Najafzadeh, J.J. Jonas, Predicting the critical stress for initiation of dynamic recrystallization, *ISIJ Int.*, 46, (2006), pp. 1679-1684.

- [244] N.D. Ryan, H.J. McQueen, Dynamic softening mechanisms in 304 austenitic stainless steel, *Can. Metall., Q.*, 29, (1990), pp. 147-162.
- [245] K.T. Park, E.J. Lavernia, F.A. Mohamed, High-temperature deformation of 6061 Al, *Acta Metall.*, 42, (1994), pp. 667-678.
- [246] ASTM Standard Test Method for Microhardness of Materials. E-384, 2006, USA.
- [247] J.C. Ion, K.E. Easterling, M.F. Ashby, A second report on diagrams of microstructure and hardness for heat-affected zones in weld, *Act Metall.*, 32, (1984), pp. 32-38.
- [248] I. Mejía, A. García de la Rosa, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, Mechanical properties and microstructure of low carbon ultra-high strength steels (UHSS) microalloyed with boron, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 1373, (2012), pp. 89-94.
- [249] A.J. DeArdo, Accelerated cooling: A Physical Metallurgy Perspective, *Can. Metall. Q.* 27, (1998), pp. 141-154.
- [250] A. Ghosh, B. Mishra, S. Das, S. Chatterjee, Microstructure, properties, and age hardening behavior of a thermomechanically processed ultralow-carbon Cu-bearing high-strength steel, *Metall. Mater. Trans. A*.36, (2005), pp. 703-713.
- [251] S.K. Ghosh, A. Haldar, S. Ganguly, P.P. Chattopadhyay, Development of high-strength Cu-Ni-Ti-B multiphase steel by direct air cooling, *Metall. Mater. Trans. A*.39, (2008), pp. 2555-2567.
- [252] S.K. Ghosh, A. Haldar, P.P. Chattopadhyay, The influence of copper addition on microstructure and mechanical properties of thermomechanically processed microalloyed steels, *J. Mater. Sci.* 44, (2009), pp. 580-590.
- [253] 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.
- [254] M.K. Miller, P.J. Pareige, K.F. Russell, Seeing and catching atoms, An Oak Ridge National Laboratory Report, TN, 2001.
- [255] A.K. Ghosh, D.H. Bae, S.L. Semiatin, in D.U. Furrer and S.L. Semiatin eds., Fundamental of modeling for metals processing, *ASM Metals Handbook*, vol. 22A, ASM International, Materials Park, OH, (2009), pp. 339-44.
- [256] F.G. Wilson, T. Gladman, Aluminium nitride in steel, *Int. Mater. Rev.*, 33, (1988), pp. 221-286.
- [257] S.I. Kim, S.H. Choi, Y. Lee, Influence of phosphorous and boron on dynamic recrystallization and microstructures of hot-rolled interstitial free steel, *Mater. Sci. Eng. A*, 406, (2005), pp. 125-133.
- [258] S. Sakui, T. Sakai, K. Takeishi, Hot deformation of austenite in a plain carbon steel, *Trans ISIJ.*, 17, (1977), pp. 718-725.
- [259] A.M. Elwazri, P. Wanjara, S. Yue, Dynamic recrystallization of austenite in microalloyed high carbon steels, *Mater. Sci. Eng. A*, 339, (2003), pp. 209-215.
- [260] M. Ueki, Sh. Horie, T. Nakamura, High temperature deformation and thermomechanical treatment of low carbon steel and vanadium – niobium microalloyed steel. *Trans ISIJ*, 27, (1987), pp. 453-459.
- [261] W. Sun, Ch. Lu, A.K. Tieu, Zh. Jiang, Influence of Nb, V and Ti on peak strain of deformed austenite in Mo based microalloyed steels, *Journal of Materials Processing Technology*, 125-126, (2002), pp. 72-76.
- [262] C.M. Sellars, The physical metallurgy of hot working, *Proc. in International Conference on hot working and forming processes*, 1. Maney Publishing, 1979. C.M. Sellars and G.J. Davies Eds.

