



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO.

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS.

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LA FLUENCIA EN CALIENTE
DE ACEROS MICROALEADOS AL BORO.**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
**DOCTOR EN CIENCIAS EN METALURGIA
Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES.**

PRESENTA:
M.C. EDGAR LÓPEZ CHIPRES.

ASESOR:
DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS.

ASESOR EXTERNO:
DR. JOSÉ MARÍA CABRERA MARRERO.
(Profesor Investigador Titular,
Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica,
ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya,
Barcelona, España).

MORELIA, MICHOACÁN, MAYO DE 2008.



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO.

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS.

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LA FLUENCIA EN CALIENTE DE
ACEROS MICROALEADOS AL BORO.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS
EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES.

PRESENTA:

M.C. EDGAR LÓPEZ CHIPRES.

ASESOR:

DR. IGNACIO MEJÍA GRANADOS.

ASESOR EXTERNO:

DR. JOSÉ MARÍA CABRERA MARRERO.

(Profesor Investigador Titular,
Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica,
ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya,
Barcelona, España).

MORELIA, MICHOACÁN, MAYO DE 2008.

DEDICATORIA

A mis padres; José Ángel y Vitalicia, por su invaluable e incondicional apoyo de siempre, sin este soporte, me hubiera sido prácticamente imposible haber estudiado y terminado una carrera universitaria.

De manera muy especial a mi esposa Guadalupe y a mis hijos Lenin, Leslie y Zitlali, por su cariño, ternura, comprensión, por ser siempre mi motivación y razón de existir, de igual forma a mis hermanos Edith, Nidia y German, por confiar siempre en mí.

AGRADECIMIENTOS

A mis directores de tesis, Dr. Ignacio Mejía Granados, Dr. Cuauhtémoc Maldonado Zepeda, y Dr. José María Cabrera Marrero, por su magistral dirección, confianza, paciencia, apoyo, enseñanza y dedicación que siempre mostraron. ¡Les estoy profundamente agradecido!

A los miembros del comité tutorial, Dr. Baltasar Hernández Reyes, Dr. Gerardo Rosas Trejo y Dr. Alberto Ruiz Marines, por sus invaluable consejos, críticas, comentarios y el apoyo brindado a este trabajo de tesis, mil gracias.

A todos los miembros del grupo de investigación de Tecnología Metalúrgica (Dr. Mohamed El Wahabi, Carlos Melizalde, Nayar Lugo, Ahmed Boulajaj, Jessica Calvo, Gonzalo Varela, Eva Vaqué y Yelitza Rodríguez), de la Universidad Politécnica de Cataluña, grupo encabezado por el Dr. José Manuel Prado Pozuelo y Dr. José María Cabrera Marrero. A la Montse Marsal per les hores compartides en front del microscopi, hores d'aprenentatge, teòric i molt pràctic. A todos ellos muchas gracias, y sobre todo por haberme facilitado la integración al grupo, desde mi primer día de estancia en Barcelona.

Así mismo, a todos mis compañeros, profesores y alumnos del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH, por su gran ayuda y amistad, en especial al M.C. Salvador Cárdenas Arrieta por su cooperación en el maquinado de las probetas para los ensayos de tracción y compresión en caliente.

INSTITUCIONES:

Debo agradecer a las siguientes instituciones por el apoyo financiero que ha permitido realizar esta tesis en las mejores condiciones:

En primer lugar al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada para realizar mis estudios de doctorado, a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo y la Universidad Politécnica de Cataluña.

Al proyecto CICYT-DPI 2005-09324-C02-01 (España) y a la Coordinación de la Investigación Científica de la UMSNH (México), por el apoyo económico para la estancia de investigación realizada en el Departamento de Tecnología Metalúrgica de la Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España (2006).

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS.	vi
ÍNDICE DE TABLAS.	x
RESUMEN.	xi
ABSTRACT.	xiii
INTRODUCCIÓN.	1
JUSTIFICACIÓN.	6
OBJETIVOS.	9
HIPÓTESIS.	10
CAPÍTULO I. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.	
1.1 Aceros microaleados al boro.	12
1.1.1 Introducción.	12
1.1.2 Compuestos que forma el boro con oxígeno, nitrógeno y carbono.	13
1.1.3 Solubilidad del boro en Fe puro.	14
1.1.3.1 Sistema binario Fe-B.	14
1.1.3.2 Átomos de B en la red de Fe.	16
1.1.3.3 Actividad del B en Fe puro.	16
1.1.4 Sistema ternario Fe-B-C.	17
1.1.5 Efecto del boro en las propiedades de los aceros.	17
1.1.6 Aplicaciones de los aceros microaleados al boro.	22
1.2 Ductilidad en caliente.	23
1.2.1 Evaluación de la ductilidad en caliente.	23
1.2.2 Ensayo de tracción en caliente convencional.	24
1.2.3 Descripción de la curva de ductilidad y mecanismos de fragilización.	25
1.2.4 Valle de ductilidad.	25
1.2.5 Alta ductilidad a altas temperaturas.	28
1.2.6 Alta ductilidad a bajas temperaturas.	29

1.2.7	Factores que afectan la ductilidad.	29
1.3	El conformado en caliente.	37
1.4	Endurecimiento por deformación.	37
1.5	Los mecanismos de ablandamiento.	38
1.6	La recristalización dinámica.	39
1.6.1	Aproximación clásica a la recristalización dinámica.	44
1.6.2	Aproximación microestructural a la recristalización dinámica.	46
1.7	Fenómenos de ablandamiento después de la deformación en caliente.	50
1.8	Influencia de los elementos de aleación sobre la recristalización dinámica.	51
1.8.1	Efecto de elementos en solución sólida.	52
1.8.2	Efecto de la precipitación.	53
1.9	Interacción precipitación-recristalización.	56
1.10	Modelos del comportamiento mecánico en caliente.	57
1.10.1	Introducción	57
1.11	Modelación de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica.	58
1.11.1	Modelo de Estrin, Mecking y Bergström.	59
1.12	Modelación de la recristalización dinámica.	61
1.12.1	Modelo basado en la cinética de la recristalización dinámica.	61
1.13	Modelación de la etapa de estado estable.	63
1.14	Mecanismos de segregación.	65
1.14.1	Teoría de la segregación de equilibrio.	65
1.14.2	Teoría de la segregación de no-equilibrio.	66
1.15	Formación de precipitados.	68
1.15.1	Nucleación de precipitados.	69
1.15.2	Partículas de segunda fase.	70
1.15.3	Mecanismos de precipitación.	71
1.15.4	Precipitación en austenita.	72
1.15.5	Precipitación durante la descomposición de la austenita.	72
1.15.6	Precipitación dinámica.	73
1.15.7	Influencia de la formación de precipitados en la ductilidad en caliente.	74
1.15.8	Anclaje del límite de grano mediante partículas precipitadas.	74
1.15.9	Interacción entre recristalización y precipitación.	76

CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

2.1	Fabricación de los aceros microaleados al boro.	77
2.2	Caracterización metalográfica mediante microscopía óptica y microdureza en condición de colada.	78
2.3	Cálculo de los diagramas teóricos de transformación isotérmica y en enfriamiento continuo (TTT/CCT).	78
2.4	Tratamientos térmicos.	78
2.4.1	Normalizado.	78
2.4.2	Temple en agua.	79
2.5	Determinación del tamaño de grano austenítico en condición de temple en agua.	80

2.6	Ensayos de tracción en caliente.	80
2.6.1	Características del horno de calentamiento por radiación.	81
2.6.2	Características de las mordazas de tracción.	83
2.6.3	Probetas para ensayo de tracción en caliente.	83
2.6.4	Montaje del equipo para ensayos de tracción en caliente.	84
2.6.5	Ciclo térmico aplicado a las probetas de tracción.	85
2.6.6	Fractografía de las muestras ensayadas mediante el ensayo de tracción en caliente.	85
2.7	Ensayos de compresión en caliente.	86
2.7.1	Probetas para ensayo de compresión en caliente.	86
2.7.2	Montaje del equipo para ensayos de compresión en caliente.	86
2.7.3	Ciclo térmico aplicado a las probetas de compresión.	87
2.7.4	Medición del tamaño de grano austenítico después de la compresión en caliente.	88
2.8	Modelación de curvas de fluencia.	88
2.8.1	Inicio de la recristalización dinámica.	88
2.8.2	Determinación del exponente de Avramy, k , y del tiempo para la recristalización de 50% de fracción de volumen, $t_{50\%}$.	89
2.8.3	Determinación de la ecuación cinética para σ_p y σ_{ss} .	90
2.8.4	Modelación de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica.	91
2.8.5	Modelación final de las curvas de fluencia.	92
2.9	Determinación de las condiciones críticas asociadas con el inicio de la recristalización dinámica.	92
2.10	Técnica de extracción de precipitados por réplica de carbono.	93
2.11	Microscopia electrónica de barrido (MEB).	95

CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1	Efecto del contenido de boro sobre la microestructura en condición de colada de los aceros microaleados al boro.	96
3.2	Diagramas teóricos de transformación y con enfriamiento continuo (TTT /CCT).	100
3.3	Efecto de las adiciones de boro sobre la microestructura en condición de tratamiento térmico.	103
3.3.1	Normalizado.	103
3.3.2	Temple en agua.	106
3.4	Efecto del boro sobre el tamaño de grano austenítico antes de la deformación en caliente.	110
3.5	Resultados de los ensayos de tracción en caliente.	113
3.5.2	Curvas esfuerzo verdadero-deformación verdadera en función de la temperatura.	113
3.5.2	Curvas esfuerzo verdadero-deformación verdadera en función del contenido de boro.	114

3.5.3	Curvas de ductilidad en función de la temperatura.	115
3.5.4	Esfuerzo y deformación pico como una función del contenido de boro a 900 y 1000°C.	117
3.5.5	Resultados de fractografía.	118
3.6	Resultados de los ensayos de compresión en caliente.	123
3.6.1	Curvas de fluencia representadas como esfuerzo verdadero versus deformación verdadera en función de la temperatura.	123
3.6.2	Curvas de fluencia en función del contenido de boro.	126
3.6.3	Influencia de la velocidad de deformación sobre el esfuerzo y deformación pico a temperatura constante.	129
3.6.4	Efecto del contenido de boro sobre el tamaño del grano austenítico después de la compresión en caliente.	132
3.7	Modelación de las curvas de fluencia.	134
3.7.1	Efecto del boro en el inicio de la recristalización dinámica.	134
3.7.2	Efecto del boro en la cinética de la recristalización dinámica.	135
3.7.3	Efecto del boro sobre los valores de esfuerzo.	138
3.7.4	Ecuaciones cinéticas para los términos de endurecimiento por deformación y de restauración dinámica.	139
3.8	Determinación de las condiciones críticas asociadas con el inicio de la recristalización dinámica.	146
3.9	Resultados de microscopía electrónica de barrido (MEB).	156
 CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES.		159
 RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJO FUTURO.		163
 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.		164

ARTÍCULOS PUBLICADOS INTERNACIONALMENTE.

ANEXO A: 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.

ANEXO B: 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.

ANEXO C: I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J. M. Cabrera, Physical modeling of the hot flow behavior of boron microalloyed steels under uniaxial hot-compression conditions, *International Journal of Materials Research*, (Under Review).

ANEXO D: I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, Austenite grain growth behavior of boron microalloyed steels, Mater. Sci. Forum, (Under Review).

ANEXO E: I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, Investigation on the boron effect on the high temperature behaviour of a 0.04C-1.5Mn-0.3Si steel, Proceedings of Steel Conference 2008, New Developments on metallurgy and applications of high strength steels, Buenos Aires, Argentina.

PRESENTACIONES EN CONGRESOS.

ANEXO G: Simulación de compresión en caliente de un acero microaleado al boro mediante el método del elemento finito, 2do Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales, ISBN 970-9798-01-4, Vol. 2 (2005), pp. 273-278.

ANEXO H: Simulación del ensayo de tracción en campo austenítico de un acero microaleado al boro mediante el método del elemento finito, 3er Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales, ISBN 970-9798-02-2, Vol. 3 (2006), pp. 220-225.

ANEXO I: Ductilidad y tipo de fractura en caliente de aceros microaleados al boro, International Congress: Materia 2007, Morelia, México, Oct., 2007.

ANEXO J: Austenite grain growth behavior of boron microalloyed steels, Internacional Materials Research Congress, Cancun, México, Oct. de 2007.

ÍNDICE DE FIGURAS.

CAPÍTULO I.	Pág.
Figura 1.1. (a) Diagrama de fases Fe-B, (b) Sistema binario Fe-B en la esquina rica en Fe (% B), (c) Sistema binario Fe-B en la esquina rica en Fe (ppm B).	15
Figura 1.2. Modelo del sistema ternario Fe-B-C.	17
Figura 1.3. Efecto del boro sobre el diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT).	19
Figura 1.4. Influencia de la temperatura de austenización sobre la dureza en aceros de bajo contenido de carbono, con y sin boro.	19
Figura 1.5. Tipos de ferrita presentes en el acero al aumentar el contenido de boro, (a) Acero sin boro, (b) Acero con 20 ppm de B y (c) Acero con 40 ppm de B.	20
Figura 1.6. Formación de ferrita Widmanstätten a partir de la ferrita alotrópica.	21
Figura 1.7. Curva de ductilidad típica de un acero C-Mn-Al.	25
Figura 1.8. Fragilización por la formación de una capa fina de ferrita inducida por deformación.	26
Figura 1.9. Fragilización por la formación de una zona libre de precipitados (PFZ).	27
Figura 1.10. Deslizamiento en los límites de grano.	28
Figura 1.11. Efecto del contenido de C en la curva de ductilidad.	31
Figura 1.12. Relación entre ductilidad y tamaño de grano ($D\gamma$) en función del %C.	31
Figura 1.13. Estructura de los granos austeníticos en la capa solidificada. a) contenidos altos y bajos de C, b) contenidos medios en C.	32
Figura 1.14. Efecto del Al en la ductilidad para aceros 0.16C-1.3Mn -0.015S-0.007N-0.03Nb (P>0.016%).	34
Figura 1.15. Esquema del ciclo térmico en la superficie del planchón durante la colada continúa.	36
Figura 1.16. Comportamiento clásico a altas temperaturas donde ocurre recristalización ó restauración dinámica.	39
Figura 1.17. Diferentes etapas de la recristalización 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.	40
Figura 1.18. Comportamiento a la fluencia del Fe- γ bajo deformación a elevada temperatura.	41
Figura 1.19. Efecto de velocidad de deformación (a) y temperatura (b) sobre la recristalización dinámica en aceros al carbono.	44
Figura 1.20. Modelo de Luton y Sellars para explicar la forma de las curvas de fluencia cuando tiene lugar la recristalización dinámica.	45
Figura 1.21. Mecanismo de nucleación en collar de la recristalización dinámica de pico simple. Evolución de los frentes de “necklace” a medida que la deformación progresa y obtención de afino de grano.	46
Figura 1.22. Diferencia de los mecanismos de nucleación en la recristalización cíclica y de pico simple, y efecto del tamaño de grano inicial sobre la transición entre ambas.	47
Figura 1.23. Mapa de modos de recristalización en función del parámetro de Zener-Hollomon y del tamaño de grano inicial.	49
Figura 1.24. Efecto del soluto y precipitados sobre la deformación necesaria para la recristalización dinámica.	52

Figura 1.25. Aumento de la temperatura de fin de recristalización con el aumento de la concentración en solución sólida de los elementos microaleantes para un acero de 0.07%C, 1.4%Mn y 0.75%Si.	53
Figura 1.26. Efecto de la predeformación y la deformación concurrente (precipitación dinámica) sobre la cinética de precipitación en un acero HSLA microaleado con Nb. P _s : Inicio de precipitación, P _f : Final de precipitación.	55
Figura 1.27. Efecto de distintos microaleantes en el retraso por precipitación de la recristalización dinámica.	56
Figura 1.28. Superposición de los gráficos PTT y RTT. Se muestra la importancia del retraso por efecto soluto para potenciar el retraso por efecto de la precipitación.	57
Figura 1.29. Interacción de dislocaciones con partículas no deformables.	71
Figura 1.30. Esquema de la precipitación en la intercara durante la descomposición de la austenita.	72
Figura 1.31. Anclaje de un límite de grano por una partícula de segunda fase.	75

CAPÍTULO II.

Figura 2.1. Ciclo térmico de normalizado.	79
Figura 2.2. Ciclo térmico de temple en agua.	80
Figura 2.3. Sistema de ensayos mecánicos a altas temperaturas.	81
Figura 2.4. Geometría, dimensiones e imagen del horno de radiación.	82
Figura 2.5. Geometría y dimensiones de las probetas de tracción en caliente.	83
Figura 2.6. Montaje de las mordazas y del horno en la máquina Instron.	84
Figura 2.7. Ciclo térmico aplicado a las probetas de tracción.	85
Figura 2.8. Geometría y dimensiones de las probetas de compresión en caliente.	86
Figura 2.9. Montaje de las mordazas protegidas por un tubo de cuarzo, probeta y horno de radiación en la máquina Instron.	87
Figura 2.10. Ciclo térmico aplicado a las probetas de compresión.	88

CAPÍTULO III.

Figura 3.1. Aceros microaleados al boro en condición de colada; P= perlita, α_w = ferrita alotriomórfica y α_a = ferrita acicular, (a) 29 ppm de B, (b) 49 ppm de B, (c) 62 ppm de B, (d) 105 ppm de B.	97
Figura 3.2. Precipitados presentes en condición de colada en el acero microaleado al boro con 105 ppm (a), con su respectivo EDS (b).	98
Figura 3.3. Porcentaje de fases presentes (ferrita-perlita) en los aceros microaleados al boro como una función del contenido de boro.	100
Figura 3.4. Diagrama teórico TTT/CCT del acero sin boro, Bs= Inicio de la transformación bainítica y Ms= Inicio de la transformación martensítica [11].	101
Figura 3.5. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 29 ppm de B.	101
Figura 3.6. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 49 ppm de B.	102
Figura 3.7. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 62 ppm de B.	102

Figura 3.8. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 105 ppm de B.	103
Figura 3.9. Microestructura de los aceros microaleados al boro en condición de normalizado; P= perlita y α = ferrita, (a) Acero con 29 ppm B; (b) Acero con 49 ppm B; (c) Acero con 62 ppm B; (d) Acero con 105 ppm B.	105
Figura 3.10. Dureza Vickers como una función del contenido de boro en condición de colada, normalizado y temple en agua.	107
Figura 3.11. Microestructuras del acero microaleado al boro producto del tratamiento térmico de temple como una función del tiempo austenizado, α = ferrita alotriomórfica, B= bainita y M= martensita. (a) Acero B1 t1; (b) Acero B1 t2; (c) Acero B1 t3; (d) Acero B4 t1; (e) Acero B4 t2; (f) Acero B4 t3.	109
Figura 3.12. Grano austenítico del acero microaleado al boro como una función del tiempo austenizado; a) Acero B ₁ t ₁ ; b) Acero B ₁ t ₂ ; c) Acero B ₁ t ₃ ; d) Acero B ₄ t ₁ ; e) Acero B ₄ t ₂ ; f) Acero B ₄ t ₃ .	111
Figura 3.13. Tamaño de grano austenítico y dureza Vickers como una función del tiempo de permanencia a temperatura de 1100°C.	112
Figura 3.14. Curvas de fluencia esfuerzo verdadero versus deformación verdadera en función de la temperatura. (a) Acero con 29 ppm de B, (b) Acero con 49 ppm de B, (c) Acero con 62 ppm de B, (d) Acero con 105 ppm de B.	113
Figura 3.15. Curvas de fluencia esfuerzo verdadero versus deformación verdadera en función del contenido de boro. (a) T= 700°C, (b) T= 800°C, (c) T= 900°C, (d) T= 1000°C.	115
Figura 3.16. Curvas de ductilidad en función de la temperatura.	117
Figura 3.17. Esfuerzo y deformación pico como una función del contenido de boro a 900 y 1000°C.	118
Figura 3.18. Superficies de fractura presentadas a 700°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.	119
Figura 3.19. Superficies de fractura presentadas a 800°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.	120
Figura 3.20. Superficies de fractura presentadas a 900°C. (a) Acero con 29 ppm B (b) Acero con 49 ppm B (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.	121
Figura 3.21. Superficies de fractura presentadas a 1000°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.	122
Figura 3.22. Curvas de fluencia en función de la temperatura, deformadas a diferentes temperaturas (950, 1000, 1050, 1100°C) y velocidades de deformación verdadera constante (0.001, 0.01, 0.1 s ⁻¹), B1= Acero microaleado con 29 ppm de B y B2= Acero microaleado con 99 ppm de B.	124
Figura 3.23. Curvas de fluencia en función de la temperatura, deformadas a diferentes temperaturas (950, 1000, 1050, 1100°C) y velocidades de deformación verdadera constante (0.001, 0.01, 0.1 s ⁻¹), B3= Acero microaleado con 62 ppm de B y B4= Acero microaleado con 105 ppm de B.	125
Figura 3.24. Curvas de fluencia en función del contenido de boro (B1= Acero con 29 ppm, B2= Acero con 49 ppm, B3= Acero con 62 ppm y B4= Acero con 105 ppm) deformadas a temperatura de 950 y 1000°C.	127
Figura 3.25. Curvas de fluencia en función del contenido de boro (B1= Acero con 29 ppm, B2= Acero con 49 ppm, B3= Acero con 62 ppm y B4= Acero con 105 ppm) deformadas a temperatura de 1050 y 1100°C.	128
Figura 3.26. Influencia del esfuerzo pico sobre la velocidad de deformación a temperatura constante.	130

Figura 3.27. Influencia de la deformación pico sobre la velocidad de deformación a temperatura constante.	131
Figura 3.28. Microestructuras obtenidas después de la compresión en caliente. B1= Acero con 29 ppm de boro; B4= Acero con 105 ppm de boro, (TGA= Tamaño de grano austenítico).	133
Figura 3.29. Dependencia de la deformación pico sobre el parámetro de Zener-Hollomon.	135
Figura 3.30. Gráficos de la fracción de volumen recristalizado versus tiempo; (a) Acero con 29 ppm de B, (b) Acero con 105 ppm de B.	137
Figura 3.31. Ajuste de los valores del esfuerzo pico a la Ecuación (2.6) para todos los aceros microaleados con boro.	138
Figura 3.32. Dependencia de los parámetros de endurecimiento (U) sobre el parámetro de Zener-Hollomon (Z).	139
Figura 3.33. Dependencia de los parámetros de ablandamiento (Ω) sobre el parámetro de Zener-Hollomon (Z).	140
Figura 3.34. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 29 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.	142
Figura 3.35. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 49 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.	143
Figura 3.36. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 62 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.	144
Figura 3.37. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 105 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.	145
Figura 3.38. Velocidad de endurecimiento por deformación contra esfuerzo verdadero a 950°C y 0.001, 0.01, 0.1 s ⁻¹ , para los aceros B1 (29 ppm de B) y B4 (105 ppm de B).	147
Figura 3.39. Derivada de la velocidad de endurecimiento por deformación (θ) con respecto al esfuerzo verdadero (σ) centrada en el punto de inflexión para el acero B1 y B4 a 950°C y 0.001 s ⁻¹ . El punto mínimo en $d\theta/d\sigma$ representa el punto del esfuerzo crítico.	148
Figura 3.40. Curvas de esfuerzo-deformación verdaderas a 950°C y 0.1 s ⁻¹ con el esfuerzo pico y crítico identificados para el inicio de la recristalización dinámica en los aceros B1 (29 ppm de B) y B4 (105 ppm de B).	148
Figura 3.41. Influencia del esfuerzo (σ_p) y deformación pico (ϵ_p) sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. (Valores de σ_p y ϵ_p determinados por el método de Poliak y Jonas).	150
Figura 3.42. Influencia del esfuerzo (σ_c) y deformación crítica (ϵ_c) sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. (Valores de σ_c y ϵ_c determinados por el método de Poliak y Jonas).	151
Figura 3.43. Dependencia del esfuerzo (σ_{ss}) y deformación de estado estable (ϵ_{ss}), sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. (Valores de σ_{ss} y ϵ_{ss} determinados por el método de Poliak y Jonas).	153
Figura 3.44. Imágenes obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido a diferentes aumentos en condición de temple en agua (B4= Acero con 105 ppm de boro).	157

ÍNDICE DE TABLAS.