- [263] A. Le Bon, J. Rofes-Vernis, C. Rossard, Recrystallisation et precipitation provoquées par la deformation à chaud: cas d'un acier de construction soudable au niobium, *Mem. Sci. Rev. Met.*, LXX (7-8), (1973), pp. 577-588.
- [264] I. Weiss, T. Sakai, J.J. Jonas, Effect of test method on transition from multiple to single peak dynamic recrystallization, *Metal Science*, 18(2), (1984), pp. 77-84.
- [265] Y.N. Gornostyrev, M.I. Katsnelson, A.Y. Stroev, A.V. Trefilov, Impurity-kink interaction in the two dimensional Frenkel-Kontorova model, *Phys. Rev. B: Condens. Matter*, 71, (2005), pp. 1-7.
- [266] K., Okazaki, Solid-solution hardening and softening in binary iron-alloys, *J. Mater. Sci.*, 31, (1996), pp. 1087-1099.
- [267] B.V. Petukhov, Effect of solid-solution softening of crystalline materials: Review, *Crystallography Reports*, 52, (2007), pp. 112-122.
- [268] K.T. Aust, R.E. Hanneman, P. Niesssen, J.H. Westbrook, Solute-induced hardening near grain boundaries in zone-refined metals, *Acta Metall.*, 16, (1968), pp. 291-302.
- [269] K.T. Aust, J.H. Westbrook, in: R.M.J. Cotterill, M. Doyama, J.J. Jackson, M. Meshii, *Lattice defects in quenched metals*, Academic Press, New York, (1965), pp. 771-776.
- [270] J.W. Christian, *The theory of transformations in metal and alloys*, Pergamon 2002, vol. I & II, 3rd Ed.,
- [271] L. Cheng, A. Böttger, T.H. de Keijser, E.J. Mittemeijer, Lattice parameters of iron-carbon and iron-nitrogen martensites and austenites, *Scripta Metallurgica et Materiala*, 24(3), (1990), pp. 509-514.
- [272] D.J. Dyson, B. Holmes, Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite, *Journal of the Iron and Steel Institute* 208(5), (1970), pp. 469-474.
- [273] M. Onink, C.M. Brakman, F.D. Tichelaar, E.J. Mittemeijer, S. van der Zwaag, The lattice parameters of austenite and ferrite in Fe-C alloys as functions of carbon concentration and temperature, *Scripta Metallurgica et Materiala*, 29, (1993), pp. 1011-1016.
- [274] S. Serajzadeh, A.K. Taheri, An investigation into the effect of carbon on the kinetics of dynamic restoration and flow behaviour of carbon steels, *Mechanics of Materials* 35, (2003), pp. 653-660.
- [275] S.F. Medina, C.A. Hernandez, General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels, *Acta Mater.* 44, (1996), pp. 137-148.
- [276] H.W. Mead, C.E. Birchenall, Self-diffusion of iron in austenite, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 206, (1956), pp. 1336-1339.
- [277] M. Djahazi, *Disertation Abstracts International*, (USA), 53, (1992), p. 298.
- [278] T. Mavropoulos, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, *Proc. of the international conference on HSLA steels 1985*, J.M. Gray et al. (Eds), Beijing, China, TSM-ASM Metals Park, Ohio, (1986), p. 229.
- [279] A.M. Elwazri, P. Wanjara, S. Yue, Critical condition for dynamic recrystallisation of high carbon steels, *Mater. Sci. Technol.* 20, (2004), pp. 1469-1473.
- [280] J.J. Jonas, X. Queleñec, L. Jiang, E. Martin, The Avrami kinetics of dynamic recrystallization, *Acta Mater.* 57, (2009), pp. 2748-2756.
- [281] G. Gottstein, M. Frommert, M. Goerdeler, N. Schafer, Prediction of the critical conditions for dynamic recrystallization in the austenitic steel 800H, *Mater. Sci. Eng. A.* 387-389, (2004), pp. 604-608.
- [282] H. Mirzadeh, A. Najafizadeh, Prediction of the critical conditions for initiation of dynamic recrystallization, *Materials & Design* 31, (2010), pp. 1174-1179.

- [283] M. Shaban, B. Eghbali, Determination of critical conditions for dynamic recrystallization of a microalloyed steel, *Mater. Sci. Eng. A* 527, (2010), pp. 4320–4325.
- [284] H.J. McQueen, N.D. Ryan, Constitutive analysis in hot working, *Mater. Sci. Eng. A* 322, (2002), pp. 43–63.
- [285] S.F. Medina, C.A. Hernandez, Modelling of the dynamic recrystallization of austenite in low alloy and microalloyed steels, *Acta Mater.* 44, (1996), pp. 165–171.
- [286] A.I. Fernandez, P. Uranga, B. López, J.M. Rodriguez-Ibabe, Dynamic recrystallization behavior covering a wide austenite grain size range in Nb and Nb-Ti microalloyed steels, *Mater. Sci. Eng. A* 361, (2003), pp. 367–376.
- [287] F. Siciliano, J.J. Jonas, Mathematical modeling of the hot strip rolling of microalloyed Nb, multiply-alloyed Cr-Mo, and plain C-Mn steels, *Metall. and Mater. Trans. A* 31, (2000), pp. 511–530.
- [288] O.D. Sherby, Factors affecting the high temperature strength of polycrystalline solids, *Acta Metall.* 10, (1962), pp. 135–147.
- [289] J.C. Herman, B. Thomas, U. Lotter, Computer assisted modelling of metallurgical aspects of hot deformation and transformation of steels, ECSC Report EUR No. 16795, EC, Luxembourg, (1997).
- [290] J.M. Cabrera, J.M. Prado, Ecuaciones constitutivas de la fluencia en caliente de aceros microaleados, *Rev. Metal. Madrid*, 34, (1998), pp. 199–205.
- [291] C.A. Hernández, S.F. Medina, J. Ruiz, Modelling austenite flow curves in low alloy and microalloyed steels, *Acta Metall.*, 44, (1996), pp. 155–163.
- [292] C. Roucoules, Dynamic and metadynamic recrystallization in HSLA steels, Ph.D. Thesis, McGill University, Montreal, Canada, (1992).
- [293] S. Nanba, M. Kitamura, M. Shimada, M. Katsumata, T. Inone, H. Imamura, Y. Maeda, S. Hattori, Prediction of microstructure distribution in the through-thickness direction during and after hot rolling in carbon steels, *ISIJ Int.* 32, (1992), pp. 377–386.
- [294] G. Anan, S. Akajima, M. Miyahara, S. Nanba, M. Umemoto, A. Hiramatsu, A. Moriya, T. Watanabe, A model for recovery and recrystallization of hot deformed austenite considering structural heterogeneity, *ISIJ Int.* 32, (1992), pp. 261–266.
- [295] A. Kirihata, F. Siciliano, T.M. Maccagno, J.J. Jonas, Mathematical-modeling of mean flow-stress during the hot strip rolling of multiply-alloyed medium-carbon steels, *ISIJ Int.* 38, (1999), pp. 187–195.
- [296] M. Hinojosa, U. Ortiz, R. Colas, Microstructural evolution during hot rolling of low carbon steels, *Mat. Science Forum*, 113–115, (1993), pp. 467–472.
- [297] W.J. Liu, J.J. Jonas. A stress relaxation method for following carbonitride precipitation in austenite at hot working temperatures. *Metall. Mater. Trans. A* 19 (1988), pp. 1403–1413.
- [298] S.F. Medina, Estudio de la cinética de precipitación inducida mediante la determinación de los diagramas Precipitación-Tiempo-Temperatura (PTT) en aceros microaleados, *Rev. Metal. Madrid*, 31, (1995), pp. 315–319.
- [299] E.A. Cartaya-Ruesga, Caracterización termomecánica de dos aceros de construcción. Influencia de la microaleación conjunta de Nb y V. Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España, (2013).
- [300] A.M. Elwazri, Processing and properties of high carbon microalloyed steels, Ph.D. Thesis, McGill University, Monreal, Canada, 2004.
- [301] H. Watanabe, Y.E. Smith, R.D. Pehlke, in: *The Hot Deformation of Austenite*, J.B. Ballance, ed., AIME, New York, NY, (1977), pp. 140–68.