CAPÍTULO II.	Pág.
Tabla 2.1. Composición química de los aceros utilizados (% peso).	77
Tabla 2.2. Propiedades mecánicas del TZM.	83
CAPÍTULO III.	
Tabla 3.1. Porcentaje de fases presentes y microdurezas de los aceros microaleados al boro en condición de colada.	99
Tabla 3.2. Tamaño de grano ferrítico y microdureza de los aceros microaleados al boro en condición de normalizado.	106
Tabla 3.3. Valores de microdurezas obtenidas en condición del tratamiento térmico de temple en agua.	106
Tabla 3.4. Tamaño de grano austenítico de los aceros microaleados al boro como una función de la temperatura y tiempo de austenización.	110
Tabla 3.5. Constantes para el $t_{50\%}$ [Ecuación (2.6)].	135
Tabla 3.6. Parámetros característicos de las ecuaciones constitutivas obtenidas para cada etapa de deformación de la curva de fluencia en caliente.	141
Tabla 3.7. Valores de esfuerzo pico (σ_p), crítico (σ_c) y de estado estable (σ_{ss}), calculados mediante el método desarrollado por Poliak y Jonas para los cuatro aceros microaleados con boro.	155
Tabla 3.8. Valores de deformación pico (ε_p), crítica (ε_c) y de estado estable (ε_{ss}), calculados mediante el método desarrollado por Poliak y Jonas para los cuatro aceros microaleados con boro.	155

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se estudia el efecto de las adiciones de boro sobre la fluencia y las características de la deformación plástica en caliente de un acero experimental de bajo contenido de carbono (0.04%) microaleado con diferentes cantidades de boro (29, 49, 62 y 105 ppm). Para esto, se llevó a cabo una caracterización mecánica mediante ensayos de dureza, ensayos de tracción y compresión en caliente, y una caracterización metalográfica mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica en condición de colada y de tratamiento térmico de normalizado y de temple en agua.

Los resultados obtenidos muestran que las adiciones de boro en el acero bajo estudio influyen de manera importante en la morfología de la fase mayoritaria ferrita presente en condición de colada. En el acero con menor contenido de boro (29 ppm), predomina la ferrita alotriomórfica, mientras que en el acero con mayor contenido de boro (105 ppm), la ferrita acicular. De igual manera, las adiciones de boro retrasan el crecimiento del grano austenítico a alta temperatura (1100°C) y generan refinamiento del grano en condición de normalizado, así como la formación de estructuras bainítico-martensíticas en condición de temple, desapareciendo la ferrita alotriomórfica.

Los resultados de los ensayos de tracción en caliente, muestran un notable mejoramiento en la ductilidad en caliente (hasta un máximo de 25%) al incrementar el contenido de boro. Sin embargo, a 800°C se manifiesta una pérdida de ductilidad y únicamente se presenta recristalización dinámica a 900°C y 1000°C. Las superficies de fractura examinadas indican que el tipo de fractura predominante es del tipo dúctil, aunque a 800°C, donde se presenta la caída de ductilidad, el tipo de fractura es dúctil-frágil. Con respecto a los resultados de la compresión en caliente, se observó que el alto contenido de boro (105 ppm) produce un efecto de ablandamiento adicional al provocado por la aparición de la recristalización dinámica en las curvas de fluencia, y esto se manifiesta principalmente por una disminución en los valores de esfuerzo y deformación pico. Por otro lado, el mayor contenido de boro adelanta el inicio de la recristalización dinámica y produce un retardo en el proceso. Como consecuencia directa de esto, se obtuvo refinamiento en el grano austenítico después de la compresión en caliente.

En relación a las ecuaciones constitutivas que rigen el comportamiento de la fluencia en caliente, se obtuvieron los parámetros de ablandamiento, Ω , y de endurecimiento, U , (parámetros característicos que describen los fenómenos de endurecimiento y ablandamiento por restauración dinámica que tienen lugar durante las etapas de la deformación en caliente), mediante modelos propuestos por Estrin, Mecking y Bergström. Así mismo, la recristalización dinámica se estudió desde el punto de vista de la cinética empleando parámetros como el exponente de Avrami, k , y el tiempo para el 50% de recristalización, $t_{50\%}$. Los datos experimentales (curvas de fluencia) fueron comparados con las predicciones de los modelos propuestos y se encontró un excelente ajuste de los datos experimentales respecto de los calculados.

Los parámetros de esfuerzo y deformación críticos asociados con el inicio de la recristalización dinámica de los aceros microaleados al boro fueron determinados mediante cambios en la velocidad de endurecimiento por deformación (θ) como una función del esfuerzo de fluencia. De igual manera, el efecto de las variables de deformación (T, ε) sobre estos valores fue analizado. Los valores altos (≈ 0.8) presentados en la relación crítica de $\varepsilon_c/\varepsilon_p$ para el inicio de la recristalización dinámica confirman el efecto de aceleración de la recristalización dinámica, mientras que, los valores bajos (< 0.6) obtenidos en la relación de $\varepsilon_c/\varepsilon_{ss}$ corroboran el retraso en la cinética de la recristalización dinámica debido a las adiciones de boro.

Finalmente, se verificó la existencia de partículas precipitadas en el acero con mayor contenido de boro (105 ppm) a lo largo de los límites de grano austeníticos en condición de temple en agua producto de la segregación del boro durante la etapa de enfriamiento rápido, los cuales presentan un diámetro promedio aproximado de $1\mu\text{m}$.

ABSTRACT

The present research work analyses the influence of boron content (between 29 and 105 ppm) on the high temperature behavior, mechanical properties and microstructure of boron microalloyed steels. For this purpose, mechanical characterization through hardness, hot tensile and compression tests, and metallographic characterization by electronic and optical microscopic techniques under as cast and heat treatment conditions were carried out.

In general, the results show that boron additions in as cast condition have influence in the morphology of the ferrite phase. In the steel with lower boron content (29 ppm) the allotriomorphic ferrite is predominant, while in the steel with higher boron content the acicular ferrite (105 ppm) and in the same way boron additions retard the austenitic grain growth at high temperature and cause grain refinement at normalized condition. Microstructures and hardness revealed that decomposition kinetic of austenite to ferrite is delayed due to boron additions, which suppresses the nucleation of ferrite and generates the formation of bainitic and martensitic microstructures and increases the hardenability of steel.

High temperature tension test results revealed an improvement in hot ductility (up to 25%) of steels at increasing boron content. At 700, 900 and 1000°C the ductility is higher than at 800°C, where boron microalloyed steels exhibit a region of ductility loss (trough region). Likewise, dynamic recrystallization only occurred at 900 and 1000°C. The fracture surfaces of the tested steels at temperatures giving the high temperature ductility regime show that the fracture mode is a result of ductile failure, whereas it is ductile–brittle failure in the trough region. On the other hand, High temperature compression test results revealed that both peak stress and peak strain tend to decrease as boron content increases, which indicates that boron additions generate a sort of solid solution softening effect. Also, the flow curves show a delaying effect on the kinetics of dynamic recrystallization at increasing boron content. Deformed microstructures show a finer austenitic grain size in the steel with higher boron content (grain refinement effect).

The constitutive equations for the hot flow behavior of boron microalloyed steels were determined. These equations take into account both dynamic recovery (DRV) and recrystallization (DRX) phenomena. They were fitted using experimental data from hot compression tests of four

boron microalloyed steels. The softening (Ω) and hardening (U) parameters were obtained (Characteristic parameters that describe the hardening phenomena and softening for dynamic restoration that take place during the stages of the hot flow), by means of models proposed by Estrin, Mecking and Bergström. Likewise, the dynamic recrystallization was studied from the point of view of the kinetics using parameters like the exponent of Avrami, k , and the time for 50% recrystallization, $t_{50\%}$. The comparative analysis of the characteristic parameters of the constitutive equations describing the hot flow behavior of these steels shows that boron additions play a significant role on softening mechanisms rather than on hardening. The experimental data were compared with the predictions of the proposed model and excellent agreement was obtained between measured and predicted values for all boron microalloyed steels over the whole range of temperatures and strain rates.

The critical and peak strains associated with the onset of the dynamic recrystallization of hot deformed boron microalloyed steels were determined precisely based on changes in the work hardening rate (θ) as a function of the flow stress. The effect of the deformation variables ($T, \dot{\epsilon}$) on these values was analyzed; it was shown that for all conditions analyzed the onset of dynamic recrystallization is accelerated due to the high values (≈ 0.8) obtained in the critical strain ratio ϵ_c/ϵ_p when the boron addition is increased. Likewise, lower values (< 0.6) in the critical strain ratio ϵ_c/ϵ_{ss} corroborate a delaying effect on the kinetics of dynamic recrystallization (DRX) at increasing boron content.

Finally, boron precipitate particles in the higher boron content steel (105 ppm) in as cast and quenched conditions were verified. These precipitate particles are result of the non-equilibrium boron segregation on grain boundaries during the rapid cooling process. The average size observed of boron precipitate particles at austenitic grain boundaries is $1\mu\text{m}$.

INTRODUCCIÓN.

A medida que surgen nuevos materiales con propiedades mejoradas, aumenta la necesidad del control de los procesos de deformación, especialmente en los materiales tradicionales como el acero, por lo que es imprescindible conocer su comportamiento a la deformación [1]. Los aceros microaleados son un grupo de aleaciones ferrosas de gran importancia comercial con pequeñas cantidades de uno ó más de los siguientes elementos: niobio, titanio, vanadio, boro ó zirconio, conocidos como elementos microaleantes. Los elementos microaleantes combinados con otros elementos y un adecuado tratamiento térmico ó termomecánico son importantes en la producción de aceros con un excelente balance de resistencia a la tensión, tenacidad, ductilidad y soldabilidad. Los aceros microaleados en sus diferentes formas encuentran gran aplicación en la fabricación de puentes, edificios, barcos, tanques de almacenamiento, tuberías, estructuras marítimas y en la industria automotriz [2,3]. Los aceros al boro cuentan con cualidades específicas, con una tecnología de fabricación consolidada, una gran adaptabilidad y una absoluta fiabilidad en el uso y son una solución óptima para obtener un producto de alta calidad a un costo relativamente bajo. El boro es un elemento de aleación en los aceros que en cantidades pequeñísimas (70-100 ppm) tiene una extraordinaria eficacia para mejorar la templabilidad. Por décadas el boro ha despertado un enorme interés, sobre todo por el efecto endurecedor, cuando es usado como elemento de aleación en aceros. Considerando el alto precio de elementos microaleantes como Mo, W y Cr, una forma de optimizar la templabilidad y disminuir los costos en aceros de baja y media aleación es considerar el boro como elemento de reemplazo [4]. Después de una larga fase experimental, los aceros al boro empezaron a ser empleados en las décadas de los 70-80s del siglo pasado con la aparición de tecnologías siderúrgicas avanzadas, y ocupan hoy en día una posición relevante en el mercado de los aceros templados y recocidos [5].

Las primeras investigaciones sobre el efecto del boro en los aceros fueron realizadas por R. Vogel y G. Tammann [6], quienes descubrieron que al adicionar boro en cantidades superiores al 0.008% en aceros al carbono producían un incremento en dureza, y concluyeron que era posible sustituir el boro por carbono y obtener valores de dureza idénticos. B.M. Kapadia [7] determinó el efecto del boro en la templabilidad de un acero de baja aleación, y demostró que la adición de pequeñas cantidades de boro, producía un efecto idéntico en el acero que al agregar grandes

cantidades de carbono, y que de 0.8% C en adelante el efecto del boro sobre la templabilidad se pierde. Este fenómeno también fue descrito por J. E. Morral y Cameron [8] en aceros con alto contenido de carbono. Una adición de boro superior a 0.01% en los aceros austeníticos aumenta su resistencia a altas temperaturas [9]. El boro es adicionado a los aceros de alta velocidad para reforzar su resistencia al corte [10]. Está bien establecido que el boro aumenta la templabilidad en los aceros por que retarda la nucleación heterogénea de la ferrita en los límites de grano de la austenita dando lugar a la formación de estructuras bainítico-martensíticas [11]. Es probable que este efecto sea debido a la reducción de la energía interfacial cuando el boro segrega en los límites de grano de la austenita y provoca que estos pierdan efectividad como sitios de nucleación heterogénea. La temperatura a la que se solubiliza el boro en la austenita es de 940°C, que es aproximadamente 30°C arriba de la que el hierro puro se transforma a ferrita [12]. También se ha encontrado que el boro en cantidades de 20 a 40 ppm en los aceros tiene una gran influencia en la microestructura y resistencia a la deformación, la descomposición cinética de la austenita a ferrita es retardada y como consecuencia resulta la formación de microestructuras bainíticas-martensíticas [13]. 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 [14]. Es bien conocido que en aceros de bajo contenido de C, la adición de 10-25 ppm de B mejora tanto la resistencia como la tenacidad, mientras que altos contenidos de B proporcionan mejoramiento de la resistencia pero se produce una disminución de la tenacidad. A mayor contenido de B el acero transformará totalmente a martensita [14,15].

Considerando un rango de 0-100 ppm de B en el acero, éste puede precipitar como $M_{23}(B,C)_6$, unido al N como BN, pero también puede permanecer soluble como un elemento intersticial y una pequeña cantidad puede estar unida con oxígeno [14-16]. Únicamente el B soluble puede segregar y precipitar en los límites de grano [17]. Algunos estudios han demostrado que los átomos de B tienen una tendencia a migrar a los límites de grano de austenita, lo cual se asocia con interacciones entre el B y vacancias [14,19].

Por otro lado, el conformado en caliente comprende operaciones de laminación, forja, extrusión, etc. Dependiendo del material y del proceso pueden surgir problemas de conformado por falta de ductilidad en caliente. Este problema afecta principalmente a aceros con una elevada cantidad de elementos de aleación y puede inducir pérdida de calidad y rechazos. La causa de esta

pérdida de ductilidad puede tener más de un origen: solución/precipitación de segundas fases, ausencia de recristalización dinámica, etc. Industrialmente se ha comprobado que la existencia de elementos residuales e impurezas en la composición del acero aumenta la incidencia del agrietamiento transversal en la superficie (colada continua). La situación actual hace necesario un replanteamiento del problema de la ductilidad en caliente prestando atención especial al papel que pueden tener los elementos de aleación, residuales e impurezas durante las diferentes etapas del proceso de fabricación del acero. Se ha encontrado que la adición de elementos tales como Ti, Ca, Zr, e Y, pueden mejorar la ductilidad en caliente del acero [20,21]. Por otro lado, el boro ha sido considerado como otro posible elemento de aleación para mejorar la ductilidad en un grado similar. El efecto de la adición de boro en la ductilidad a altas temperaturas en los aceros no ha sido estudiado totalmente [22]. Hanner [23] reportó que la adición de 10 ppm B mejora considerablemente la ductilidad en caliente de un acero microaleado con Ti. Algunos estudios [24], indican que el mejoramiento en la ductilidad de los aceros debido a la adición de boro puede estar relacionado con el retraso en la transformación de austenita a ferrita, lo cual evita la formación de una delgada capa de ferrita en los límites de grano de la austenita y se incrementa la resistencia al deslizamiento durante la deformación en caliente. Lagerquist y Langenborg [25] demostraron que la adición de boro en una aleación puede reducir el deslizamiento de grano y mejorar la ductilidad en creep. Hasta el momento los pocos trabajos relacionados con el efecto del boro en la ductilidad en caliente del acero reportan que el boro puede segregarse hacia los límites de grano de la austenita y ocupar sitios de vacancias inducidos por deformación, así como también prevenir la formación y propagación de microgrietas en los límites y a su vez mejorar la ductilidad en caliente del acero. Además, los átomos de boro actúan como un tipo de adhesivo en los límites de grano y hacen que se inhiba la decohesión de los límites de grano [26,27].

En simulaciones de laboratorio de conformado de metales, la aparición de la recristalización dinámica es indicada por la aparición de un pico en la curva esfuerzo-deformación. Sin embargo, ésta inicia antes de la deformación que corresponde al esfuerzo pico [29,30]. Esta deformación es conocida como la deformación crítica [29,28]. La deformación crítica para el inicio de la recristalización dinámica depende de la composición química del material bajo consideración, el tamaño de grano anterior a la deformación, y las condiciones de deformación (temperatura y velocidad de deformación) [29-31]. La deformación crítica es un parámetro de una importancia muy

considerable en el modelado de la laminación en caliente. El impacto de la recrystalización dinámica en el comportamiento mecánico a alta temperatura ha sido mejor entendido y cuantificado para las pruebas de torsión y compresión con velocidad de deformación constante [32]. La mayor dificultad experimental en detectar el inicio de la recrystalización dinámica es que al alcanzarse el esfuerzo crítico, σ_c , este no se manifiesta a simple vista a si mismo en la curva de fluencia. Por esta razón, la presencia de esfuerzos pico sobre las curvas de fluencia con velocidad de deformación constante es a menudo considerado como la única señal confiable que indica el inicio de la recrystalización dinámica [33,34,28]. Se cree que las curvas de fluencia sin esfuerzos pico bien definidos generalmente presentan un comportamiento debido sólo a los mecanismos de la recuperación dinámica. Sin embargo, la recrystalización dinámica toma lugar en muchos materiales que no tienen esfuerzos pico bien definidos en sus curvas de fluencia. Es posible determinar la deformación crítica desde las curvas de fluencia por medio del método desarrollado por Ryan y McQueen [35] 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 idealizada, basada en las diferencias de los comportamientos de endurecimiento por deformación asociados con la recrystalización dinámica y la recuperación dinámica. Un método alternativo que se basa en los procesos termodinámicos irreversibles fue desarrollado por Poliak y Jonas [32,36,37]. Este método elimina la necesidad de extrapolar datos del esfuerzo de fluencia; el inicio de la recrystalización dinámica puede ser identificado por medio de un punto de inflexión en la curva $\theta-\sigma$ (dónde $\theta = d\sigma/d\varepsilon$) correspondiente a la aparición de un grado termodinámico de libertad adicional en el sistema. Estos puntos críticos pueden ser directa y precisamente localizados sobre la curva de fluencia. Tales graficas pueden ser usadas para identificar el esfuerzo pico, el cual corresponde a la condición de $\theta=0$. Las relaciones entre la deformación crítica y el punto de inflexión en al curva $\theta-\sigma$ ha sido confirmado por otros investigadores [38]. Hasta estos momentos no hay trabajos relacionados con el efecto del boro sobre el inicio y cinética de la recrystalización dinámica en aceros microaleados. En este trabajo el método desarrollado por Poliak y Jonas, fue aplicado para determinar de una manera precisa el efecto de las adiciones de boro y los parámetros de deformación (velocidad de deformación constante y temperatura) sobre el inicio y cinética de la recrystalización dinámica de aceros microaleados con boro. Por otro lado, el efecto del boro sobre el comportamiento a la fluencia en caliente puede ser evaluado por medio de un análisis comparativo de los parámetros característicos, describiendo las ecuaciones constitutivas que predicen las curvas de fluencia experimentales.

En estudios anteriores se ha reportado [39,40] que el boro como un elemento intersticial puede segregar promoviendo la actividad en los límites de grano austeníticos y facilitando el movimiento de las dislocaciones hacia el límite de grano durante la deformación a alta temperatura, lo cual facilita la aparición de la recrystalización dinámica. Además los átomos de boro pueden segregar hacia el límite de grano de la austenita y ocupar los sitios de vacancias producidas por deformación evitando la formación y propagación de microgrietas aumentando la cohesión entre los granos y facilitando el flujo plástico y la deformación [22]. También ha sido observado que la segregación del boro es más intensa en los límites de grano de la austenita recrystalizada [41]. De acuerdo con P. E. Bushy y colaboradores [42] 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 [43,44]. El boro tiene dos características que son aplicables al presente estudio y que muy pocos elementos microaleantes pueden satisfacer: (a) segregación hacia los límites de grano a altas temperaturas, y (b) una rápida capacidad de difusión que permite a los átomos de boro viajar lo suficientemente rápido para seguir a los límites de grano durante la recrystalización (segregación de especies con muy alta velocidad de difusión) [44,45].

JUSTIFICACIÓN

Los metales y sus aleaciones son los materiales más estudiados por el hombre, tanto desde el punto de vista de sus condiciones de procesamiento como de sus propiedades mecánicas finales. A pesar del hecho de que más de dos terceras partes de los 110 elementos encontrados en la naturaleza o producidos experimentalmente, son metales, únicamente alrededor de 12 son utilizados en una escala considerable en la construcción y para propósitos de ingeniería. Las causas de esta limitación son muchas, recorriendo desde propiedades mecánicas, tales como baja resistencia o fragilidad, escasez y costo elevado, posiblemente aunadas a dificultades de preparación o mecanización. Aquellos metales que pueden ser usados y las aleaciones basadas en ellos, están disponibles en una amplia variedad de formas intermedias y acabados y en la mayoría de los casos han sido producidas a partir de lingotes fundidos de grandes dimensiones y formas simples. Placas y chapas, varillas y barras, tubos y alambres están entre los semiacabados que son subsecuentemente convertidos en componentes y perfiles estructurales capaces de proporcionar servicios útiles. La deformación y los procesos de conformado incluyendo el laminado, punzonado, estirado, forjado y extrusión, están entre aquellos utilizados en las operaciones de transformación. Uno de los objetivos más importantes de la investigación metalúrgica actual es desarrollar aceros con una combinación de alta resistencia y alta tenacidad, particularmente aceros para construcción. Por lo cual, uno de los campos que necesitan investigaciones adicionales, dada su importancia, es el del desarrollo de aceros microaleados al boro, así como su conformación en caliente, y en particular el efecto que estas adiciones tienen sobre el comportamiento a deformación a alta temperatura y mejora de la templabilidad. Las tendencias modernas apuntan a que las propiedades mecánicas finales del acero se obtengan, en la medida de lo posible, directamente durante el proceso de conformado. Por lo tanto, la etapa de deformación no solo debe servir para producir la geometría deseada, sino también las propiedades mecánicas exigibles a la pieza en servicio. La importancia de los metales en la tecnología moderna se debe, en gran parte, a la facilidad con que pueden dárseles formas útiles. Hoy en día se cuentan por centenares los procesos para trabajar los metales mediante deformación plástica. Las razones del empleo de este tipo de conformación, son al menos dos: relativa facilidad de obtención de la forma deseada y mejora y optimización de las propiedades mecánicas del material por control de la microestructura [46]. Es bien conocido que la revolución industrial condujo al desarrollo de nuevas técnicas de conformado de metales, bajo las cuales es posible la

obtención del acero con características mecánicas superiores a las obtenidas hasta entonces mediante otros procesamientos. El conformado en caliente se ha empleado a lo largo de los años para proporcionar la forma adecuada a los metales. Actualmente, el conformado en caliente no produce 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. Existen diferentes factores que pueden alterar el comportamiento a fluencia durante el trabajo en caliente de los metales. Éstos incluyen la composición química, la temperatura y la velocidad de deformación, así como la interacción ente ellos [47]. La importancia de la determinación del comportamiento de fluencia 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. La deformación plástica en caliente o el conformado en caliente, se realiza llevando el material a temperaturas elevadas, a fin de obtener deformaciones importantes aplicando esfuerzos relativamente limitados. Además los procesos de conformado en caliente permiten la modificación de la estructura metalográfica y el tamaño de grano [48]. Dos son las formas habituales de deformar plásticamente un material: en frío y en caliente. Es bien sabido que al deformar un material, éste experimenta un endurecimiento debido a la propia deformación. Sin embargo, cuando el material se trabaja en caliente, aparecen mecanismos metalúrgicos de ablandamiento que contrarrestan a los de endurecimiento y dotan de mayor deformabilidad al metal. Dichos mecanismos se activan cuando la temperatura es suficientemente alta para el material dado. Esta temperatura no puede definirse de modo absoluto para todos los materiales, sino de manera relativa a la temperatura de fusión de los mismos. 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. En términos metalúrgicos, el material está sometido a condiciones de alta temperatura cuando es capaz de *restaurar* y *recristalizar* [48]. Todo proceso de conformado en caliente consta fundamentalmente de dos fenómenos que se combinan para determinar el comportamiento final. Dichos fenómenos son los de endurecimiento por deformación y los de ablandamiento debido a procedimientos dinámicos de recuperación (restauración y/o recristalización). En el trabajo en caliente se elimina rápidamente el endurecimiento por deformación, y la estructura granular, deformada en algunos casos, es sustituida por una de nuevos granos libres de deformación

(recristalización dinámica). Durante la deformación en caliente se pueden lograr deformaciones muy grandes porque la recristalización elimina la acritud introducida por la deformación. Por otro lado, la simulación por elemento finito de la deformación plástica permite el cálculo de la distribución real de la deformación, tomando en cuenta todas las causas de la heterogeneidad. Sin embargo, para el análisis numérico del flujo metálico y de la transferencia de calor en los procesos de conformado metálico los modelos requieren la descripción de las propiedades del material, que se introducen en el modelo en la forma de ecuaciones constitutivas. Las ecuaciones constitutivas que se ajustan a los datos experimentales son esencialmente empíricas, pero están directamente relacionadas con la evolución microestructural que se deriva de los mecanismos de endurecimiento por deformación y de ablandamiento dinámico por recuperación y recristalización. Una de las metas principales de este trabajo de tesis es desarrollar aceros microaleados al boro de aplicación en la industria automotriz, generación de energía, transporte, naval y aeronáutica, con excelentes propiedades de resistencia y buena tenacidad, que sustituyan a aceros tradicionales de contenidos mayores de carbono y otros elementos aleantes; así como determinar sus características de plasticidad en caliente de manera que se pueda optimizar las propiedades mecánicas mediante el control de la microestructura durante la etapa de conformado.

OBJETIVOS:

Objetivo General.

El objetivo general de este trabajo de investigación es determinar el efecto de las adiciones de boro en la fluencia y deformación plástica en caliente de un acero de bajo contenido de carbono (0.04%) microaleado con diferentes cantidades de boro (29, 49, 62 y 105 ppm), así como en sus propiedades termomecánicas, mecánicas y microestructura final.

Objetivos Específicos.

Los objetivos particulares que se han planteado para el desarrollo de este trabajo son los siguientes:

1. Diseñar y fabricar un acero de bajo contenido de carbono (0.04) microaleado con diferentes contenidos de boro (29, 49, 62 y 105 ppm).
2. Caracterizar mecánica y microestructuralmente los aceros microaleados con boro mediante ensayos de dureza y técnicas de microscopía óptica y electrónica en condición de colada y de tratamiento térmico (normalizado y temple en agua).
3. Estudiar la influencia de la adición de boro en la ductilidad en caliente del acero mediante ensayos de tracción en caliente variando temperaturas y manteniendo constante la velocidad de deformación.
4. Estudiar la influencia de las adiciones de boro sobre las curvas de fluencia mediante ensayos de compresión uniaxial en caliente a diferentes temperaturas y velocidades de deformación.
5. Modelizar las curvas de fluencia de compresión en caliente experimentales mediante la aplicación de ecuaciones constitutivas de base física.
6. Determinar los parámetros críticos de esfuerzo y deformación para el inicio de la recrystalización dinámica.
7. Llevar a cabo un estudio de precipitados por medio de microscopía electrónica mediante la técnica de réplica, que permita detectar la presencia de compuestos de boro en el acero.

HIPÓTESIS

En base a estudios previos, teóricos y experimentales, probados y reportados en literatura, se plantea la hipótesis de que la adición de pequeñas cantidades de boro como elemento microaleante (por ejemplo: 29, 49, 62 y 105 ppm) a un acero de bajo contenido de carbono (0.04 %) producirá los siguientes efectos:

- a) Cambios importantes en la morfología de la fase mayoritaria ferrita, debido a que pequeñas adiciones de boro en el acero tienen un marcado efecto en el inicio y cinética de la transformación de austenita a ferrita en función de la concentración del boro en solución sólida en la austenita, y al exceso de boro en los límites de grano de la austenita que suprime la nucleación de la ferrita en los límites de grano, promoviendo la formación de granos finos de ferrita intergranular. Asimismo, la templabilidad del acero microaleado aumentará de forma considerable debido a que el boro desplaza significativamente la nariz de la curva del diagrama de transformación TTT hacia la derecha, y a la segregación del boro hacia los límites de grano de la austenita/ferrita inhibiendo la nucleación de la ferrita y dando lugar a la formación de estructuras bainítico-martensíticas.
- b) Formación de precipitados finos de $M_{23}(C,B)_6$ antes de la nucleación de la ferrita y de la perlita, dando lugar a la formación de estructuras completamente bainítico-martensíticas durante el temple y reducirán la energía interfacial causando la supresión de la transformación de austenita a ferrita debido a la fuerte interacción entre los átomos de boro y los defectos de la red tales como dislocaciones y vacancias. En este caso, la segregación de átomos de boro hacia los límites de grano austeníticos, así como la precipitación del BN será debido al exceso de boro que no se encuentra en solución sólida. La segregación del boro ocurrirá en ciertas áreas particulares de la microestructura tal como límites de grano ó precipitados.
- c) Aumento en la ductilidad a alta temperatura, aceleración en el inicio de la recristalización dinámica, ablandamiento por solución sólida adicional al producido por la recristalización dinámica y retardo de la cinética de la recristalización dinámica, debido a que el boro como

elemento intersticial puede segregarse promoviendo la actividad en los límites de grano austeníticos y facilitando el movimiento de las dislocaciones hacia el límite de grano durante la deformación a alta temperatura, lo cual facilita la aparición de la recristalización dinámica. Además, los átomos de boro pueden segregarse hacia el límite de grano de la austenita y ocupar los sitios de vacancias producidas por deformación evitando la formación y propagación de microgrietas aumentando la cohesión entre los granos y facilitando el flujo plástico y la deformación.

CAPÍTULO I

REVISIÓN BIBLIOGRAFICA.

1.1 Aceros microaleados al boro.

1.1.1 Introducción.

El acero ha sido objeto de una atención especial en cuanto al estudio de la ruta de procesamiento, así como en el desarrollo de microestructuras apropiadas que permiten la optimización de las propiedades mecánicas. Aunque se ha dedicado más de un siglo al desarrollo del acero, existen todavía algunas cuestiones por resolver, siendo una de estas cuestiones la de cuantificar el efecto de la composición química en el comportamiento a fluencia de un acero dado. Existen estudios sobre la influencia de muchos elementos en la ductilidad y fluencia en caliente de los aceros. Sin embargo, en pocos se trata el efecto del boro [26,27]. Probablemente el boro sea el mejor elemento de aleación considerando costo, efecto y cantidad [12]. Hoy en día, se tiene un fuerte interés por parte de los investigadores y fabricantes en los aceros microaleados al boro; ya que, actualmente se puede producir este tipo de aceros sin gran dificultad, con un contenido óptimo de boro con una consistente templabilidad. Además, resulta interesante evaluar el efecto que este elemento tiene sobre la ductilidad y el comportamiento a la fluencia en caliente. Con el incremento de los costos dependiendo de las fuentes de materias primas y un futuro incierto para la mayoría de los elementos de aleación en aceros; el boro parece ser la mejor alternativa como un elemento de aleación considerando efecto y cantidad al ser adicionado a los aceros. El estudio de los aceros al boro, se inició durante la segunda guerra mundial y experimentó un impulso importante en los años 50s cuando, a raíz de los acontecimientos bélicos, resultó crítico encontrar elementos que constituyeran una alternativa a los aglomerantes más costosos. Tras una larga fase experimental, los aceros al boro solamente empezaron a tomar pie en los años 70/80s con la aparición de tecnologías siderúrgicas avanzadas, y ocupan hoy en día una posición de relieve en el mercado de los aceros

templados y revenidos [22]. Es bien sabido que, el boro logra aumentar la templabilidad cuando el acero está totalmente desoxidado. Una pequeña cantidad de boro (0.001%) tiene un efecto marcado en el endurecimiento del acero, ya que también se combina con el carbono para formar los carburos que dan al acero propiedades de alta dureza. El boro y sus compuestos tienen muchas aplicaciones en diversos campos, aunque el boro elemental se emplea principalmente en la industria metalúrgica. Su gran reactividad a temperaturas altas, en particular con oxígeno y nitrógeno, lo hace útil como agente metalúrgico desgasificante. El boro elemental se emplea en reactores atómicos y en tecnologías de alta temperatura. Las propiedades físicas que lo hacen atractivo en la construcción de misiles y tecnología de cohetes, es su densidad baja, extrema dureza, alto punto de fusión y notable fuerza tensora en forma de filamentos. Cuando las fibras de boro se utilizan en material portador o matriz del tipo epoxi (u otro plástico), la composición resultante es más fuerte y rígida que el acero y 25% más ligera que el aluminio [50].

1.1.2 Compuestos que forma el boro con oxígeno, nitrógeno y carbono.

El boro combinado con el oxígeno forma óxidos de boro; el boro tiene una mayor afinidad por el oxígeno que otros elementos como el vanadio, tantalio, manganeso, hierro y cromo. Pero una menor afinidad que el silicio, titanio, cerio, aluminio y zirconio [5]. Asimismo, el boro combinado con el nitrógeno puede formar nitruros de boro (BN), estos nitruros son extremadamente resistentes a la temperatura, y solo pueden ser disueltos a 1600°C. Solo los siguientes elementos tienen una mayor afinidad que el boro por el nitrógeno: aluminio, cerio, titanio y zirconio [5]. El boro combinado con el carbono puede formar boro carburos (B_4C), su disolución solo puede ser a 2350°C. Solo los siguientes elementos tiene una afinidad mayor por el carbono que el boro: cromo, vanadio, tantalio, niobio, titanio y zirconio.

Por otro lado, considerando un rango óptimo en el caso de los aceros microaleados al boro de 10-100 ppm, las diferentes formas en que se puede encontrar el boro son: a) boro precipitado como $M_{23}(B,C)_6$, b) combinado con el N como BN, c) como elemento intersticial en solución sólida, d) como un óxido, pero usualmente en bajas cantidades. El compuesto $M_{23}(B,C)_6$ llamado borocarburo es una de las formas microestructurales más comunes que se pueden encontrar en aceros con 0.05-0.25 %C y 0-130 ppm de boro [14,15,17]. Ha sido reportado [17] que solo el boro soluble puede segregarse y entonces precipitar después como $M_{23}(B,C)_6$, en los límites de grano. Esta partícula

intergranular de $M_{23}(B,C)_6$ precipita con una relación epitaxial entre la vecindad de los límites de grano de la austenita [14,15,19], que actúa junto con otros elementos intersticiales que son capaces de llenar los huecos que son desfavorables en los límites de grano y estabilizar los límites de grano de las superficies. Asimismo, se ha demostrado que los átomos de boro tienden a migrar hacia los límites de grano de la austenita, un hecho que puede ser asociado con la interacción del boro y las vacancias [19,41].

1.1.3 Solubilidad del boro en Fe puro.

1.1.3.1 Sistema binario Fe-B.

El diagrama de fases Fe-B [Figura 1.1 (a)] fue preparado por O. Kubaschewski [53]. En este diagrama se observan dos eutécticos. Uno a 17% atómico de boro y el otro a 58% atómico de boro. Dentro del rango entre estos dos eutécticos, la temperatura de liquidus varía entre 1177°C para el eutéctico de 17% atómico de boro y 1590°C para el eutéctico de 58% atómico de boro. La temperatura de fusión del Fe, puede ser bajada por más de 150°C y hasta un máximo de 350°C (a 17% atómico de boro) por la adición de 5 a 30% atómico de boro. La estructura de los hierroboruros (FeB) fue investigada por T. Bjurström [54] y R. Kiessling [55]. El FeB tiene un 16.23% en peso de B y una estructura rómbica. El Fe_2B tiene 8.83% en peso de B y una estructura tetragonal. Las primeras investigaciones acerca de la solubilidad del B en el Fe llevan al diagrama de fases del sistema binario Fe-B en la esquina rica en Fe [Figura 1.1 (b)] preparado por G. Hannesen [56] y N. Tschischewski [57] en 1915. Los diagramas antes mencionados tienen aún la desventaja de que las impurezas han sido ignoradas. La investigación más reciente del sistema binario Fe-B [Figura. 1.1 (c)] fue llevada a cabo por M.E. Nicholson [59] y P.E. Bushy [59] en 1950. En este diagrama se puede observar que a 1000°C el máximo contenido de boro soluble en austenita es entre 16 y 33 ppm [Figura 1.1 (c)].

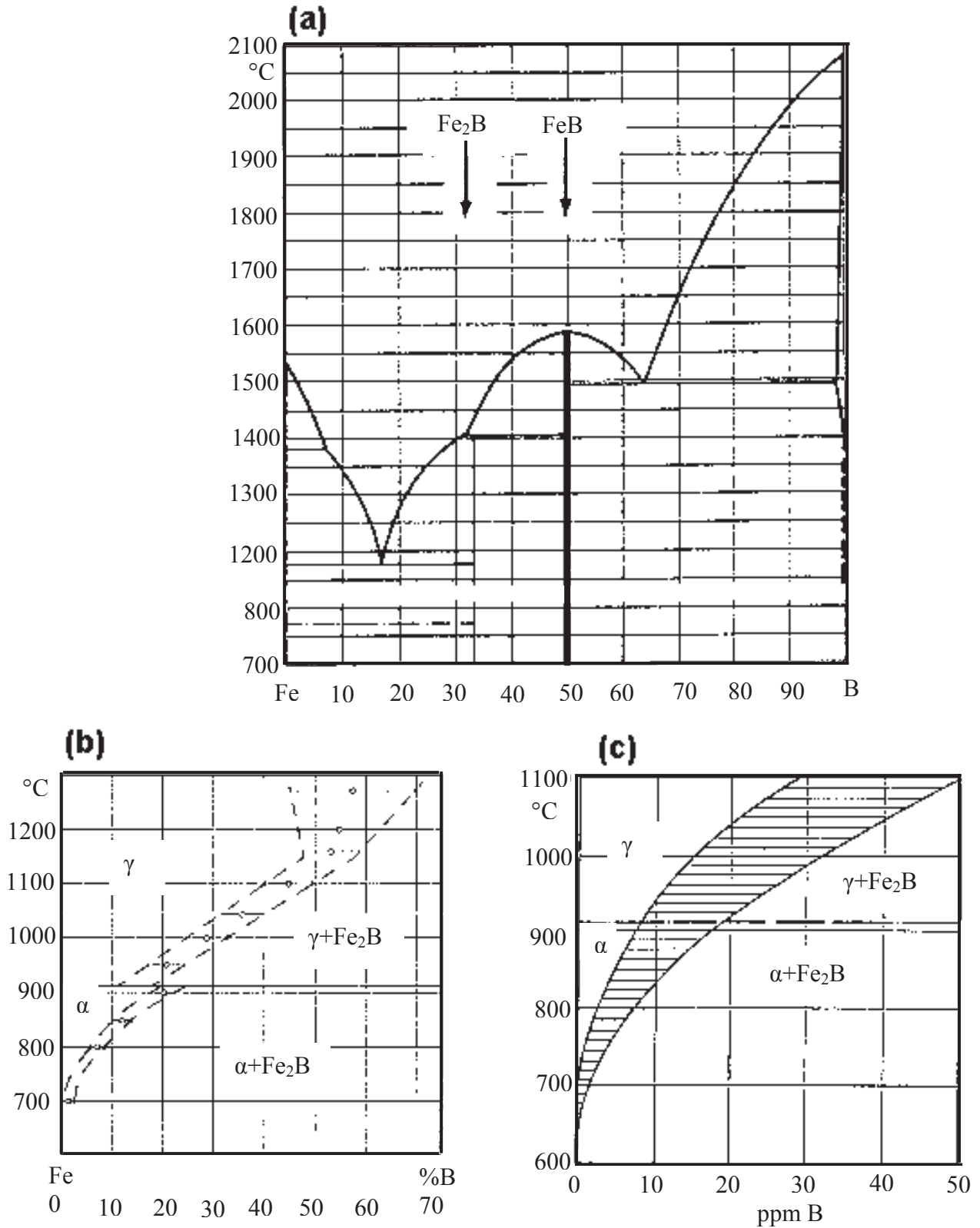


Figura 1.1. (a) Diagrama de fases Fe-B, (b) Sistema binario Fe-B en la esquina rica en Fe (% B), (c) Sistema binario Fe-B en la esquina rica en Fe (ppm B) [63].

1.1.3.2 Átomos de B en la red de Fe.

El punto de vista de los investigadores difiere con respecto a la posición de los átomos de boro en la red austenítica. Algunos están de acuerdo en que los átomos de boro ocupan posiciones intersticiales. A partir de una comparación de los coeficientes de difusión del boro, carbono y nitrógeno, W.F. Jandeska y J.E. Morral [60], concluyeron que los átomos de boro estaban incorporados intersticialmente en la red del hierro gamma. Los mismos resultados fueron apoyados por C.C. McBride [61], quien a su vez realizó una serie de consideraciones teóricas basadas en una comparación del radio del átomo de boro con las distancias interatómicas en la red del hierro gamma. Sin embargo, estas investigaciones geométricas ignoraron los mecanismos de unión física y química.

Por medio de mediciones con difracción de rayos-X, R.M. Goldhoff y J.W. Spretnak [62], encontraron que el parámetro de red en el hierro gamma es reducido en presencia de átomos de boro y tomaron esto como una evidencia de que los átomos de boro ocupaban sitios sustitucionales en la red austenítica. De acuerdo con el radio atómico del hierro y del boro, consideraron que la posición más favorable para que los átomos de boro ocuparan la red austenítica eran las posiciones sustitucionales. Ellos también descubrieron que las diferencias entre los parámetros de red del hierro puro y del hierro conteniendo boro disminuían cuando la temperatura era incrementada. Así, concluyeron que cuando la temperatura incrementa la mayoría de los átomos de boro migran de la red a los límites de grano. Sin embargo estos autores no excluyeron la posibilidad de que un pequeño número de átomos pueden también ocupar posiciones intersticiales. De acuerdo con P.E. Busby y colaboradores [63], la velocidad de difusión del boro es la misma que la del carbono ($D = 0.002e^{-21000/RT}$). Con contenidos de carbono arriba de 0.43% la solubilidad del boro en la red austenítica es independiente del contenido de carbono. La difusión del carbono no es afectada arriba de contenidos de boro mayores a 0.009%.