- [302] J.S. Park, Y.S. Ha, Y.K. Lee, Comparison of experimental methods to measure the isothermal precipitation kinetics of Nb(C, N) in austenite of a Nb microalloyed steel. *Metall. Mater. Trans. A*, 40, (2009), pp. 1515-1519.
- [303] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux, M. Liebeherr, Y. Houbaert, Austenite recrystallization-precipitation interaction in niobium microalloyed steels. *ISIJ Inter.* 49(6), (2009), pp. 911-920.
- [304] C. Zener, *Trans. AIME*, 175 (15), (1948), p. 47.
- [305] Q. Wei, Strain-induced precipitation in ferrite during isothermal aging of Nb microalloyed steel. Requirements for the degree of Master of engineering. McGill University. Montreal, Canada. 2005.
- [306] S. Shanmugam, M. Tanniru, R.D. Misra, D. Panda, S. Jansto, Microalloyed V-Nb-Ti and V steels Part 2, Precipitation behaviour during processing of structural beams, *Mater. Sci. Technol.* 21(2), (2005), pp. 165-177.
- [307] S. Shanmugam, M. Tanniru, R.D. Misra, D. Panda, S. Jansto. Precipitation in V bearing microalloyed steel containing low concentrations of Ti and Nb, *Mater. Sci. Technol.* 21(8), (2005), pp. 883-892.
- [308] C.P. Reip, S. Shanmugam, R.D. Misra, High strength microalloyed CMn (V-Nb-Ti) and CMn (V-Nb) pipeline steels processed through CSP thin-slab technology: microstructure, precipitation and mechanical properties. *Mater. Sci. Eng. A*, 424, (2006), pp. 307-317.
- [309] K.O. Carroll, *Nature*, 174, (1954), p. 978.
- [310] S. Watanabe, H. Ohtani, T. Kunitake, The Influence of hot rolling and heat Treatments on the distribution of boron in steel, *Trans. ISIJ*, 23, (1983), pp. 31-37.
- [311] J.R. Donati, D. Laurent, G. Zacharie, *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 7, (1978), p. 355.
- [312] P. Rogl, J.C. Schuster, H. Nowotny, "Boron in Steel", *Proe. Int. Symp. on Boron Steels*, eds. S.K. Banerji, J.E. Morral, TMS/AIME, (1980), p. 33.
- [313] G. Henry, Ph. Maitrepierre, B. Michaut, B. Thomas, Cinétique et morphologie de la précipitation intergranulaire de borocarbures $M_{23}(B,C)_6$ dans les aciers, *Journal de Physique*, 36, (1975), pp. 245-261.
- [314] M. Aldén, S. Asplund, B. Aronsson, *J. Iron Steel Inst.*, 2, (1969), pp. 235-236.
- [315] G. Henry, J. Philibert, *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 67, (1970), pp. 233-251.
- [316] T.M. Williams, M.G. Talks, *J. Iron Steel Inst.*, 210, (1972), p. 870.
- [317] H. Tamehiro, M. Murata, R. Habu, M. Nagumo, Optimum chemical composition and thermomechanical processing condition for niobium-boron steel *Trans. ISIJ*, 27, (1987), pp. 120-129.
- [318] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, 29th Mech. Working and steel processing conf., Toronto, TMS/AIME, (1987), p. 403.
- [319] Ph. Maitrepierre, J. Roves-Vernis, D. Thivellier, R. Tricot, "Heat Treatment 76", *Conf. Proc.*, Stratford Upon Avon, G.B., May (1976).
- [320] G.E. Melloy, P.R. Slimmon, P.P. Podgursky, *Metall. Trans.*, 4A, (1973), p. 2279.
- [321] N. Yurioka, Prediction of weld metal strength, IIW Document IX-2058-03 (Roissy, France: IIW, 2003).
- [322] K. Zhu, C. Oberbilling, C. Musik, D. Loison, T. Iung, Effect of B and B+Nb on the bainítica transformation in low carbon steels, *Mater. Sci. Eng. A*528, (2011), pp. 4222-4231.
- [323] M. Hansen, *Constitution of Binary Alloys*, 2nd ed., McGraw-Hill, New York, (1958), p. 249.
- [324] L. Lanier, G. Metauer, M. Moukassi, Microprecipitation in boron-containing high-carbon steels, *Mikrochim. Acta* 114-115, (1994), pp. 353-361.

- [325] H.K. Bhadeshia, A thermodynamic analysis of isothermal transformation diagrams, *Metal Science* 16, (1982), pp. 159-165.
- [326] S. S. Babu, Acicular ferrite and bainite in steels, Ph.D Thesis, University of Cambridge, UK, 1992.

ANEXO A. PUBLICACIONES CIENTIFICAS.

En revistas indexadas:

I. Mejía, G. Altamirano, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera: Effect of boron on the hot ductility behavior of a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS). Metallurgical and Materials Transactions, A. 44, (2013), pp. 5165-5176.

G. Altamirano, I. Mejía, J.M. Cabrera: Determination of the critical parameters for the onset of dynamic recrystallization (DRX) in advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) microalloyed with boron. Computer Methods in Materials Science, 12, (2012), pp. 152-162.

I. Mejía, G. Altamirano, J.M. Cabrera: Mathematical modeling of the hot flow behavior of advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) microalloyed with boron (paper under review), Materials Science and Engineering A.

Capítulo de libros:

G. Altamirano, I. Mejía, A. Hernández-Expósito, J.M. Cabrera, In A. Salinas, H. Calderón, H. Balmori (Eds.). Effect of boron on the continuous cooling transformation kinetics in a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS). Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1485 © 2013 Materials Research Society. DOI: 10.1557/opl.2013.253

I. Mejía, E. García-Mora, G. Altamirano, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera In A. Salinas, H. Calderón, H. Balmori (Eds.). Dynamically recrystallized austenitic grain in low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS) microalloyed with boron under hot deformation conditions. Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1485 © 2013 Materials Research Society. DOI: 10.1557/opl.2013

Presentaciones en congresos:

G. Altamirano, I. Mejía, J.M. Cabrera: Modelado de la fluencia en caliente de aceros avanzados de ultra-alta resistencia (A-UHSS) microaleados con boro. 9o Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales, Morelia, México, ISBN 970-9798-08-1, Vol. 9, (2012), pp. 314-322.

G. Altamirano, I. Mejía, A. Hernández-Expósito, J.M. Cabrera: Effect of boron on the continuous cooling transformation kinetics in a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS). Internacional Materials Research Congress, Cancún, México, October 2012.

I. Mejía, E. García-Mora, G. Altamirano, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera: Dynamically recrystallized austenitic grain in low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS) microalloyed with boron under hot deformation conditions. International Materials Research Congress, Cancún, México, October 2012.