1.1.3.3 Actividad del B en Fe puro.

Brodowsky [64] determinó experimentalmente la actividad del boro en el hierro a temperaturas entre 800 y 1100°C y concluyó que la actividad del boro en el hierro disminuye con la disminución de la temperatura, y que la condición de mayor actividad es a 900°C.

1.1.4 Sistema ternario Fe-B-C.

Tal como sucede con el carbono, el boro es soluble solo a escala atómica en la red del hierro, como es mostrado en el diagrama del sistema ternario Fe-B-C de la Figura 1.2, preparado por M.V. Zarahova [65]. El boro puede formar fases con el hierro y con el carbono, por ejemplo, a 1000°C se puede formar el Fe_3C , $\text{Fe}_2(\text{B,C})$ y el $\text{Fe}_{23}(\text{B,C})_6$. En el rango de 0.05 a 0.25 % C el nivel del contenido de carbono es supuesto que no tiene efecto en la formación de los borocarburos.

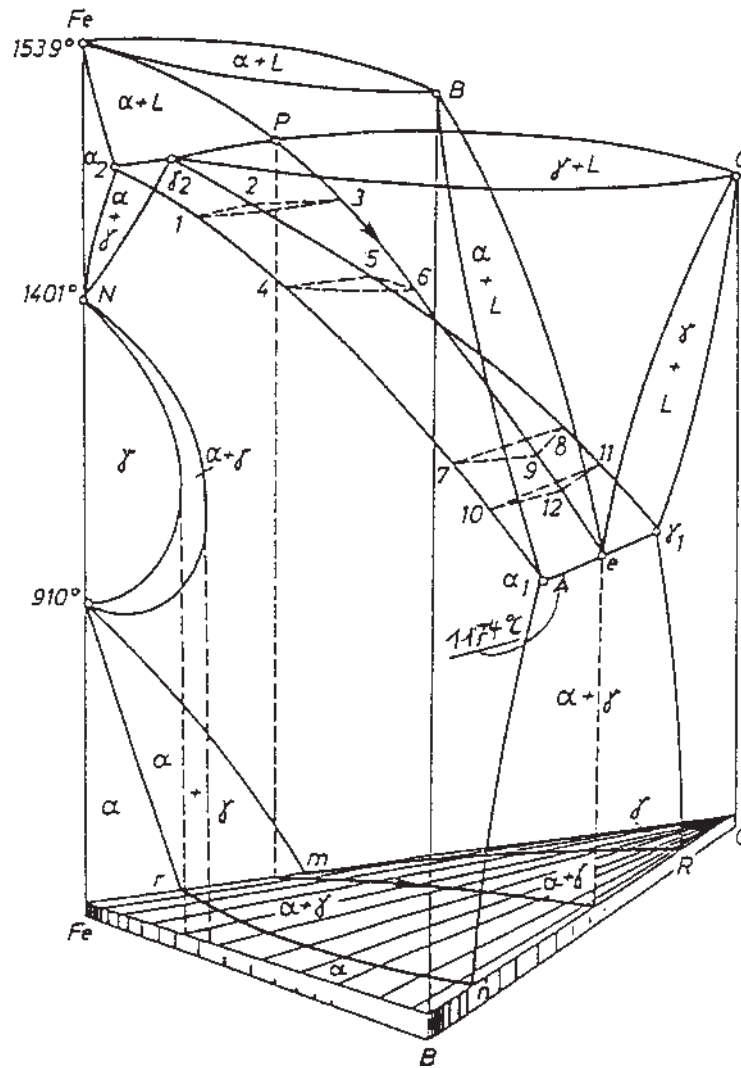


Figura 1.2. Modelo del sistema ternario Fe-B-C [65].

1.1.5 Efecto del boro en las propiedades de los aceros.

El boro añadido en pequeñas proporciones (en general 70-100 ppm) tiene la facultad de intensificar la templabilidad respecto a la de un acero con la misma composición química pero sin

boro. La soldabilidad es más o menos equivalente a la del acero base correspondiente. La temperatura de forjado debe estar comprendida entre los 900°C y los 1200°C. El periodo de permanencia después de haber llevado el material a la temperatura de austenización debe ser el más breve posible para evitar que el boro presente pierda su eficacia. El temple puede realizarse en la mayor parte de los casos aprovechando el calor del forjado y el medio de templado (normalmente agua) debe tener una temperatura constante. Está bien establecido que el boro aumenta la templabilidad en los aceros ya que retarda la nucleación heterogénea de la ferrita en los límites de grano de la austenita dando lugar a la formación de estructuras bainítico-martensíticas [66]. Es probable que este efecto sea debido a la reducción de la energía interfacial cuando el boro segrega en los límites de grano de la austenita y provoca que los límites de grano pierdan efectividad como sitios de nucleación heterogénea. Para aceros típicos comerciales, una adición de 2 ppm de boro es suficiente, aunque la cantidad exacta podría depender de la cantidad del límite de grano de la austenita por unidad de volumen [67]. Grandes adiciones es perjudicial porque provoca la formación de boruros en los límites de grano de la austenita y esto es bien sabido que mejora la nucleación de la ferrita [68]. El boro también es inefectivo como un óxido o nitruro. La temperatura a la que se solubiliza el boro en la austenita es de 940°C, que es aproximadamente 30°C arriba de la que el hierro puro se transforma a ferrita [12].

El boro ejerce un efecto sobre el acero al desplazar la nariz de la curva del diagrama TTT (Tiempo-Temperatura-Transformación) hacia la derecha (ver Figura 1.3). Dando lugar así, a un margen de tiempo mayor para conseguir estructuras completamente bainítico-martensíticas con tiempos de enfriamiento menos rápidos, mejorando notablemente la templabilidad del material. Con la adición de 25 ppm de B en aceros de bajo contenido de carbono, R.A. Grange y T.M. Garvey [69] encontraron una templabilidad óptima entre 800 y 875°C, con una dureza máxima de 39 HRC a 850°C, como es mostrado en la Figura 1.4. Mientras que con el incremento en la temperatura de austenización el acero sin boro de la Figura 1.4, muestra solo un incremento gradual en los valores de dureza, el acero con boro muestra valores claramente más altos en el rango de temperaturas de 700 a 900°C, a altas temperaturas por encima de 900°C la dureza decrece alcanzando los valores del acero sin boro a aproximadamente 1000°C y entonces cae debajo de los valores de dureza del acero sin boro. Estos autores no encontraron explicación a este comportamiento anormal de aceros conteniendo boro.

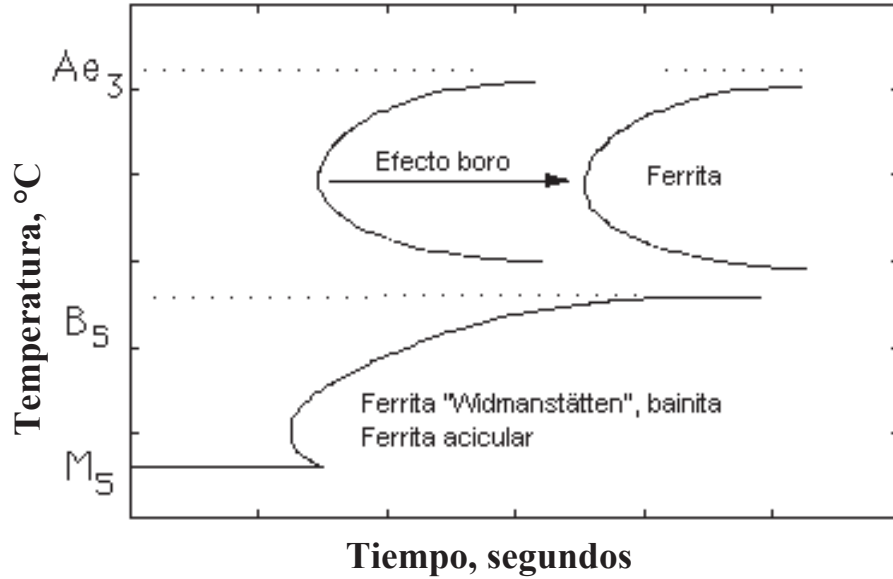


Figura 1.3. Efecto del boro sobre el diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT) [67].

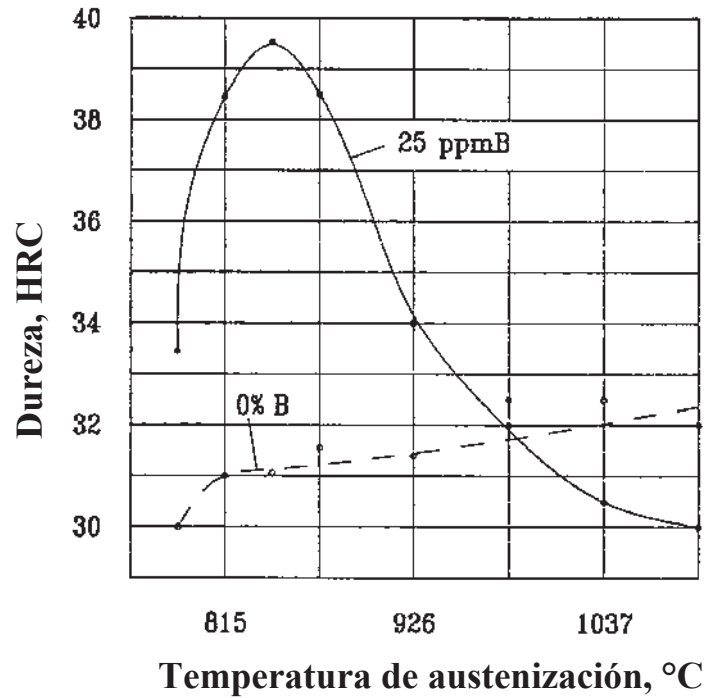


Figura 1.4. Influencia de la temperatura de austenización sobre la dureza en aceros de bajo contenido de carbono, con y sin boro [5].

Por otro lado, conforme aumenta el contenido de boro en los aceros decrece la presencia de la ferrita alotriomórfica y prácticamente desaparece la ferrita Widmanstätten, como puede ser observado en la Figura 1.5.

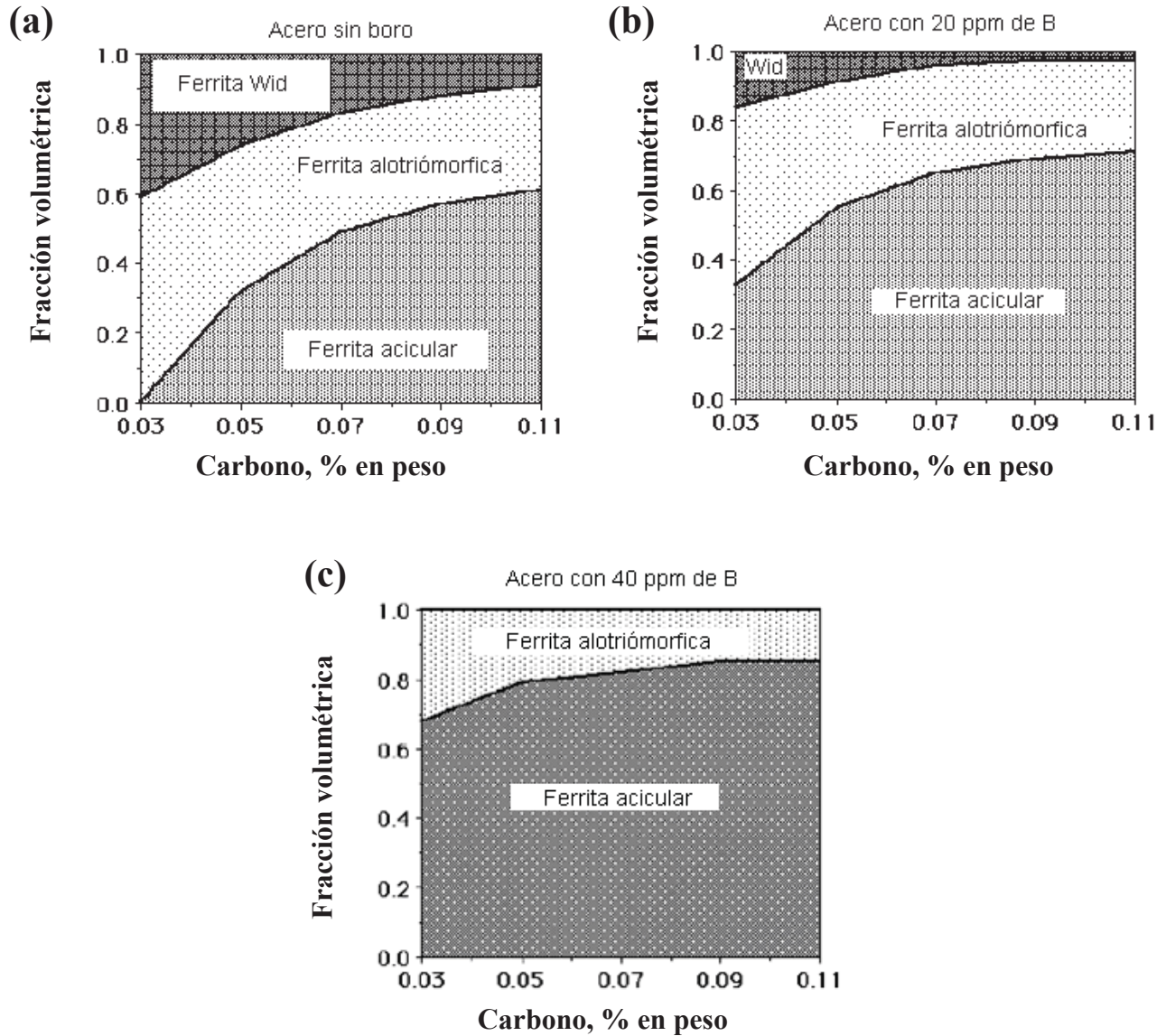


Figura 1.5. Tipos de ferrita presentes en el acero al aumentar el contenido de boro, (a) Acero sin boro, (b) Acero con 20 ppm de B y (c) Acero con 40 ppm de B [67].

También se ha encontrado que el boro en cantidades de 20 a 40 ppm en los aceros tiene una gran influencia en la microestructura y resistencia a la deformación, la descomposición cinética de la austenita a ferrita es retardada y da como resultado la formación de microestructuras completamente bainítico-martensíticas [13]. 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 de austenita-ferrita [17]. En la Figura 1.6, se muestra como la ferrita Widmanstätten puede nuclear preferentemente en los límites de grano de la ferrita alotriomorfica (austenita). La ferrita

alotriomorfa usualmente nuclea en los límites de grano de la austenita y tiene una relación de orientación apropiada solo con uno de los granos adyacentes de la austenita. Por otro lado la ferrita Widmanstätten debido al mecanismo de transformación, puede solamente nuclear desde la ferrita alotriomorfa dentro del grano de austenita [71].

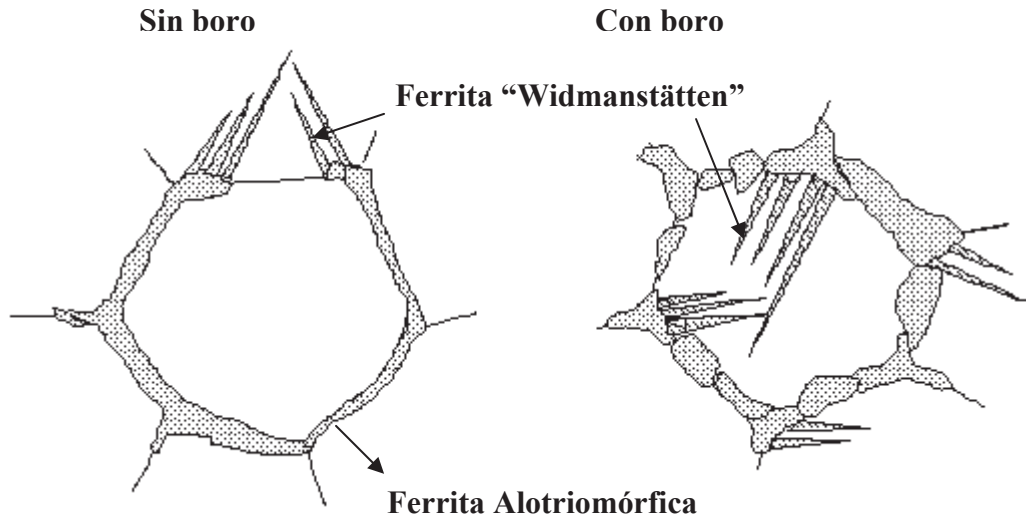


Figura 1.6. Formación de ferrita Widmanstätten a partir de la ferrita alotriomorfa [72].

Asimismo, en la fluencia en caliente se puede aprender mucho de los estudios realizados sobre el efecto del boro en la templabilidad de los aceros [73-77,239], particularmente en el efecto del boro en la austenita y su interacción con los límites de grano, que es relevante para la fluencia en caliente y recristalización dinámica de la austenita. La segregación del boro hacia los límites de grano de la austenita cambia las características termodinámicas de los límites de grano y esto tiene un efecto en el ablandamiento de la austenita durante la fluencia en caliente [50]. La segregación del boro hacia los límites de grano de la austenita retarda su movilidad y la cinética de recristalización durante la fluencia en caliente [79]. Watanabe y colaboradores [78] encontraron que cuando los límites de grano de la austenita se mueven lo suficientemente lento, los átomos de boro son barridos provocando un incremento en el flujo del esfuerzo. Wang y He [80] reportaron que la segregación del boro retarda la movilidad de los límites de grano debido al efecto producido por el arrastre de soluto disminuyendo la velocidad y cinética de la recristalización dinámica.

1.1.6 Aplicaciones de los aceros microaleados al boro.

Los aceros microaleados son un grupo de aleaciones ferrosas de gran importancia comercial con pequeñas cantidades de uno ó más de los siguientes elementos: niobio, titanio, vanadio, boro ó zirconio, conocidos como elementos microaleantes. Los aceros microaleados en sus diferentes formas encuentran gran aplicación en la fabricación de puentes, edificios, barcos, tanques de almacenamiento, tuberías, estructuras marítimas y en la industria automotriz [81]. En particular los aceros al boro tienen diferentes campos de aplicación ligados a la característica del boro que, añadido en pequeñas proporciones (estos aceros también son llamados "microaleados al boro"), permite aumentar considerablemente la templabilidad de los aceros al carbono de baja aleación, manteniendo moderado el incremento de los costos de fabricación. Puesto que el boro es un elemento endurecedor y de bajo peso, se usa cada vez más para carrocerías de automóviles, para cuchillas y herramientas de corte en la industria agrícola, etc.

El boro es adicionado a los aceros aleados para aumentar su esfuerzo de fluencia a la ruptura; por ejemplo, en los álabes de turbinas, tornillos y tuercas. Un acero AISI 321 libre de boro, expuesto a una temperatura de 600°C y una carga de 157 N/mm², tiene una vida de servicio de solo 8000 horas (4 % elongación), mientras que con la adición de 50 ppm de boro, incrementa su vida de servicio a 18000 horas (30 % elongación). Una adición de 0.01 % en los aceros austeníticos mejora su resistencia a altas temperaturas. En general, los aceros al boro se emplean en los mismos ámbitos que los aceros templados y recocidos, para muelles (en particular al silicio), y en menor medida para cementación. Además de la tornillería, también se utilizan ampliamente en la fabricación de tractores tanto en los elementos de desgaste (zapatas de orugas y dientes para excavadoras). En la industria relacionada con la agricultura, ha sustituido ampliamente a los arados y otros elementos de acero al silicio, teniendo en cuenta la ventaja que presenta desde el punto de vista ecológico el temple en agua en lugar de en aceite. En la fabricación de las horquillas de carretillas elevadoras, el acero al boro ha mostrado una gran adaptabilidad y fiabilidad [5]. En conclusión, resulta demasiado restrictiva la definición del acero al boro como un acero alternativo; esta clase de aceros cuenta con sus propias cualidades específicas, con una tecnología de fabricación consolidada, una gran adaptabilidad y una absoluta fiabilidad en el uso. El acero al boro es una solución óptima para obtener un producto de alta calidad a un costo relativamente bajo.

1.2 Ductilidad en caliente.

El principal problema asociado con el proceso de producción de acero por colada continua es la aparición de grietas transversales en la superficie de algunos productos semielaborados. El agrietamiento se produce durante la operación de enderezado que se lleva a cabo a temperaturas comprendidas entre 700°C y 1000°C y velocidades de deformación de 0.001 a 0.0001s⁻¹ [82], condiciones a las que los aceros suelen presentar pérdidas de ductilidad. 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.

1.2.1 Evaluación de la ductilidad en caliente.

El ensayo de flexión en caliente es el que permite simular mejor las condiciones de deformación en la superficie del material durante la etapa de enderezado de la colada continua. Para este tipo de ensayos, la medida de la ductilidad se realiza mediante la severidad del agrietamiento superficial de la probeta [83], pero debido a la dificultad que supone cuantificar este parámetro, el ensayo es escasamente utilizado [82]. El ensayo de torsión en caliente también se utiliza con el mismo fin, pero en este caso las deformaciones implicadas son muy grandes y además resulta difícil interpretar las superficies de fractura, por lo que este ensayo tampoco parece ser el más conveniente para evaluar la ductilidad en caliente [82,84]. El ensayo de tracción se utiliza de forma generalizada [82,85], aunque también presenta algunos problemas, principalmente la aparición del fenómeno de estricción, que no permite controlar a partir de ese momento la velocidad de deformación. Además existe una gran disparidad entre las deformaciones a las que aparece la fractura durante el ensayo de tracción en caliente (5-100%) y las que se dan durante el enderezado, que no suelen superar 1-2% [82]. El ensayo de compresión en caliente ha sido utilizado por algunos autores para predecir la ductilidad [84,86], o como complemento de los ensayos de tracción en caliente, asegurando una velocidad de deformación verdadera constante [82,87-89]. A pesar de los inconvenientes que presenta el ensayo de tracción en caliente, éste parece ser el más efectivo para evaluar la susceptibilidad de un acero a presentar agrietamiento transversal. Por lo general, los ensayos se llevan a cabo en condiciones lo más cercanas posible a las de colada continua. Para ello, las probetas se someten inicialmente a un ciclo térmico que permita reproducir de manera aproximada la

microestructura del planchón o palanquilla antes del enderezado. Un tratamiento que permita redissolver los precipitados a altas temperaturas, puede ser suficiente para evaluar la ductilidad en caliente de aceros microaleados, aunque en los últimos años la tendencia ha sido solidificar “in-situ” las probetas, intentando así reproducir la evolución microestructural en la superficie de la colada y obtener resultados más representativos. Después del tratamiento térmico las probetas se mantienen a la temperatura de ensayo durante un tiempo, hasta que ésta se homogeneiza y posteriormente el ensayo se lleva a cabo a una velocidad de deformación similar a la que se da durante el proceso industrial que se quiera simular.

1.2.2 Ensayo de tracción en caliente convencional.

En este ensayo las probetas, normalmente extraídas del planchón laminado en caliente y maquinadas en la dirección de laminación, se someten primero a un tratamiento que permita poner en solución los elementos microaleantes y afinadores de grano y a su vez obtener un tamaño de grano grueso que guarde semejanza con el de solidificación en la superficie del planchón o palanquilla. La velocidad de deformación y la de enfriamiento hasta la temperatura de ensayo se eligen dentro de los intervalos de colada continua y en función del proceso concreto que se desee simular. Los valores de reducción de área (%RA) de las probetas se toman como medida de la ductilidad y el valor mínimo necesario para prevenir el agrietamiento transversal dependerá de las condiciones de ensayo. Por ejemplo, Mintz [90] establece que para un tratamiento de solubilización a 1330°C y una velocidad de deformación de $3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, el valor de %RA mínimo que permite asegurar que no existirá agrietamiento durante el enderezado es de 40%. A la hora de interpretar los resultados obtenidos mediante este ensayo, hay que tener en cuenta las diferencias microestructurales que existen entre las probetas y la superficie del planchón antes del enderezado. Un tratamiento de austenización llevado a cabo sobre probetas maquinadas directamente del planchón antes de laminar, cambia la microestructura para producir un tamaño de grano más fino en el que los nuevos límites de grano están lejos de los límites de grano austeníticos originales, altamente segregados. Las variaciones en composición macroscópica que se pueden dar en los productos semielaborados también se minimizan en las probetas de tracción con unas dimensiones considerablemente menores. Si además el recalentamiento se lleva a cabo en probetas extraídas de productos laminados, como suele ser frecuente, la microestructura que se genera está todavía más alejada de la que se da en la superficie del producto de colada. Además de obtener un tamaño de grano más fino, los patrones de precipitación también se ven alterados, obteniendo precipitados más

finos en las probetas recalentadas a los observados en la superficie del planchón [91]. También los patrones de segregación se pueden ver alterados ya que éstos son altamente dependientes de los ciclos térmicos, tiempos de mantenimiento a determinadas temperaturas y velocidades de enfriamiento.

1.2.3 Descripción de la curva de ductilidad y mecanismos de fragilización.

La curva de ductilidad o de %RA (reducción de área) en función de la temperatura se caracteriza, para la mayoría de aceros y condiciones de ensayo, por la existencia de tres regiones que esquemáticamente se representan en la Figura 1.7 para un acero C-Mn-Al [82].

- 1) Valle ó pozo de ductilidad ó zona de fractura frágil a temperaturas intermedias
- 2) Zona de alta ductilidad a bajas temperaturas (HDL)
- 3) Zona de alta ductilidad a altas temperaturas (HDH)

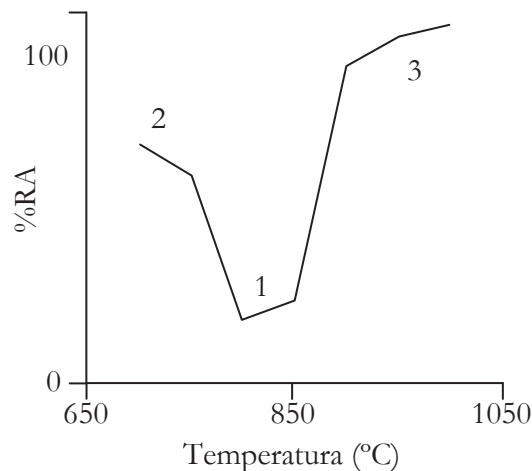


Figura 1.7. Curva de ductilidad típica de un acero C-Mn-Al [82].

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

1.2.4 Valle de ductilidad.

Esta región está asociada con una fractura intergranular, pudiendo aparecer las superficies de los granos rugosas (existencia de microcavidades) o lisas. En el primer caso, la deformación se

concentra preferentemente en zonas cercanas al límite de grano, creando huecos alrededor de las inclusiones y/o precipitados, hasta llegar a la fractura intergranular por crecimiento y coalescencia de las microcavidades, fractura que se conoce como intergranular dúctil. En el segundo caso, el mecanismo es el de deslizamiento en los límites de grano en la fase austenítica y el tipo de fractura es intergranular frágil. Los dos mecanismos de fragilización se describen a continuación.

a) Fractura intergranular dúctil.

Este mecanismo se produce por la concentración de deformaciones y coalescencia de microcavidades en los límites de grano. Existen dos aspectos microestructurales que conducen a dicha situación:

a.1. Formación de una fina capa de ferrita (~5-20 μ m) alrededor de los granos de austenita, durante la transformación de austenita a ferrita. Esta fase transformará inducida por deformación a temperaturas superiores a Ar_3 , que es la temperatura de transformación de austenita a ferrita en condiciones de enfriamiento continuo (la ferrita puede llegar a formarse inducida por deformación a temperaturas tan elevadas como Ae_3 que corresponde a la temperatura de transformación en condiciones de equilibrio) [92,93]. Debido a la facilidad de recuperar dinámicamente que tiene la ferrita, se produce una concentración de las deformaciones en dicha fase, formándose microcavidades alrededor de los MnS y precipitados [94] situados en los límites de grano. Esto da lugar a lo que se llama fractura intergranular dúctil. El mecanismo queda esquematizado en la Figura 1.8.

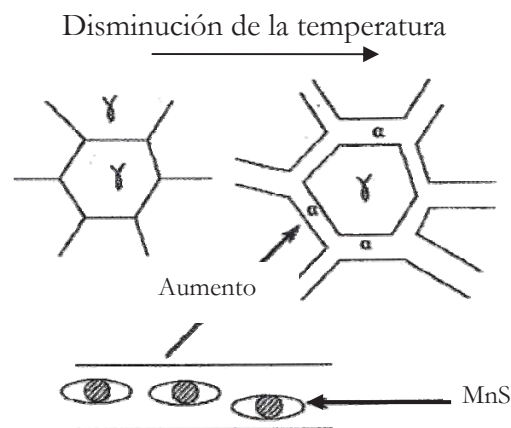


Figura 1.8. Fragilización por la formación de una capa fina de ferrita inducida por deformación [82].

a.2. Creación de una zona libre de precipitados (PFZ, precipitate free zone) para los aceros que contienen Nb y otros elementos microaleantes. El mecanismo, que se esquematiza en la Figura 1.9, considera que la precipitación que se produce durante el enfriamiento posterior al tratamiento de solubilización, y que también puede ser inducida por deformación, va acompañada de la existencia de zonas libres de precipitados. Estas zonas que no están endurecidas en comparación al resto del material, son concentradoras de las deformaciones y facilitan la formación de microcavidades alrededor de los precipitados existentes en el límite de grano. Dado que este mecanismo se da en la fase austenítica, puede combinarse con el de deslizamiento en el límite de grano. La fractura que se produce cuando actúa este mecanismo también es intergranular dúctil.

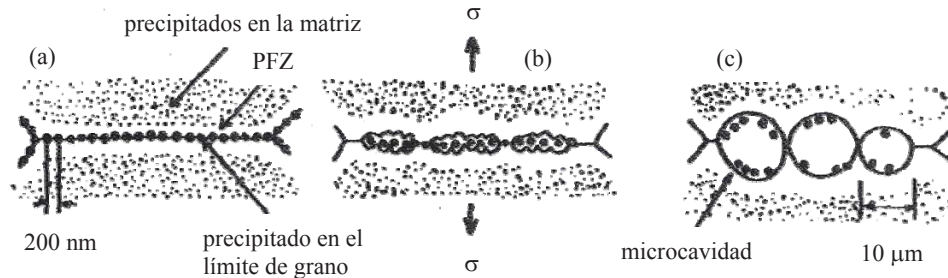


Figura. 1.9 Fragilización por la formación de una zona libre de precipitados (PFZ) [82].

b) Deslizamiento en el límite de grano.

Este mecanismo se da con mayor frecuencia en la austenita, ya que esta fase presenta poca capacidad de recuperar dinámicamente, impidiendo la relajación de los esfuerzos acumulados en los puntos triples o partículas en el límite de grano, lo que conduce a una fractura intergranular frágil. Este mecanismo de fragilización que se esquematiza en la Figura 1.10, está normalmente asociado a la fluencia, y se da a bajas velocidades de deformación.

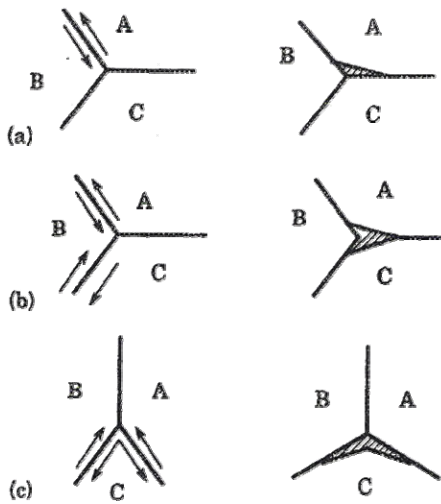


Figura 1.10. Deslizamiento en los límites de grano [82].

1.2.5 Alta ductilidad a altas temperaturas.

Para los aceros al C-Mn, la recuperación de la ductilidad a altas temperaturas 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. Cuando la recuperación de la ductilidad se produce a temperaturas superiores a Ae_3 , la ductilidad mejora gracias a que los mecanismos de fragilización que podrían actuar en este intervalo de temperaturas (existencia de PFZ y deslizamiento en el límite de grano) han dejado de actuar. Por un lado, al aumentar la temperatura se favorece la redisolución 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 [93]. 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. En este caso la superficie de fractura presenta grandes huecos característicos de las probetas ensayadas a elevadas temperaturas y cuya fractura no se asocia a partículas de segunda fase.

1.2.6 Alta ductilidad a bajas temperaturas.

La recuperación de la ductilidad a bajas temperaturas se consigue cuando aumenta la fracción en volumen de ferrita. 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°C 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. Pero trabajar en el intervalo inferior de temperaturas requiere mayores cargas y rodillos con mejores propiedades tribológicas, por lo que en muchas ocasiones se opta por trabajar en el intervalo de buena ductilidad a altas temperaturas. Esta práctica puede ser especialmente beneficiosa para aceros que contienen Nb ya que se puede controlar la precipitación.

1.2.7 Factores que afectan la ductilidad.

Son diversos los factores que afectan a la curva de ductilidad [82]. Entre los principales se halla la composición química del acero, que determinará en gran parte la forma, profundidad y anchura del valle de ductilidad. Otros factores tales como la velocidad de deformación, ciclos térmicos, así como otros parámetros operacionales, también tendrán una influencia significativa en la curva dada su relación con la microestructura (tamaño de grano), precipitados e inclusiones.

a) Composición química del acero.

La composición química del acero es una de las variables más importantes que controla la ductilidad en caliente de un acero así como otras propiedades mecánicas. Las transformaciones de

fase, precipitaciones y niveles de inclusiones, tan determinantes en la ductilidad en caliente de un acero, vendrán determinados en gran medida por su composición química.

b) Efecto del C.

En los aceros al C-Mn, la anchura del pozo de ductilidad suele estar controlada por las temperaturas de transformación A_{e3} y A_{r3} y, por lo tanto, por la existencia de ferrita que puede aparecer, inducida por deformación en forma de una capa fina que rodea los granos de austenita, en el intervalo comprendido entre dichas temperaturas. A temperaturas superiores a A_{e3} la única fase presente es la austenita y ésta recrystaliza dinámicamente con facilidad permitiendo el movimiento de los límites de grano y aislando las grietas que se hayan podido formar, lo que confiere al acero una buena ductilidad. A temperaturas inferiores a A_{r3} la ferrita estará presente en una mayor fracción en volumen y la ductilidad se recuperará por su tendencia a recuperar dinámicamente. Para contenidos de hasta 0.3%C, la pérdida de ductilidad a altas temperaturas se traslada a menores temperaturas al aumentar el %C, por el efecto que este elemento tiene en A_{r3} . Sin embargo, a partir de 0.3%C, la caída de la ductilidad se traslada a mayores temperaturas al aumentar el %C. Crowther y Mintz [96] justifican este comportamiento porque según ellos, el C aumenta la energía de activación para la recrystalización dinámica, aunque este argumento es discutible teniendo en cuenta que autores como Medina y colaboradores [97] o Cabrera y colaboradores [98] consideran que el efecto es mínimo, y en todo caso el C disminuiría dicha energía de activación. La temperatura a la que se recupera la ductilidad en la zona de bajas temperaturas se desplaza a valores menores a medida que se aumenta el contenido en carbono ya que a su vez también se aumenta la formación de perlita que es una fase menos dúctil que la ferrita. Así pues, el efecto del contenido en carbono sobre la ductilidad se puede esquematizar como se muestra en la Figura 1.11. Los modos de fractura frágil también cambiarán en función de la temperatura de ensayo. Para temperaturas superiores a A_{r3} y hasta A_{e3} para las que se haya formado ferrita alrededor de los granos de austenita, la fractura será intergranular dúctil. A temperaturas superiores a A_{e3} el modo de fractura cambia y se produce un comportamiento frágil por deslizamiento de los límites de grano austeníticos. La susceptibilidad al agrietamiento, en función del contenido de C, alcanza un máximo para aceros con 0.1-0.15%C [99].

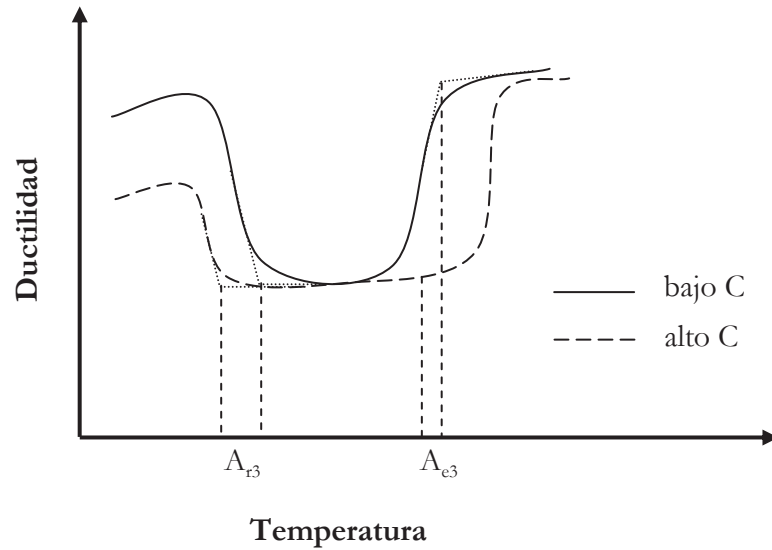


Figura 1.11. Efecto del contenido de C en la curva de ductilidad.

En la Figura 1.12, se esquematiza la dependencia del tamaño de grano austenítico con el contenido en carbono, correspondiendo el máximo con un mínimo de ductilidad. Esto concuerda con la variación de la temperatura de aparición de austenita como fase única en el diagrama binario Fe-C. El contenido en carbono para el que el tamaño de grano es máximo y la susceptibilidad al agrietamiento es máxima, a menudo no coincide exactamente con el 0.18%C del punto peritético, lo cual se ha atribuido al efecto de otros elementos aleantes [99].

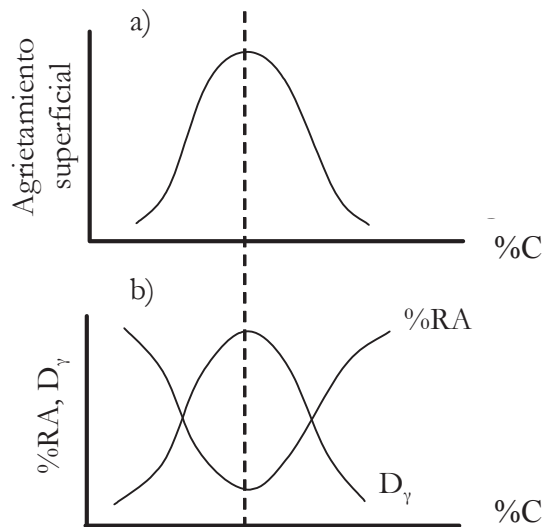


Figura 1.12. Relación entre ductilidad y tamaño de grano (D_γ) en función del %C [95].

Además, los grados peritéticos de acero sufren una contracción durante su transformación de ferrita delta a austenita que provoca que la capa solidificada dentro del molde sea de espesor desigual [100]. La pérdida de contacto del planchón con la superficie del molde debido a la variación del espesor, reduce la extracción de calor del molde y provoca irregularidades en el espesor de la capa solidificada. La fractura de la capa solidificada se produce por la zona más fina, así pues, la fractura debajo del solidus puede ser explicada por este mecanismo que se esquematiza en la Figura 1.13, pero cuando la fractura se produce a bajas temperaturas en el intervalo austenítico o en la región de coexistencia de ferrita con austenita, el mecanismo tiene que ser explicado conjuntamente con el del efecto que el tamaño de grano tiene para disminuir la ductilidad en caliente.

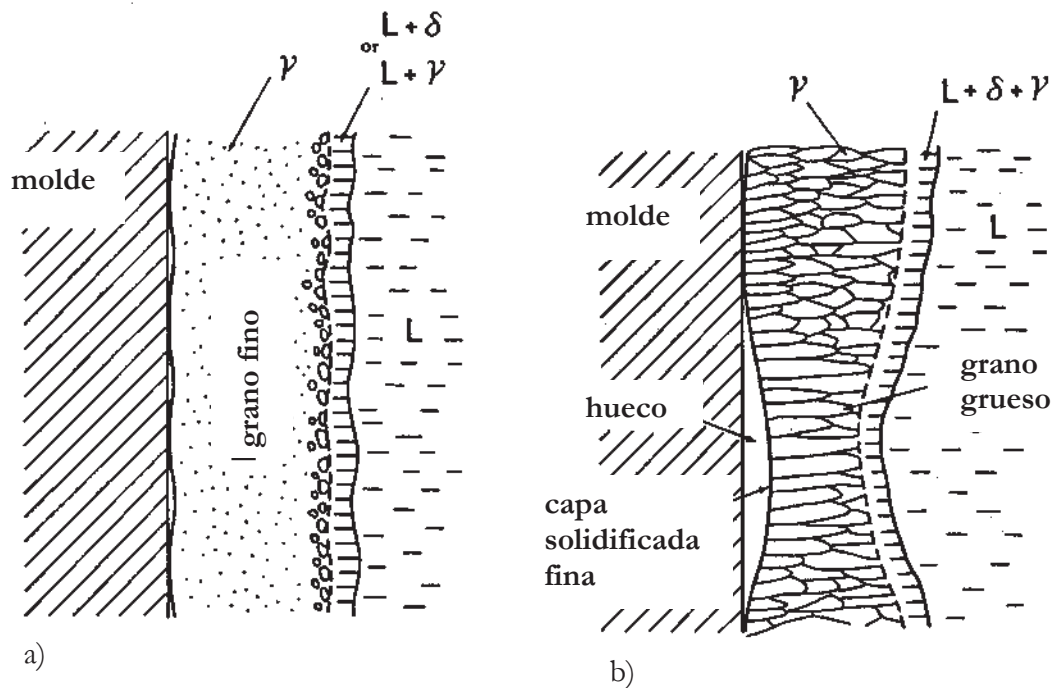


Figura 1.13. Estructura de los granos austeníticos en la capa solidificada. a) contenidos altos y bajos de C, b) contenidos medios en C [100].

Ambos efectos, gran tamaño de grano y capa solidificada irregular, se combinan para provocar que los grados peritéticos sean los que presentan más problemas durante su colada continua.

c) Efecto de los elementos microaleantes.

Los elementos microaleantes juegan un papel importante en la aparición de grietas 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. Los elementos que influyen en la ductilidad, por su tendencia a precipitar, son el Al, por la posible formación de AlN, y otros elementos microaleantes como el Nb que forma Nb(C,N) o el V que forma principalmente V(C,N) [101]. Estos precipitados pueden formarse en los límites de grano, provocando la inhibición de la recristalización dinámica [102] y favoreciendo la fractura intergranular bien por deslizamiento en los límites de grano, 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. La precipitación inducida por deformación es la que produce precipitados más finos y es por ello más perjudicial en términos de ductilidad que la precipitación que se produce antes de la deformación. Los precipitados se forman tanto en el interior de los granos como en sus límites, provocando una fragilización intergranular debida a la diferencia de resistencia entre la matriz endurecida por precipitación de Nb(C,N) 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 combinación de coalescencia de microhuecos y deslizamiento en los límites de grano [82,103-105].

El efecto del contenido de Al soluble en la ductilidad de los aceros C-Mn-Al-Nb se puede apreciar en la Figura 1.14. El contenido en N para este tipo de aceros no tiene una influencia importante en la ductilidad [106,107] dado que los Nb(C,N) son precipitados con base carbono de tal modo que para contenidos bajos en N se forma NbC, que precipita en el rango de bajas temperaturas austeníticas. Sin embargo, cuando el contenido de N es superior a 0.005%N, se forman preferentemente nitruros ya que lo hacen a mayores temperaturas que los carburos. Dado que no se espera que el N tenga mucha influencia en la fracción volumétrica de Nb(C,N), la influencia negativa que tiene el N para el agrietamiento transversal se puede relacionar con el aumento de la precipitación de AlN que se puede dar como consecuencia de oscilaciones térmicas en el planchón [85].