G. Altamirano, E. García-Mora, I. Mejía, A. Bedolla-Jacuinde, C. Maldonado, J.M. Cabrera: Efecto del boro sobre la ductilidad en caliente de un acero avanzado de alta resistencia (AHSS). 7o Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales, Morelia, México, ISBN 970-9798-06-5, Vol. 7, (2010), pp. 299-304.

Effect of Boron on the Hot Ductility Behavior of a Low Carbon Advanced Ultra-High Strength Steel (A-UHSS)

IGNACIO MEJÍA, GERARDO ALTAMIRANO, ARNOLDO BEDOLLA-JACUINDE,
and JOSÉ MARÍA CABRERA

This research work studied the effect of boron additions (14, 33, 82, 126, and 214 ppm) on the hot ductility behavior of a low carbon advanced ultra-high strength steel. For this purpose, specimens were subjected to a hot tensile test at different temperatures [923 K, 973 K, 1023 K, 1073 K, 1173 K, and 1273 K (650 °C, 700 °C, 750 °C, 800 °C, 900 °C, and 1000 °C)] under a constant true strain rate of 10^{-3} s^{-1} . The reduction of area (RA) of the tested samples until fracture was taken as a measure of the hot ductility. In general, results revealed a marked improvement in hot ductility from 82 ppm B when the stoichiometric composition for BN (0.8:1) was exceeded. By comparing the ductility curve of the steel with the highest boron content (B5, 214 ppm B) and the curve for the steel without boron (B0), the increase of hot ductility in terms of RA is over 100 pct. In contrast, the typical recovery of hot ductility at temperatures below the A_{r3} , where large amounts of normal transformation ferrite usually form in the structure, was not observed in these steels. On the other hand, the fracture surfaces indicated that the fracture mode tends to be more ductile as the boron content increases. It was shown that precipitates and/or inclusions coupled with voids play a meaningful role on the crack nucleation mechanism, which in turn causes hot ductility loss. In general, results are discussed in terms of boron segregation and precipitation on austenitic grain boundaries during cooling from the austenitic range and subsequent plastic deformation.

DOI: 10.1007/s11661-013-1870-0

© The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2013

I. INTRODUCTION

THE advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) are a new category of different families of steels that are being used by various industrial sectors, particularly the automotive industry. The use of these types of steels in the manufacture of automotive components results in more efficient and safer cars. Steels with yield strengths higher than 550 MPa and tensile strengths in excess of 700 MPa are referred to as A-UHSS.^[1] To reach such ultra-high strength, there are some hardening mechanisms which can be summarized as solid solution hardening by interstitial and substitutional elements, like C, Mn, Si, B, *etc.*, precipitation hardening (Ti, Nb, V, B), grain refinement, strain hardening, and transformation hardening (martensitic transformation).^[2] In relation to the boron effect, some researchers^[3–7] have shown that boron atoms can segregate toward austenite grain boundaries and increase hardenability of steel by

suppressing the nucleation of ferrite. It is also noted that at high temperatures, except for special cases,^[8] boron improves the hot ductility of steels in a similar or higher grade than elements such as Ti,^[9] Ca,^[10] Zr, or Y.^[11] This improvement can be associated to several factors such as Fe_2B precipitation in the matrix at relatively low temperatures [973 K to 1173 K (700 °C to 900 °C)], where austenite and ferrite phases coexist.^[12] These precipitates act as preferred sites for the intragranular nucleation of ferrite. As a result, less ferrite is available to form at grain boundaries. This ferrite distribution not only decreases the number of voids and cavities formed at grain boundaries but also makes the austenite grain interior more deformable because of the soft intragranular ferrite. Other research investigations^[13–16] have clearly pointed out that this improvement can also be related to preferential BN precipitation and delay of the austenite/ferrite transformation, which avoids ferrite film forming at austenite grain boundaries. This in turn increases resistance to grain boundary sliding during the straightening operation, resulting in better creep ductility.^[14] Lopez-Chipres *et al.*^[16] suggested that boron additions improved ductility by enhancing grain boundary cohesion leading to an easier flow in the austenite lattice. In a recent publication, the present authors^[17] showed that boron additions to low carbon advanced high strength steel (AHSS) significantly improve the hot ductility, this improvement being associated to different factors such as a decrease in the strain for the onset for dynamic recrystallization (DRX) and precipitation of boron at

IGNACIO MEJÍA, ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE, Professors and Researchers, and GERARDO ALTAMIRANO, Ph.D. Student, are with the Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "U-5", Ciudad Universitaria, 58006 Morelia, Mich., Mexico. Contact e-mail imejia@umich.mx; ignacio.granadoso@gmail.com JOSÉ MARÍA CABRERA, Professor and Researcher, is with the Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB - Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, Spain, and also with the Fundació CTM Centre Tecnològic, Av. de las Bases de Manresa, 1, 08240, Manresa, Spain.

Manuscript submitted April 2, 2012.
Article published online July 16, 2013



DETERMINATION OF THE CRITICAL PARAMETERS FOR THE ONSET OF DYNAMIC RECRYSTALLIZATION (DRX) IN ADVANCED ULTRA-HIGH STRENGTH STEELS (A-UHSS) MICROALLOYED WITH BORON

GERARDO ALTAMIRANO GUERRERO¹, IGNACIO MEJÍA GRANADOS^{1*},
JOSÉ MARÍA CABRERA MARRERO^{2,3}

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "U", Ciudad Universitaria, 58066 – Morelia, Michoacán, México

² Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metallúrgica, ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 – Barcelona, Spain.

³ Fundació CTM Centre Tecnològic, Av. de las Bases de Manresa, 1, 08240 – Manresa, Spain

*Corresponding author: imejia@umich.mx, i.mejia.granados@gmail.com

Abstract

In this research work, the double differentiation mathematical method was used to identify more accurately the critical stress (σ_c) and critical strain (ϵ_c) associated with the onset of dynamic recrystallization (DRX), which is based on changes of the strain hardening rate ($\theta = \partial\sigma/\partial\epsilon$) as a function of the flow stress (Poliak and Jonas method, simplified by Najafizadeh and Jonas). For this purpose, a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS) microalloyed with different amounts of boron (14, 33, 82, 126 and 214 ppm) was deformed by uniaxial hot-compression tests at high temperatures (950, 1000, 1050 and 1100°C) and constant true strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and $10^{-1} s^{-1}$). Results indicate that both σ_c and ϵ_c increase with decreasing deformation temperature and increasing strain rate. On the other hand, these critical parameters tend to decrease as boron content increases. Such a behavior is attributed to a solute drag effect by boron atoms on the austenitic grain boundaries and also to a solid solution softening effect.

Key words: advanced ultra-high strength steels; hot deformation; dynamic recrystallization; critical stress; critical strain; strain hardening rate

1. INTRODUCTION

In recent years, the automotive industry has promoted the development of new steels in order to reduce weight and built more efficient and safer cars. Advanced Ultra-High Strength Steels (A-UHSS) such as dual phase (DP), complex phase (CP), boron steels (BS) and martensitic steels (MART) have been developed for this purpose (Opbroek, 2009). These latest generation steels with multiphase microstructures, consisting of ferrite,

martensite, bainite, and retained austenite are characterized by an excellent combination of high strength, good toughness and ductility. To reach these outstanding mechanical properties, alloying and microalloying elements such as C, Mn, Si, Nb, Ti, V, Zr and B are added to steel in combination with a suitable thermomechanical treatment (Meyer et al., 1985; Misra et al., 2001). As is well known, the microstructural control of metallic materials during hot forming operations is very important since it allows controlling the final microstructure

Elsevier Editorial System(tm) for Materials
Science & Engineering A
Manuscript Draft

Manuscript Number: MSEA-D-13-03535

Title: Modeling of the hot flow behavior of advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) microalloyed with boron

Article Type: Research Paper

Keywords: Advanced ultra-high strength steels (A-UHSS); Boron microalloyed steel; Hot flow behavior, Constitutive equations; Dynamic recrystallization (DRX)

Corresponding Author: Dr. Ignacio Mejia, Dr.

Corresponding Author's Institution: Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

First Author: Ignacio Mejia, Dr.

Order of Authors: Ignacio Mejia, Dr.; Gerardo Altamirano, M.S.; Arnoldo Bedolla-Jacuinde, Ph.D.; José María Cabrera, Dr.

Abstract: In this research work, modeling of the hot flow behavior was carried out in a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS) microalloyed with different amounts of boron (14, 33, 82, 126 and 214 ppm). For this purpose, experimental stress-strain data of uniaxial hot-compression tests over a wide range of temperatures (950, 1000, 1050 and 1100 °C) and strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s $^{-1}$) were used. The stress-strain relationships as a function of temperature and strain rate were successfully described on the basis of the approach proposed by Estrin, Mecking, and Bergström, together with the classical Avrami equation and the conventional hyperbolic sine function. The constitutive equations developed in this way provided an excellent description of the experimental hot flow curves. Regarding the boron effect, the analysis of parameters modeling of the hot flow curves shows that boron additions to U-AHSS promote a solid solution softening effect additional to that produced by dynamic recrystallization (DRX). It also shows that at increasing boron content the DRX kinetics is substantially slower, and the apparent activation energy for recrystallization (Q_r) and both the peak stress (σ_p) and steady-state stress (σ_{ss}) are strongly lower.

Version: EEE_201211

Materials Science & Engineering
Structural Materials Properties, Microstructure and Processing

My EIS has been available for consolidated users.

Home | Main menu | Submit paper | Guide for authors | Register | Change details | Log out

Switch To: Author | Go to: EIS Help

Submissions Being Processed for Author Ignacio Mejia, Dr.