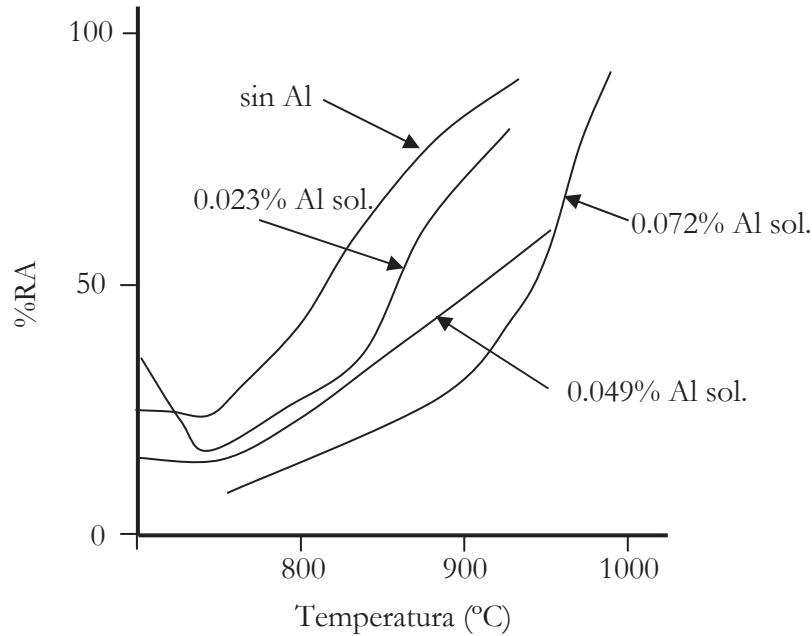


Figura 1.14. Efecto del Al en la ductilidad para aceros 0.16C-1.3Mn -0.015S-0.007N-0.03Nb (P>0.016%) [108].

El V, que también se utiliza como elemento microaleante, provoca pérdidas de ductilidad en comparación con los aceros C-Mn-Al, aunque es un elemento menos perjudicial que el Nb. Las curvas de ductilidad que se observan para los aceros microaleados con Nb y los microaleados con V son muy similares, aunque con un pozo de ductilidad más profundo para los primeros. La similitud en la forma de las curvas es debida a que la cinética de precipitación dinámica de los Nb(C,N) y de los VN es muy similar y rápida [109]. Sin embargo, los pozos de ductilidad son menos profundos para los microaleados al V porque los VN, que son los responsables de la pérdida de ductilidad de estos aceros, son más grandes que los Nb(C,N) y además precipitan al azar [110].

d) Microestructura.

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

- 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 por migración de los límites de grano ya que la deformación crítica para que se den condiciones de recristalización disminuye con el tamaño de grano.
- 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 su presencia será menos perjudicial.
- Además, la relación de aspecto de la grieta, que controla la concentración de esfuerzos en la punta, disminuye, reduciendo así la velocidad de propagación de la misma.

No sólo el tamaño de grano, sino la forma tienen una fuerte influencia en la ductilidad ya que durante la colada continua existe una zona de crecimiento columnar desde la superficie del producto de colada hacia el interior. Los límites de estos granos columnares suponen un camino directo de propagación de grietas.

e) Variables del proceso.

La velocidad de colada es una de las variables del proceso cuyo efecto se puede evaluar en términos de velocidad de deformación mediante ensayos de tracción en caliente. Para un determinado equipo de colada continua, la velocidad de deformación se puede relacionar con la velocidad de colada mediante la siguiente expresión:

$$\varepsilon = (t \cdot V) / (2 \cdot R \cdot L) \tag{1.1}$$

donde t es el espesor del semiproducto, V la velocidad de colada, R el radio de curvatura y L la longitud total necesaria para el curvado. Experimentalmente se ha detectado que un aumento de la velocidad de deformación mejora la ductilidad. Las mejoras se relacionan con la influencia que

dicha variable tiene sobre los diferentes mecanismos que entran en juego para reducir o mejorar la ductilidad [111]. La pérdida de ductilidad producida por el deslizamiento en los límites de grano, que es un proceso asociado con la fluencia, no tiene tiempo de actuar cuando se aumenta la velocidad de deformación. Al aumentar la velocidad de deformación también se reduce la incidencia de todos aquellos procesos difusionales que tengan asociada una cinética, como precipitaciones o segregaciones y se favorece el aumento del espesor de la capa de ferrita inducida por deformación. Aunque de una manera general el aumento de la velocidad de deformación es beneficioso para evitar que los mecanismos de daño lleguen a actuar, es difícil aplicar industrialmente estos beneficios, pues para ello es necesario variar la velocidad de colada y esto sólo se puede hacer dentro de unos límites. Durante el proceso de colada continua, la superficie del producto semielaborado se ve sometida a una serie de oscilaciones térmicas que poco tienen que ver con los ciclos térmicos a los que se someten las probetas durante los ensayos de tracción en caliente convencionales. En la Figura 1.15, se esquematiza el ciclo térmico que sufre la superficie de un semielaborado durante su colada. Dentro del molde, durante el enfriamiento primario, el acero se enfría rápidamente hasta alcanzar una temperatura mínima justo a la salida de éste. A partir de ese momento empieza a actuar el enfriamiento secundario, aunque el acero líquido en el interior del planchón o palanquilla hace aumentar la temperatura en la superficie, hasta que llegado a un punto, ésta empieza a disminuir paulatinamente.

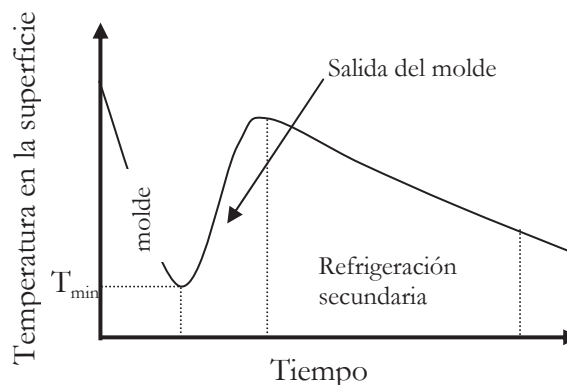


Figura 1.15. Esquema del ciclo térmico en la superficie del planchón durante la colada continua.

Algunos autores [112-114], han estudiado la influencia de las temperaturas características del proceso, sobre la ductilidad. Es principalmente la temperatura mínima, a la salida del molde, T_{min} , la que tiene un mayor efecto sobre dicha propiedad. Esta temperatura puede hacer variar los resultados

obtenidos mediante ensayos convencionales cuando es menor que la temperatura de ensayo. En este caso se puede estar favoreciendo la precipitación, sobretodo en algunos aceros microaleados. En el peor de los casos, cuando $T_{\min} < A_{r3}$, se puede llegar a la transformación de austenita a ferrita lo que propiciaría la formación de AlN y Nb(C,N), de lenta cinética de precipitación en la austenita, pero que precipitan con facilidad en la ferrita. Las diferentes oscilaciones de temperatura en la superficie al entrar en contacto con los rodillos, también alteran los patrones de precipitación y pueden inducir pérdidas de ductilidad.

1.3 El conformado en caliente.

Industrialmente es importante predecir la microestructura que presentará un material después de ser sometido a un proceso termomecánico de conformado (forja ó laminación). Esto cobra especial importancia en los aceros microaleados porque las características mecánicas se consiguen al final del proceso de conformado y no es posible, desde un punto de vista de rentabilidad económica, acudir a tratamientos térmicos posteriores para poder obtener la estructura deseada. Por esto, es necesario conocer de antemano la metalurgia física involucrada en el proceso de conformado al que se está sometiendo el acero. Todo proceso de conformado en caliente consta principalmente de dos fenómenos competitivos que se combinan para determinar el comportamiento final. Dichos fenómenos son los de endurecimiento por deformación y los de ablandamiento debido a procesos de recuperación dinámica. A continuación se efectuará un análisis de los mecanismos involucrados durante el endurecimiento, y durante los procesos dinámicos de ablandamiento, y también se presentarán las ecuaciones descriptivas de tales fenómenos y que rigen el control de la deformación plástica en caliente.

1.4 Endurecimiento por deformación.

El endurecimiento por deformación describe el fenómeno por el cual la resistencia aumenta durante la deformación plástica. La deformación plástica en los metales, al menos en un intervalo de temperaturas comprendido entre $0.1T_f$ y $0.5T_f$ ocurre por deslizamiento de dislocaciones [115]. A temperaturas inferiores puede ocurrir la deformación por maclas, y a temperaturas superiores tiene lugar el deslizamiento en borde de grano, y procesos de fluencia controlados por difusión, como el ascenso o salto de las dislocaciones. Esto último también puede ocurrir en el intervalo intermedio de temperaturas y si bien su contribución al endurecimiento por deformación puede no ser significativa,

sí es importante el papel que juega en los procesos de restauración y recristalización [28]. El endurecimiento por deformación se produce por la interacción de dislocaciones entre sí y con barreras que impiden su movimiento a través de la red cristalina. A parte del tipo de red cristalina, existen otros factores que pueden influir en la forma de la curva esfuerzo-deformación, así como la contribución relativa de cada una de las etapas en la deformación total. Los factores principales son [28]:

- a) La energía de falla de apilamiento, parámetro intrínseco del material y que se puede definir como la permeabilidad de un material al movimiento de dislocaciones en su red cristalina y al mismo tiempo la capacidad para generarlas.
- b) Pureza del material.
- c) Orientación del cristal.
- d) Temperatura y velocidad de deformación.

1.5 Los mecanismos de ablandamiento.

Durante la deformación en caliente de las aleaciones metálicas la curva de esfuerzo verdadero–deformación verdadera usualmente alcanza un valor de saturación debido a la compensación simultánea entre los mecanismos de endurecimiento y de ablandamiento. Los fenómenos de ablandamiento que tienen lugar en condiciones dinámicas, esto es, concurrentes con la deformación, son los de restauración y recristalización [116].

- Restauración dinámica. Conlleva la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de subgranos sin llegar a formarse nuevos granos. Tiene lugar en materiales de alta energía de falla de apilamiento (BCC).
- Recristalización dinámica. Se da en materiales de moderada ó baja energía de falla de apilamiento (FCC), como es el caso de la austenita en los aceros ya que la restauración progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación. Eventualmente, las diferencias locales en densidad de dislocaciones son suficientemente altas como para permitir la migración de límites de grano y, por tanto, permitir la nucleación de la recristalización durante la deformación.

1.6 La recrystalización dinámica.

La recrystalización y la restauración dinámica son dos fenómenos básicamente diferentes (ver Figura 1.16). En un recocido isotérmico, la velocidad a la que ocurre un proceso de recuperación disminuye con el tiempo, esto es, comienza con rapidez y continúa a una velocidad cada vez menor según se gasta la fuerza impulsora para la reacción. No hay formación de granos nuevos. En el caso de la recrystalización, el proceso ocurre por mecanismos de nucleación y crecimiento. En materiales muy deformados, la restauración se ve interrumpida por la recrystalización. La diferencia básica entre la restauración dinámica y la recrystalización, radica en que en esta última el movimiento de las dislocaciones ocurre en las paredes celulares como resultado de los esfuerzos de interacción entre las dislocaciones mismas. En la recuperación dinámica, los esfuerzos aplicados que causan la deformación se añaden a los esfuerzos que actúan sobre las dislocaciones [117].

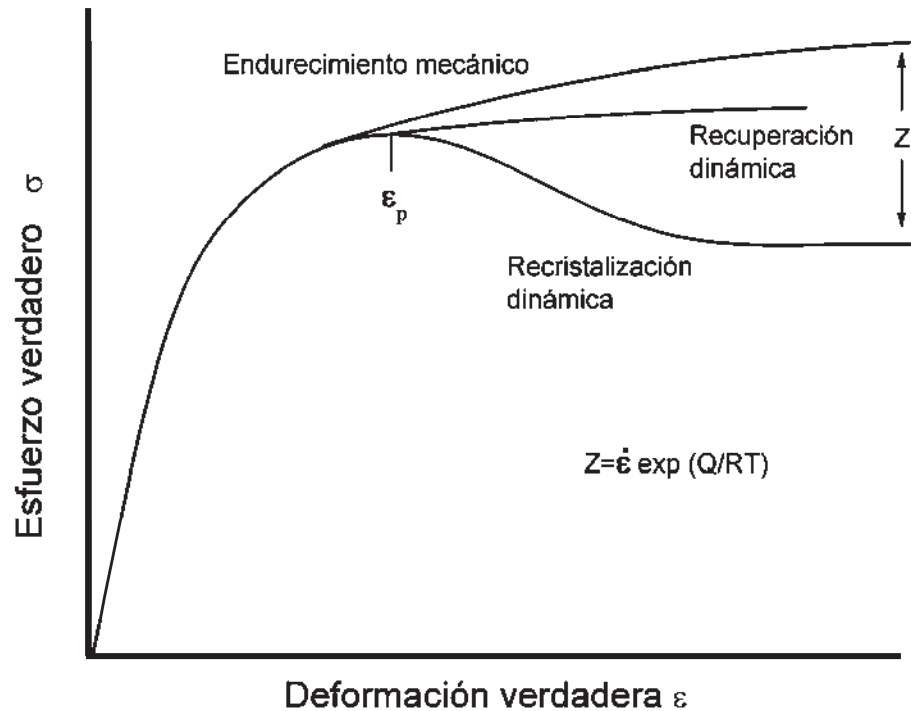


Figura 1.16. Comportamiento clásico a altas temperaturas donde ocurre recrystalización ó restauración dinámica [116].

Para el inicio de la recrystalización es necesaria una deformación mínima, esta deformación está asociada a la densidad mínima de dislocaciones necesaria para promover la nucleación de la recrystalización. Adicionalmente, es necesaria una cantidad de deformación para completar la recrystalización y alcanzar el estado de fluencia estable. Existen tres tipos de recrystalización que

tienen lugar durante o después del trabajo en caliente: *estática*, *dinámica* y *metadinámica* [27,115]. La mejor manera de definir la recrystalización dinámica es poniendo de manifiesto la diferencia entre ésta, la recrystalización estática y la metadinámica. *La recrystalización estática* se da cuando no hay esfuerzo aplicado al mismo tiempo que la deformación llega a su punto crítico y tiene lugar por procesos de nucleación y crecimiento donde nuevos núcleos libres de deformación se forman y crecen a expensas del material deformado. *La recrystalización dinámica* se da simultáneamente con el esfuerzo aplicado y la deformación en su punto crítico para la recrystalización y tiene lugar cuando se alcanza el valor crítico de una condición microestructural durante la deformación en caliente. *La recrystalización metadinámica* se lleva a cabo cuando se ha rebasado la 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 y produce un tamaño de grano superior al de la recrystalización dinámica, pero inferior al de la recrystalización estática clásica. Durante la recrystalización dinámica la estructura de dislocaciones evoluciona como se muestra en la Figura 1.17, especialmente en aquellos materiales con alta energía de falla de apilamiento (aluminio, ferrita...). Los metales que restauran con dificultad (energía de apilamiento baja) no forman subgranos, pero cuando acumulan suficiente acritud, recrystalizan dinámicamente (austenita, níquel, cobre...). En este momento se nuclean y crecen nuevos granos cristalinos equiaxiales y con baja densidad de dislocaciones.

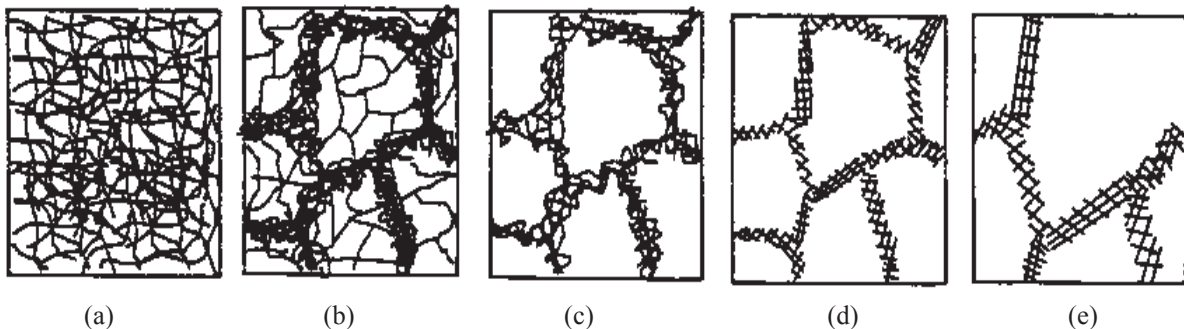


Figura 1.17. Diferentes etapas de la recrystalización dinámica para un material deformado: (a) generación de dislocaciones, (b) formación de celdas, (c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, (d) formación de subgranos y (e) su crecimiento [28].

Ambos mecanismos de ablandamiento mencionados anteriormente dan lugar a una curva característica esfuerzo verdadero-deformación verdadera (Figura 1.18), que desde un punto de vista estructural puede ser dividida en tres etapas sucesivas, las cuales son dependientes tanto de la

temperatura como de la velocidad de deformación. Durante la primera etapa, endurecimiento y restauración dinámica tienen lugar a deformaciones relativamente bajas. Esta etapa se caracteriza por la multiplicación de dislocaciones y el aumento de densidad de dislocaciones, el alargamiento de los granos, y la formación de subgranos dentro de los granos deformados. La segunda etapa, la de transición o recristalización dinámica, está caracterizada por una caída del esfuerzo verdadero. A deformaciones elevadas, tercera etapa, se alcanza el estado estacionario y la estructura final se hace equiaxial. Los procesos de recuperación son, en general dependientes de la temperatura y la velocidad de deformación.

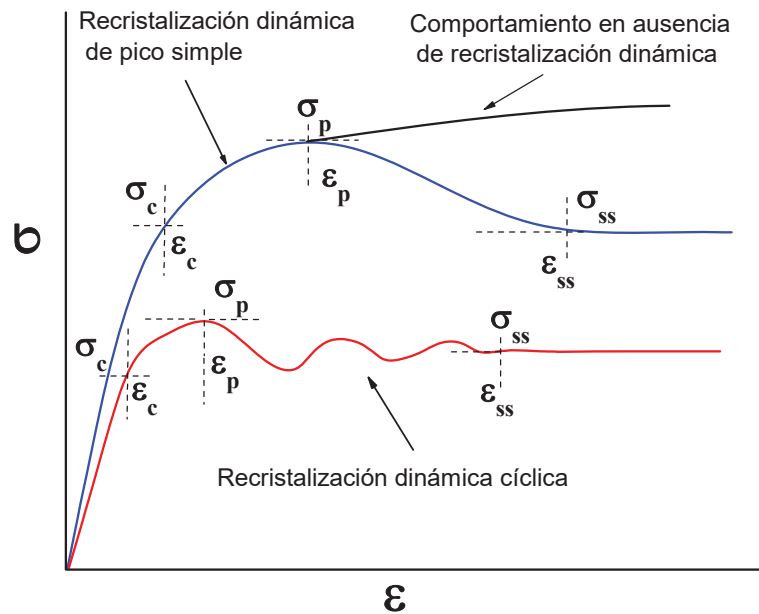


Figura 1.18. Comportamiento a la fluencia del Fe- γ bajo deformación a elevada temperatura [28].

Cuanto menor es la temperatura, menos activados están los procesos de ablandamiento y, por lo tanto, más difícil de deformar es el material. Por otra parte, cuanto mayor es la velocidad de deformación, menos tiempo se dispone para que se inicie la cinética de la restauración y recristalización dinámica, y por tanto, priman más los fenómenos de endurecimiento que los de recuperación, y de nuevo cuesta más deformar el material. Esto promueve la aparición a deformaciones menores, de los mecanismos de daño que acabarán rompiendo el material. En las curvas de fluencia el estado estable se puede alcanzar de dos maneras; para velocidades de deformación relativamente bajas y temperaturas elevadas, la curva muestra un comportamiento

cíclico (crecimiento de grano), mientras que a elevadas velocidades de deformación y temperaturas bajas, se observa únicamente un pico (afino de grano) en el esfuerzo [28]. En ambos casos la parte inicial de la curva antes de alcanzar el esfuerzo pico se puede describir en términos de restauración dinámica, mientras que la región bajo el pico del esfuerzo se caracteriza por la recristalización dinámica. Por largo tiempo se aceptó que la recristalización dinámica solo podía ocurrir a altas velocidades de deformación en caliente, teniendo en cuenta que a bajas velocidades, el efecto de ablandamiento es debido completamente a la recuperación (poligonización). Pero, el plomo recristaliza a bajas velocidades de deformación, por otro lado, algunos metales, en particular el aluminio muy a menudo no recristaliza a las velocidades de deformación en caliente normales. Estas diferencias en el comportamiento de estos dos metales es asociado con la diferencia en su energía de falla de apilamiento. De manera resumida se puede decir que el cobre, plata, hierro gamma y níquel, se comportan como el plomo (baja energía de falla de apilamiento), mientras que el hierro alfa, algunos aceros ferríticos, se comportan como el aluminio. A temperaturas sobre la mitad de la temperatura de fusión, la contribución de difusión del salto de dislocaciones se vuelve más notable y favorece el inicio de la recristalización dinámica [118].

Los factores más importantes que controlan la recristalización dinámica son:

- 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.
- d) Tamaño de grano inicial: 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. La presencia de elementos microaleantes tales como el Nb, el Al, el Ti y el V retrasan la recristalización [43,45]. Contenidos de Mo y Nb en una cantidad de 0.1%, en peso, resultan en la necesidad de esfuerzos más grandes, tanto que la recristalización puede ser suprimida por estos elementos. De manera particular se ha encontrado que adiciones de Mo de 2% suprimen la recristalización dinámica, algo parecido se encontró con el Nb (cantidades arriba de 1%). La presencia de precipitados pequeños de estos elementos llevará a un tamaño de grano inicial pequeño, con el consiguiente efecto sobre la cinética de recristalización. Además si su distribución es fina y dispersa, la interacción con las dislocaciones y los límites de grano durante la migración de las mismas retrasarán la recristalización. Si se encuentran en solución retrasarán la recristalización por el efecto de arrastre, “drag”, que éstos sufren en las fronteras recristalizadas. Pero el efecto retardador más importante se consigue cuando estos elementos en solución precipitan durante la deformación, anclando los límites y pudiendo llegar incluso a la inhibición total de la recristalización [119]. La aplicación práctica más importante de este fenómeno es la laminación controlada de aceros, donde la precipitación de carbonitruros inducida por deformación tiene lugar a temperaturas elevadas, de forma que los tiempos de comienzo de recristalización se vuelven tan largos que la recristalización de la austenita no tiene lugar entre las pasadas de laminación, acumulándose la deformación [120], dando lugar a una estructura de granos aplastados.

1.6.1 Aproximación clásica a la recristalización dinámica.

La aproximación clásica a la recristalización dinámica estudia la transición entre la recristalización cíclica y la de pico simple desde el punto de vista de las características mecánicas.

Como se puede apreciar en la Figura 1.19, la transición entre ellas depende de la velocidad de deformación y/o temperatura.

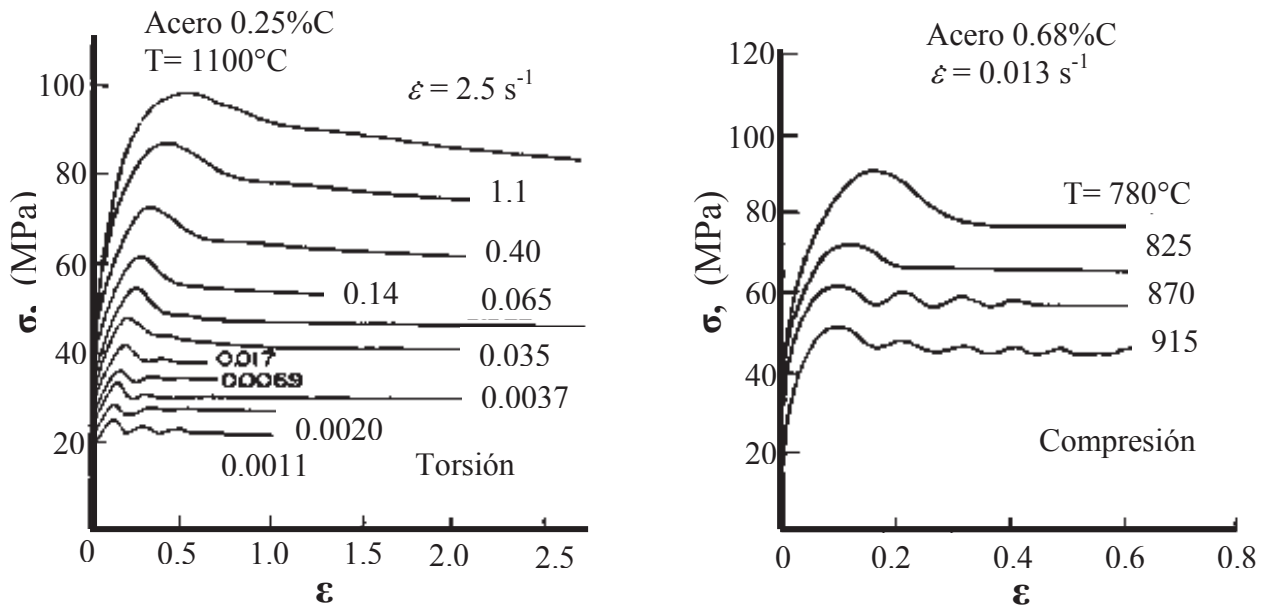


Figura 1.19. Efecto de velocidad de deformación (a) y temperatura (b) sobre la recrystalización dinámica en aceros al carbono [28].

El análisis clásico sin embargo, presta poca atención a las características de los procesos microestructurales involucrados en este fenómeno, los cuales han sido analizados recientemente, poniendo de relieve que picos simples en la curva suponen afino de grano, mientras que picos múltiples indican crecimiento de grano. Está ampliamente reconocido que es necesario una mínima deformación, la deformación de incubación, ϵ_c , para el inicio de la recrystalización, deformación asociada a la mínima densidad de dislocaciones necesaria para promover la nucleación de la recrystalización. Adicionalmente, es necesaria una cantidad de deformación, ϵ_x , para completar la recrystalización y alcanzar el estado estable de fluencia. Los análisis de Luton y Sellars [29], circunscritos a los aspectos mecánicos de la recrystalización dinámica, mostraron que la transición de comportamiento periódico a continuo está asociado con las diferentes dependencias de ϵ_c y ϵ_x con la velocidad de deformación y con la temperatura (por cuestiones prácticas ϵ_c se aproxima por ϵ_p , deformación correspondiente al esfuerzo máximo). Sobre la base de ensayos de torsión de níquel, Luton y Sellars mostraron que cuando $\epsilon_p > \epsilon_x$ (a bajas velocidades de deformación y altas

temperaturas) la recrystalización es cíclica, y que cuando $\epsilon_p < \epsilon_x$ (a altas velocidades de deformación y bajas temperaturas) la recrystalización es continua y de pico simple. Las conclusiones de su estudio quedan patentes en la Figura 1.20.

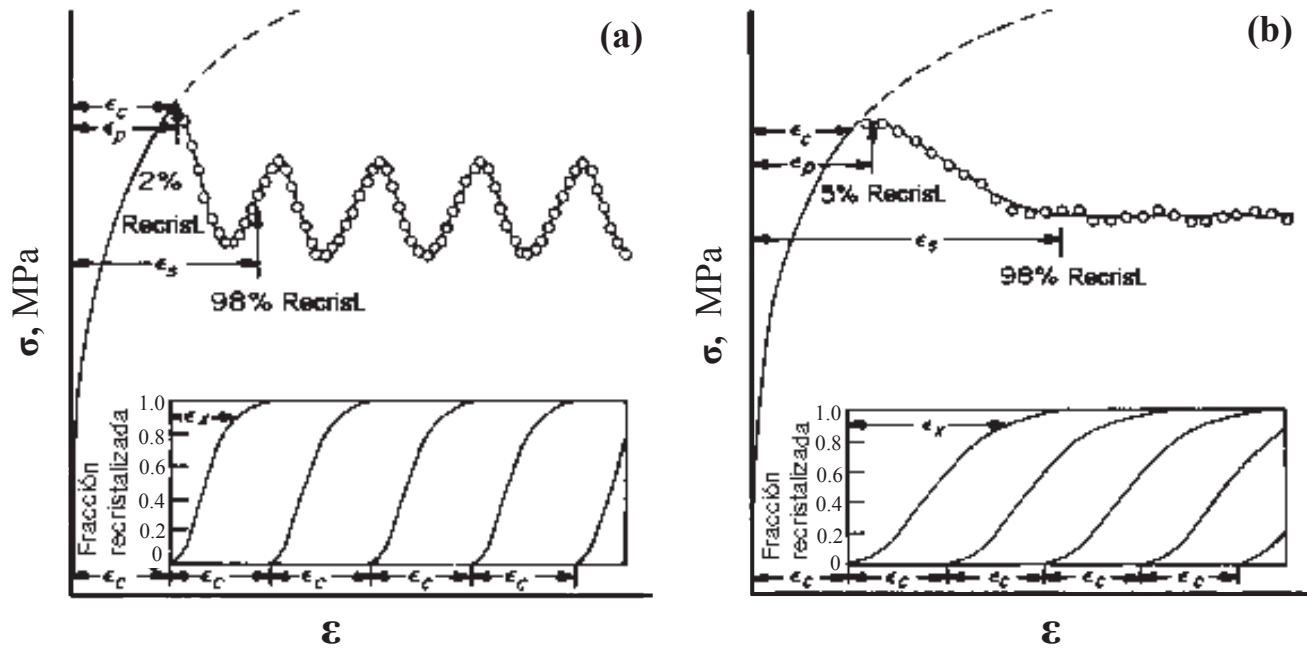


Figura 1.20. Modelo de Luton y Sellars para explicar la forma de las curvas de fluencia cuando tiene lugar la recrystalización dinámica [29].

Aunque representó un avance significativo, el modelo de Luton y Sellars tiene una serie de limitaciones. La principal consiste en que la alternancia de ciclos de recrystalización y de endurecimiento se sucede indefinidamente, mientras que experimentalmente la curva deja de ser cíclica al cabo de entre dos y ocho ciclos. Para solventar algunos de estos problemas se han propuesto modelos más complejos asumiendo que:

- La deformación crítica para los segundos y subsiguientes ciclos de recrystalización es significativamente más pequeña que la deformación crítica inicial.
- La deformación local de recrystalización asociada a una fracción de volumen particular del material, es considerablemente más pequeña que la deformación de recrystalización microscópica (definida como la deformación de estado estable menos la deformación de pico).

1.6.2 Aproximación microestructural a la recrystalización dinámica.

Más recientemente y con el desarrollo de técnicas de alta velocidad de enfriamiento han podido correlacionarse las observaciones clásicas de la curva de fluencia con el comportamiento microestructural de la aleación en cuestión. Así se observa, como ya se ha comentado, que cuando el comportamiento es de picos cíclicos tiene lugar crecimiento de grano, respecto al grano de partida, mientras que la recrystalización de pico simple sufre afino de grano. La transición entre ambos comportamientos se observa cuando el tamaño de grano inicial es dos veces superior al tamaño de grano que se produce en estado estable. Se ha comprobado que la nucleación de la recrystalización dinámica tiene lugar de manera similar independientemente de si la recrystalización es de pico simple o cíclica. La nucleación preferencial se efectúa cerca de límites de grano, aunque también puede ocurrir en bandas de deformación, maclas, o inclusiones, especialmente si el grano es grande. Sin embargo, los mecanismos de crecimiento para ambos casos difieren. Así, en el caso de recrystalización de pico simple la nucleación ocurre a lo largo de límites de grano existentes y se le conoce como nucleación en forma de collar (“necklace”) (véase la Figura 1.21).

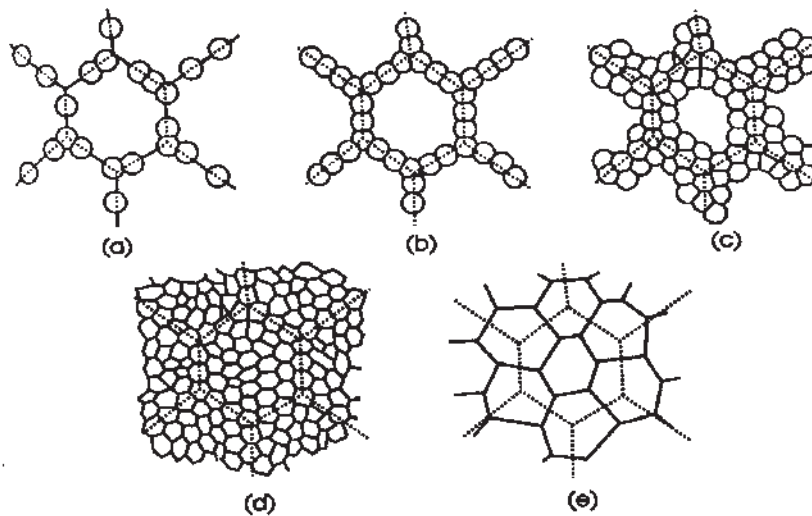


Figura 1.21. Mecanismo de nucleación en collar de la recrystalización dinámica de pico simple. Evolución de los frentes de “necklace” a medida que la deformación progresa y obtención de afino de grano [28].

Cuando el tamaño de grano inicial es superior al producido por la recrystalización, lo que en realidad acontece es la aparición de diferentes frentes de “necklace”, cada uno de los cuales se va amclando por restricciones impuestas por la deformación concurrente. El crecimiento de los granos recién recrystalizados cesa, pues a la fuerza motriz para el crecimiento de los granos se oponen las

dislocaciones generadas por el endurecimiento por deformación. El frente de recrystalización (ondas de “necklace”) progresa en el grano mientras quede grano sin recrystalizar. La respuesta global es una curva de pico simple (véase la Figura 1.22) pues a cualquier nivel de deformación promedio, granos diferentes están en distintas etapas de recrystalización, dando lugar a un valor de fluencia en promedio constante.

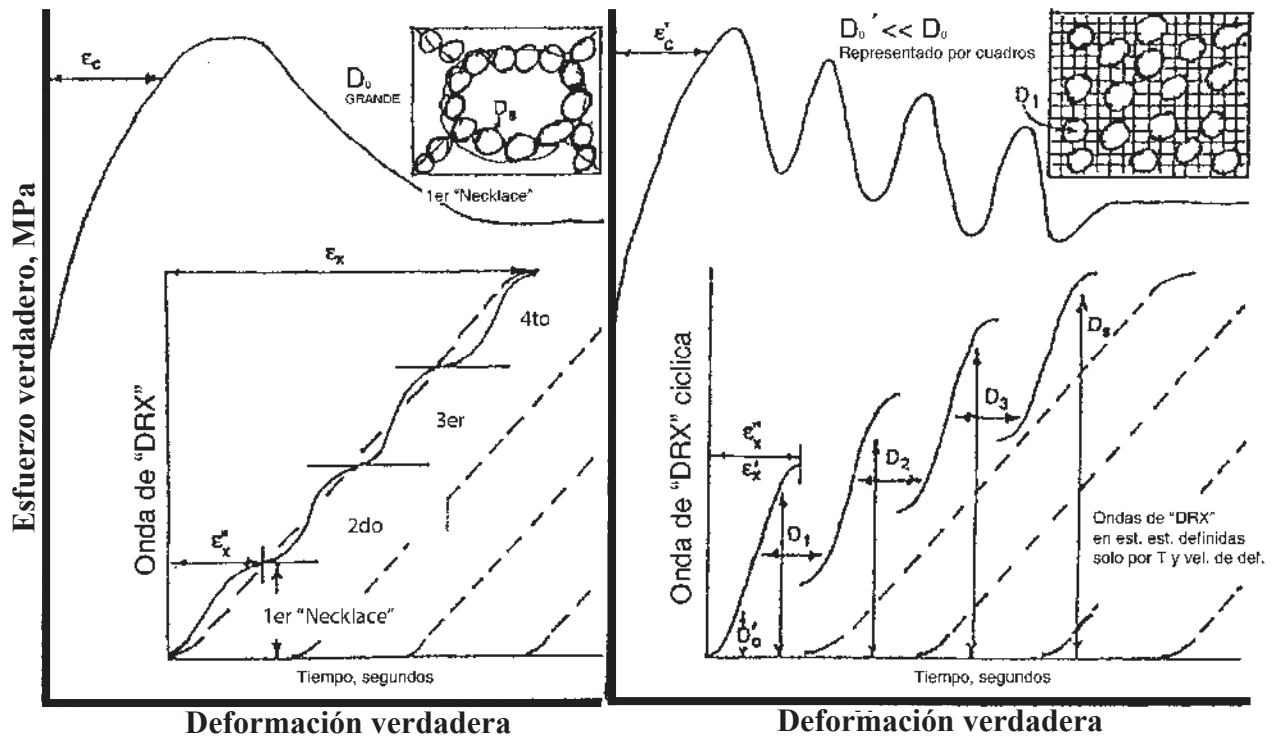


Figura 1.22. Diferencia de los mecanismos de nucleación en la recrystalización (DRX) cíclica y de pico simple, y efecto del tamaño de grano inicial sobre la transición entre ambas [28].

Se dice entonces que el tamaño de grano estable de recrystalización está controlado por crecimiento. En el caso de recrystalización cíclica, en que el tamaño de grano inicial es inferior al estable de recrystalización no se observa el mecanismo de nucleación por necklace. En esta situación la velocidad de nucleación es relativamente alta, debido a la gran densidad de límites de granos. Los nuevos granos terminan su crecimiento por choque entre ellos como la recrystalización clásica. Una vez que todo el material recrystaliza todavía son posibles nuevos ciclos de recrystalización de los nuevos granos. El proceso se atenúa en cuanto los tamaños de grano finales de cada ciclo de recrystalización son similares a los de estado estable. De esta manera ocurre el crecimiento de grano y se observa la recrystalización cíclica, que termina amortiguándose además por una progresiva

desincronización de la recrystalización. Para este caso se dice que el tamaño de grano de recrystalización está controlado por nucleación. Experimentalmente se ha observado que el tamaño de grano recrystalizado es independiente del tamaño de grano inicial y depende únicamente del parámetro de Zener-Hollomon (Z), o velocidad de deformación corregida por la temperatura, el cual se define como:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.2)$$

donde Q es la energía de activación para la deformación, R es la constante de los gases, T es la temperatura y $\dot{\varepsilon}$ es la velocidad de deformación. Por otro lado, el parámetro de Zener-Hollomon Z está directamente relacionado [1,47,48] con el tamaño de grano recrystalizado mediante la siguiente relación:

$$d_{rec} = K_d Z^{-n_d} \quad (1.3)$$

siendo d_{rec} el tamaño de grano recrystalizado, K_d y n_d constantes del material.

Como la transición entre recrystalización cíclica y de pico simple ocurre cuando el tamaño de grano inicial es igual a dos veces el tamaño de estado estable puede definirse el mapa de modos de recrystalización dinámica como se presenta en la Figura 1.23. En dicho mapa puede apreciarse como el engrosamiento de grano ocurre en condiciones de bajos valores de Z (bajas $\dot{\varepsilon}$ y altas T), mientras que el afino de grano ocurre a altos valores de Z (altas $\dot{\varepsilon}$ y bajas T). Pero el mismo gráfico muestra como es posible que para un mismo valor de Z , en función del tamaño de grano inicial, se pueda obtener un comportamiento de pico simple (y afino de grano) o cíclico (crecimiento de grano). Aunque la recrystalización dinámica es un hecho bien contrastado, algunas observaciones como las de afino de grano o crecimiento del mismo, en función del tipo de recrystalización, son incuestionables, no ha podido sin embargo desarrollarse un modelo completamente aceptado, siendo hoy en día un tema en clara discusión. Prueba de ello son la gran cantidad de modelos que pueden encontrarse en la literatura [28,29,30,122-135].

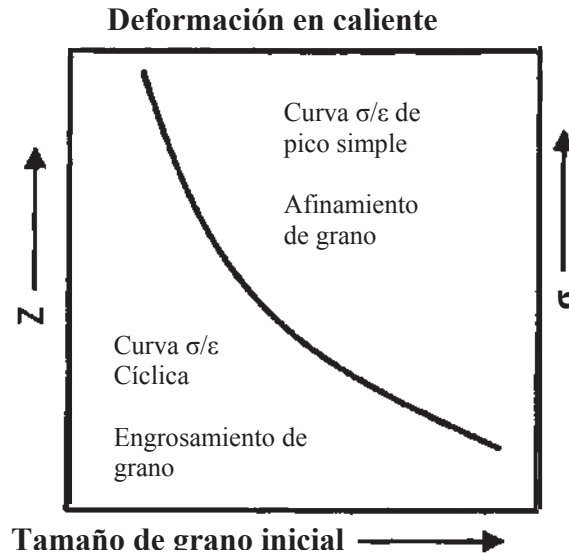


Figura 1.23. Mapa de modos de recristalización en función del parámetro de Zener-Hollomon y del tamaño de grano inicial [134].

A modo de resumen cabe decir que esta ampliamente admitido que en la recristalización dinámica:

- Es necesaria una deformación mínima para producir recristalización dinámica. Esta deformación es inferior a la correspondiente al esfuerzo pico σ_p . En consecuencia σ_c (esfuerzo asociado a ϵ_c) es inferior a σ_p , pero las reducidas velocidades de endurecimiento en la vecindad del pico justifican desde un punto de vista práctico igualar σ_c con σ_p e incluso ϵ_c con ϵ_p .
- Para un rango de condiciones dado, y a pesar de corresponder para cada caso a una deformación ϵ_p diferente. El esfuerzo máximo σ_p depende del parámetro de Zener-Hollomon, Z .
- En condiciones de deformación en caliente, ϵ_c disminuye con valores decrecientes de Z , alcanzando una cierta saturación a valores bajos de Z .
- El tamaño de grano recristalizado dinámicamente y el esfuerzo de estado estable son independientes del tamaño de grano inicial, y dependen solamente de Z .
- La cinética de recristalización dinámica se acelera significativamente con tamaños de grano iniciales finos (mayor facilidad de nucleación a través de la mayor densidad de límites de

grano) reflejándose notablemente en el valor de ε_p mediante una disminución en la misma. Experimentalmente [1,47,48] se verifica la siguiente relación:

$$\varepsilon_p = K_1 d_0^{n_1} Z^{m_1} \quad (1.4)$$

donde d_0 es el tamaño de grano inicial, y K_1 , n_1 y m_1 son constantes del material.

- Existe una clara relación lineal entre el tamaño de grano recrystalizado d_{rec} y el esfuerzo de estado estable σ_{ss} . Recientes estudios y modelos desarrollados [133,135] en base a considerar un balance entre la velocidad de deformación de subestructuras de deformación y la velocidad media de los límites de grano recrystalizados, muestran que σ_{ss} y d_{rec} se pueden relacionar del siguiente modo:

$$\frac{\sigma_{ss}}{\mu} \left(\frac{d_{rec}}{b} \right)^{\frac{2}{3}} = K_2 \quad (1.5)$$

siendo μ el módulo de corte, b el vector de Burgers y K_2 una constante que oscila entre 1 y 10.