Page: 1 of 1 (1 total submissions)

Author	Material/Alloy	Title	Status Date	Current Status
Maria Subramanian Srinivas Sankar	MSEA-D-13-03535	Modeling of the hot flow behavior of advanced ultra-high strength steels (A-USHS) microalloyed with boron	Oct 03, 2013	Under Review

Display 10 results per page.

Display 10 results per page.

«< Author Main Menu

Copyright © 2013 Elsevier B.V. All rights reserved.
Cookies are set by this site. To decline them or learn more, visit our [Cookie page](#).

Help | Privacy Policy | Terms and Conditions | About Us

Effect of boron on the continuous cooling transformation kinetics in a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS)

G. Altamirano¹, I. Mejía¹, A. Hernández-Expósito^{2,3}, J. M. Cabrera^{2,3}

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Edificio "U", Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán, México.

² Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya. Av. Diagonal 647, Barcelona, Spain.

³ Fundació CTM Centre Tecnològic, Av. de las Bases de Manresa, 1, Manresa, Spain.

ABSTRACT

The aim of the present research work is to investigate the influence of B addition on the phase transformation kinetics under continuous cooling conditions. In order to perform this study, the behavior of two low carbon advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) is analyzed during dilatometry tests over the cooling rate range of 0.1-200°C/s. The start and finish points of the austenite transformation are identified from the dilatation curves and then the continuous cooling transformation (CCT) diagrams are constructed. These diagrams are verified by microstructural characterization and Vickers micro-hardness. In general, results revealed that for slower cooling rates (0.1-0.5 °C/s) the present phases are mainly ferritic-pearlitic (F+P) structures. By contrast, a mixture of bainitic-martensitic structures predominates at higher cooling rates (50-200°C/s). On the other hand, CCT diagrams show that B addition delays the decomposition kinetics of austenite to ferrite, thereby promoting the formation of bainitic-martensitic structures. In the case of B microalloyed steel, the CCT curve is displaced to the right, increasing the hardenability. These results are associated with the ability of B atoms to segregate towards austenitic grain boundaries, which reduce the preferential sites for nucleation and development of F+P structures.

INTRODUCTION

The advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) such as dual phase (DP), complex phase (CP), boron steels (BS) and martensitic steels (MART) are taking a strong interest in various industrial sectors, particularly the automotive industry. These latest generation steels with multiphase microstructures are characterized by an excellent combination of high strength, good toughness and ductility [1]. However, in order to ensure the industrial application is necessary to know important aspects such as its phase transformation kinetics under non-equilibrium conditions. The overall CCT kinetics can be readily described by the CCT phase diagrams [2]. This kind of diagrams provides precise information on the nature of microconstituents formed from the anisothermal decomposition of austenite. The formation of each transformation product is mainly described by the transformation-start temperature and by the formation cooling rate range. In the practical situation these diagrams are mainly used to predict the microstructure and hence the mechanical properties of steel after thermal and/or thermo-mechanical treatments [3-4]. The chemical composition of steel is considered the most important factor governing the microstructures resulting during the non-equilibrium transformation of austenite [2]. Practically, all alloying elements in the steel tend to retard the austenite decomposition [5]. In the case of the transformations caused by nucleation and growth (ferrite and pearlite), this delay is due to the need to diffuse not only carbon but all elements in

Dynamically recrystallized austenitic grain in a low carbon advanced ultra-high strength steel (A-UHSS) microalloyed with boron under hot deformation conditions

I. Mejía¹, E. García-Mora¹, G. Altamirano¹, A. Bedolla-Jacuinde¹ and J. M. Cabrera^{2,3}

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Edificio "U", Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán, México.

² Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya. Av. Diagonal 647, Barcelona, Spain.

³ Fundació CTM Centre Tecnològic, Av. de las Bases de Manresa, 1, Manresa, Spain.

ABSTRACT

This research work studies the dynamically recrystallized austenitic grain size (D_{rec}) in a new family of low carbon NiCrCuV advanced ultra-high strength steel (A-UHSS) microalloyed with boron under hot deformation conditions. For this purpose, uniaxial hot-compression tests are carried out in a low carbon A-UHSS microalloyed with different amounts of boron (14, 33, 82, 126 and 214 ppm) over a wide range of temperatures (950, 1000, 1050 and 1100°C) and constant true strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s⁻¹). Deformed samples are prepared and chemically etched with a saturated aqueous picric acid solution at 80°C in order to reveal the D_{rec} and examined by light optical (LOM) and scanning electron microscopy (SEM). The D_{rec} is related to the Zener-Hollomon parameter (Z), and thereafter the D_{rec} divided by Burger's vector (b) is related to the steady state stress (σ_{ss}) divided by the shear modulus (μ) (Derby model). Results shown that the D_{rec} in the current steels is fine ($\approx 23 \mu\text{m}$) and almost equiaxed, and the recrystallized grain size-flow stress relationship observed after of plastic deformation is consistent with the general formulation proposed by Derby. It is corroborated that boron additions to the current A-UHSS do not have meaningful influence on the D_{rec} .

INTRODUCTION

Recent years have seen many developments in steel technology and manufacturing processes to build vehicles of reduced weight and increased safety. For this purpose, Advanced High Strength Steels (AHSS) have been developed. The AHSS include newer types of steels such as dual phase (DP), transformation-induced plasticity (TRIP), complex phase (CP), B steels (BS), and martensitic steels (MART), which are primarily multi-phase steels, and contain ferrite, martensite, bainite, and/or retained austenite in quantities sufficient to produce outstanding mechanical properties [1,2]. Researchers have studied the B effect in steels for a long time [3-7], particularly because of its potential to increase steel hardenability. Nowadays, B-bearing steels are extensively applied in the construction of heavy machinery, building structures, marine platforms and pipelines [8-11]. It is well-known that B atoms segregate towards austenite grain boundaries and increase hardenability of steel by suppressing the nucleation of ferrite [12]. The grain size is the only microstructural parameter that can simultaneously increase the strength and toughness levels of steels [13]. Dynamic recrystallization (DRX) is the process of formation of new small and dislocation free grains from deformed material. On the other hand, deformation conditions, temperature and strain rate, have strong effects on the D_{rec} [14,15]. Derby and Ashby [16-18] have shown a "universal" relation between σ_{ss} and D_{rec} . It is worth noting that the D_{rec} is independent of the initial grain size, and exclusively dependent on the σ_{ss} . At present, there are



9º Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales

Cuerpo Académico Consolidado CA-105: Ingeniería y Tecnología de Metales, Cerámicos y Aleaciones



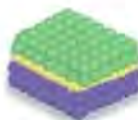
Modelado de la Fluencia en Caliente De Aceros Avanzados De Ultra-Alta Resistencia (A-UHSS) Microaleados Con Boro

G. ALTAMIRANO¹; I. MEJÍA¹; J.M. CABRERA^{1,2}

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Mich., México.

² Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, España.

³ Fundació CTM Centre Tecnològic, Manresa, España.



FORO DE INGENIERÍA E INVESTIGACIÓN EN MATERIALES VOL. 9 (2012) 314-322

Editores: E.A. Aguilar, E. Bedolla, C.A. León

© Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH

Morelia, MEXICO

ISBN 970-9798-08-1





Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2012

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

This is to certify that *Gerardo Altamirano, Ignacio Mejía, Ana Hernández Expósito, José María Cabrera* presented the contribution:

EFFECT OF BORON ON THE CONTINUOUS COOLING TRANSFORMATION KINETICS IN A LOW CARBON ADVANCED ULTRA-HIGH STRENGTH STEEL (A-UHSS), in the Advanced Structural Materials Symposium at the XXI International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 12th to 16th, 2012.

Sincerely,

Sergio Mejía Rosales
President





Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2012

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

This is to certify that *Ignacio Mejía, Elvira García Mara, Gerardo Altamirano, Arnoldo Bedolla Jacuinde, José María Cabrera* presented the contribution:

DYNAMICALLY RECRYSTALLIZED AUSTENITIC GRAIN IN A LOW CARBON ADVANCED ULTRA-HIGH STRENGTH STEEL (A-UHSS) MICROALLOYED WITH BORON UNDER HOT DEFORMATION CONDITIONS, in the Advanced Structural Materials Symposium at the XXI International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 12th to 16th, 2012.

Sincerely,

Sergio Mejía Rosales
President



7º Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales



Cuerpo Académico Consolidado CA-105: Ingeniería y Tecnología de Metales, Cerámicos y Aleaciones

Efecto del Boro Sobre la Ductilidad en Caliente de un Acero Avanzado de Alta Resistencia (AHSS)

G. ALTAMIRANO^a, E. GARCÍA-MORA^a, I. MEJÍA^a, A. BEDOLLA-JACUINDE^a, C. MALDONADO^a, J. M. CABRERA^{a,b}

^aInstituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio "U", Ciudad Universitaria, 58066 Morelia, Mich., México.

^bDepartament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metalúrgica, ETSEIB - Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, Spain.

^cCentre Tecnològic de Manresa, Av. de las Bases de Manresa, 1, 08240 Manresa, Spain.

Foro de Ingeniería e
Investigación en
Materiales 7º

FORO DE INGENIERIA E INVESTIGACIÓN EN MATERIALES. VOL. 7 (2010) 299-304

Editores: E.A. Aguilar, E. Bedolla, C.A. León

© Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH
Morelia, MEXICO

ISBN 970-9798-06-5