1.7 Fenómenos de ablandamiento después de la deformación en caliente.

Cuando la deformación crítica, ε_c , para producir recrystalización dinámica se sobrepasa durante el conformado en caliente y la deformación se interrumpe, se observa un tipo de recrystalización estática que no tiene analogía con la recrystalización estática clásica. A esta recrystalización se le conoce como metadinámica o postdinámica, y fue observada primero por Djaic y colaboradores [136]. Este tipo de recrystalización no necesita periodo de incubación (en eso se diferencia de la recrystalización clásica) puesto que los núcleos ya están presentes, heredados de la recrystalización dinámica, que ya ha tenido lugar al aplicar deformaciones superiores a ε_c . Algunos de los granos formados por la recrystalización dinámica ya están migrando y sobre pasando regiones libres de deformación. Estos granos son núcleos estáticos sin intervalo de incubación. La cinética de la recrystalización metadinámica, dada la ausencia de la etapa de nucleación es muy superior a la de

la estática y se ha observado experimentalmente que produce un tamaño de grano superior al de la recristalización dinámica, pero inferior al de la estática clásica [136-138]. Adicionalmente es posible que los fenómenos de restauración y recristalización estática clásicas se presenten una vez acabada la etapa de conformado. Ello es posible por la misma razón anterior, la desincronización de la recristalización dinámica. Es posible que existan regiones sin núcleos dinámicos, con lo que una vez interrumpida la deformación puede tener lugar la nucleación convencional para la recristalización estática clásica. La aparición simultánea de todos estos tipos de ablandamiento (restauración, recristalización dinámica, recristalización metadinámica y restauración y recristalización estática), con un tamaño de grano propio en cada caso, puede dar lugar a que en procesos de conformado de múltiples etapas se observe una amplia heterogeneidad en tamaño de grano final, al que hay que añadir la posibilidad del posterior crecimiento de grano.

1.8 Influencia de los elementos de aleación sobre la recristalización dinámica.

Como se ha visto en apartados anteriores, en materiales que recristalizan dinámicamente la deformación de pico ε_p (o bien ε_c) dependen de la temperatura, la velocidad de deformación y de la estructura del material (del tamaño de grano). Sin embargo, un cuarto factor no citado de gran importancia es el efecto que los elementos aleantes y microaleantes tienen sobre la deformación crítica. Es bien conocido el efecto retardador que sobre la cinética de la recristalización estática tienen las partículas precipitadas, por un mecanismo similar al de la limitación del crecimiento de grano. También es claro el efecto retardador que los elementos en solución sólida pueden jugar bajo las mismas condiciones, aunque la razón del retardo en tal caso es más compleja, siendo debido a mecanismos de arrastre de soluto, el cual parece provenir de interacciones entre las capas de electrones de los distintos átomos presentes [139,140]. Bajo condiciones dinámicas se observa un efecto de interacción similar, pero con la adición de la interacción que juega la propia deformación sobre la cinética de precipitación. En condiciones de ausencia de efectos de aleación, el comportamiento de ε_p frente a la velocidad de deformación es el representado en la Figura 1.24, como se apuntó antes, la deformación crítica necesaria para obtener recristalización dinámica va disminuyendo a medida que la velocidad de deformación decrece, en condiciones isotérmicas y de idéntico tamaño de grano inicial.

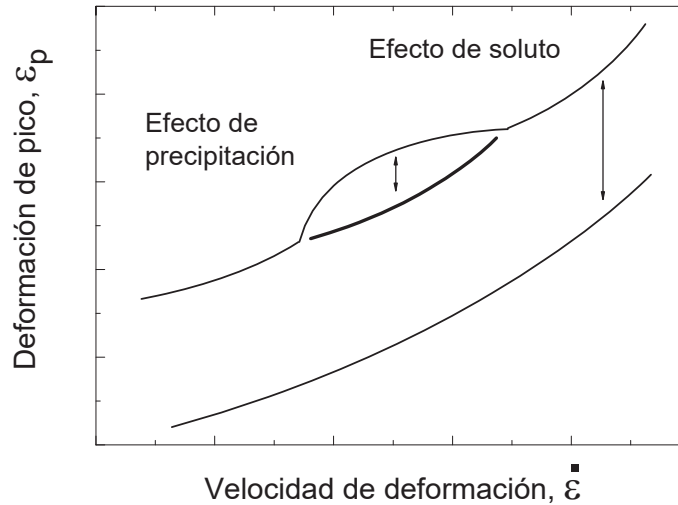


Figura 1.24. Efecto del soluto y precipitados sobre la deformación necesaria para la recristalización dinámica [139,140].

Si a la aleación de la Figura 1.24, es posible añadirle elementos en solución sólida se observa como la curva previa sufre una traslación hacia valores de mayores deformaciones. Cuando además el elemento añadido es capaz de precipitar (como los microaleantes) junto con la deformación concurrente, se produce un efecto adicional de retardo, de modo que son necesarias de nuevo mayores deformaciones para producir la recristalización. Una vez que la precipitación es completa, los precipitados tienden a crecer y, por lo tanto, a disminuir su efecto de anclaje sobre el movimiento de los límites de grano, por ello desaparece el incremento de deformación necesario, y eso produce los abultamientos intermedios en la Figura 1.24.

1.8.1 Efecto de elementos en solución sólida.

La influencia sobre la recristalización de los distintos elementos químicos en solución sólida que entran en la composición de los aceros microaleados (V, Ti, Al, Nb y B) ha recibido considerable atención, especialmente en lo que a aceros HSLA se refiere. Así Cuddy [141] en un completo análisis con diferentes monoadiciones de microaleantes demostró que cantidades crecientes del elemento en solución sólida aumentaban la temperatura de fin de recristalización en condiciones de deformación en caliente. Observó igualmente que el orden de efectividad era Nb, Ti, Al y V, siendo especialmente importante el efecto del Nb (véase la Figura 1.25). Similares resultados han sido reportados por Jonas y colaboradores [139-143].

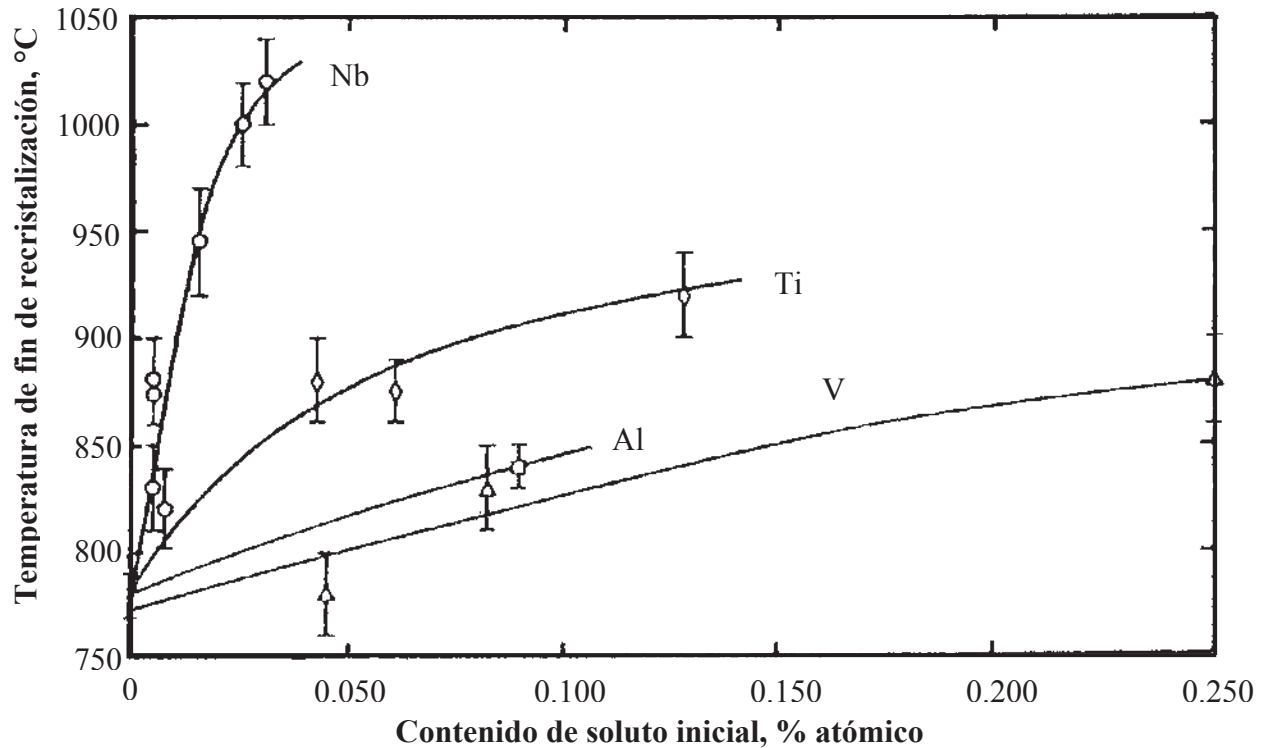


Figura 1.25. Aumento de la temperatura de fin de recristalización con el aumento de la concentración en solución sólida de los elementos microaleantes para un acero de 0.07%C, 1.4%Mn y 0.75%Si [141].

Todos los estudios muestran que el Nb tiene un efecto especialmente significativo en retrasar la recristalización, efecto que se aprovecha en mejorar el control de la deformación. El efecto de retardo del Nb puede evaluarse no sólo en temperaturas, como hace Cuddy, sino también en tiempos, como hace Jonas, demostrando que la recristalización de la austenita microaleada con Nb tiene una cinética de casi dos ordenes de magnitud más lenta que la de la austenita sin microalea. Sin embargo, elementos como el Mn y Si no parecen tener una gran influencia directa en el retraso de la recristalización, por lo que a su efecto como elementos en solución sólida se refiere.

1.8.2 Efecto de la precipitación.

Este apartado es uno de los que ha recibido una mayor atención experimental durante la década de los 80s. En esos años se estudiaron con amplio contraste experimental los fenómenos de precipitación dinámica (precipitación simultánea con la deformación) de los elementos microaleantes de la austenita, habiéndose desarrollado incluso modelos teóricos que predicen razonablemente bien las denominadas curvas PTT (precipitación-temperatura-tiempo) [144-146]. La

realización de medidas precisas sobre los procesos cinéticos de recristalización es relativamente sencilla por medio de técnicas de análisis microestructural (microscopía) o por técnicas mecánicas. En cambio las técnicas utilizadas para seguir la cinética de la precipitación de segundas fases (extracción electroquímica, microdurezas, resistividad eléctrica, etc.) son más complejas e inexactas. Sin embargo, Jonas y colaboradores [142-143] sobre la base de ensayos de compresión en caliente (y por lo tanto con una técnica mecánica) determinaron la forma en que se podía seguir con notable precisión el inicio de la precipitación cuando ésta era concurrente con la deformación, de modo que obtenían las curvas similares de la Figura 1.24. La obtención de estas curvas a diferentes temperaturas permite la determinación de los inicios y finales de precipitación a cada temperatura, con lo que en la práctica es posible la obtención de las curvas PTT. Puesto que los ensayos se realizan a velocidad de deformación constante, la escala de deformaciones es equivalente a la de tiempos sin más que aplicar:

$$t = \frac{\varepsilon}{\dot{\varepsilon}} \quad (1.6)$$

Estudiando un acero HSLA microaleado con Nb, Jonas y colaboradores [142-143] mostraron como la cinética de precipitación venía fuertemente afectada por la deformación concurrente. Así pudo llegar a estudiar la precipitación estática (manteniendo las probetas a temperatura de ensayo durante tiempos variables antes de deformar), y analizar como variaba con la pre-deformación aplicada (antes de deformar y de iniciar el mantenimiento se le daba una pequeña deformación, $\approx 5\%$, a la probeta) o con la deformación concurrente (las probetas eran directamente deformadas después de haber sido austenizadas). Sus resultados son elocuentes y se muestran en la Figura 1.26. En primer lugar puede apreciarse una clara forma en C de las curvas de precipitación, y como la predeformación, o la deformación concurrente aceleran la cinética, esto es, trasladan la curva PTT estática a tiempos más cortos.

Mediante la citada técnica experimental (o similares como la de relajación de esfuerzos propuesta también por Jonas y colaboradores [145]), se han efectuado amplios análisis sobre el comportamiento de la precipitación dinámica y determinación de las curvas PTT de los habituales microaleantes: Nb [139-146], V [147,148], Ti [149-152] y Al [153,154]. Las curvas PTT son curvas con forma de C, similares a las curvas TTT (Tiempo-Temperatura- Transformación), sólo que en

este caso no son estrictamente de cambio de fase, sino de cinética de precipitación de una segunda fase, muy minoritaria. Son dos los fenómenos contrapuestos que determinan la forma en C de estas curvas; uno es la fuerza motriz de precipitación, y el otro es la difusión.

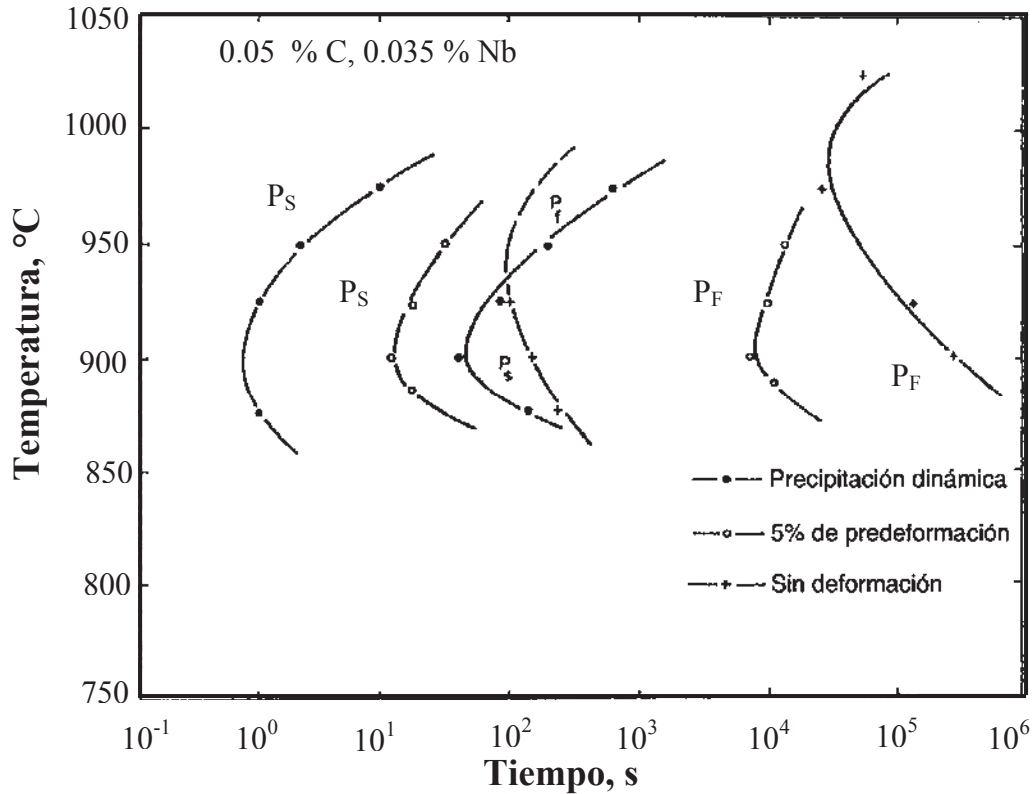


Figura 1.26. Efecto de la predeformación y la deformación concurrente (precipitación dinámica) sobre la cinética de precipitación en un acero HSLA microaleado con Nb. P_S: Inicio de precipitación, P_F: Final de precipitación [143].

A modo de simplificación se puede suponer que la fuerza motora de precipitación es exclusivamente de carácter químico, aunque en la práctica deben considerarse otros factores como la aparición de nuevas superficies, y el acomodo con la matriz. A temperaturas por encima de la “nariz”, aunque la difusividad es muy alta, la fuerza motora de la precipitación es relativamente baja pues se ésta muy cerca de la temperatura de disolución de precipitado. A medida que disminuye, el grado de supersaturación aumenta, aumentando la fuerza motriz química. Por debajo de la “nariz” la escasa difusividad provoca que la precipitación no progrese, o lo haga muy lentamente, a pesar de que la supersaturación sea alta. Todo esto finalmente produce la forma en C.

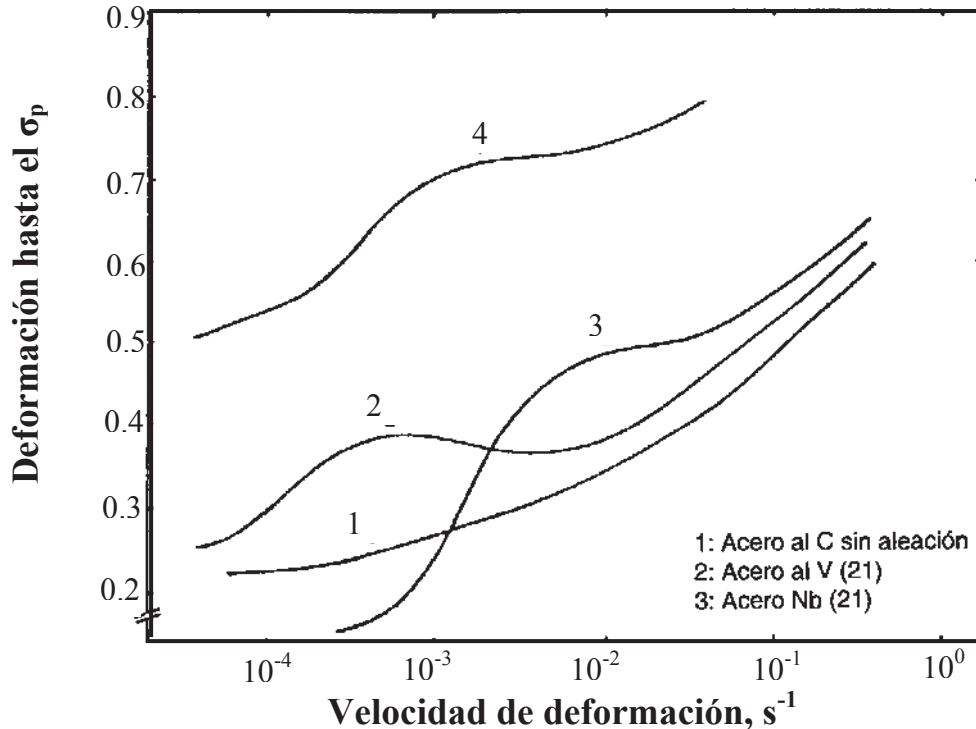


Figura 1.27. Efecto de distintos microaleantes en el retraso por precipitación de la recrystalización dinámica [155].

1.9 Interacción precipitación-recrystalización.

Existe una aparente discusión en literatura respecto a quien es más efectivo en el retraso de la recrystalización, si el efecto soluto, o el efecto precipitado. Para resolver tal cuestión es muy útil acudir a la superposición entre gráficos RTT (recrystalización-temperatura-tiempo) obtenidos a una velocidad de deformación dada, y gráficos PTT. Ello es mostrado en la Figura 1.28, para el caso del Nb y V en un acero HSLA (de bajo C) puede apreciarse que antes de iniciarse la precipitación hay un importante retraso de la recrystalización (respecto al acero base) y que cuando la precipitación aparece (nariz de la curva PTT) es capaz de retrasar aún más o de llegar incluso a inhibir completamente la recrystalización (“bahías” de la curva RTT). Las mismas curvas comparadas para aceros microaleados con V o Ti muestran que el retraso por arrastre de soluto del elemento en solución sólida no es tan efectivo como ocurre con el Nb (Figura 1.28), de modo que cuando la precipitación tiene lugar, aún existiendo un adicional retraso, éste de nuevo no es tan efectivo como el Nb pues no llegan a intersectarse las curvas PTT y RTT. La conclusión es que ambos efectos son los que producen el retraso en la recrystalización, pero un significativo retraso debido al efecto soluto

(que asegure el cruce de las curvas PTT y RTT) es imprescindible para llegar a inhibir en la práctica la recristalización dinámica (o la posterior metadinámica o estática).

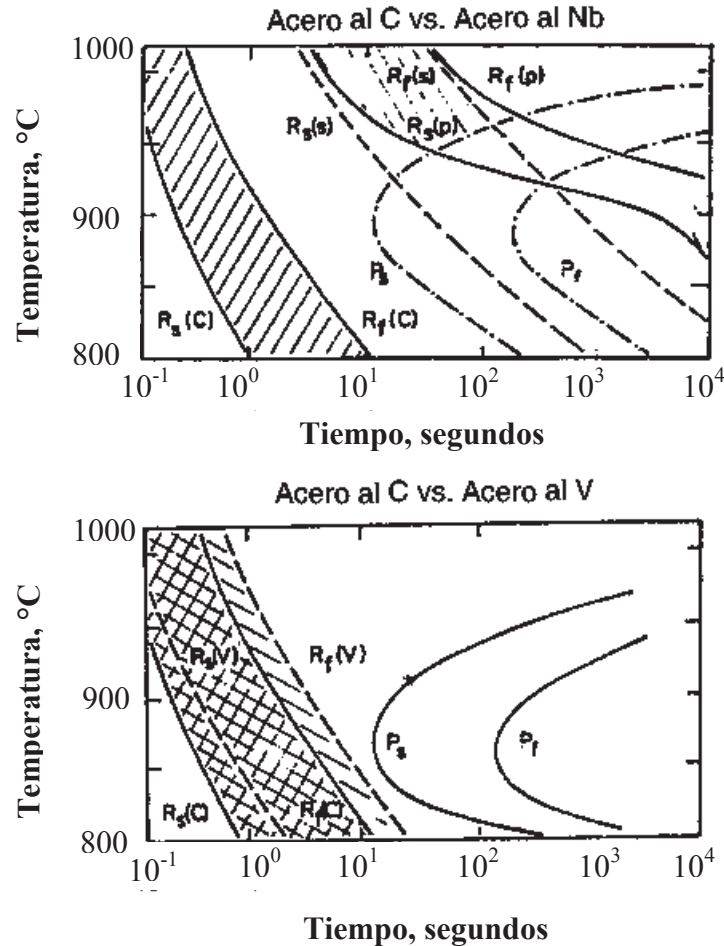


Figura 1.28. Superposición de los gráficos PTT y RTT. Se muestra la importancia del retraso por efecto soluto para potenciar el retraso por efecto de la precipitación.

1.10 Modelos del comportamiento mecánico en caliente.

1.10.1 Introducción

La modelación de los procesos de conformado en caliente es una necesidad cada vez mayor desde el punto de vista industrial y académico. La modelación microestructural de la recristalización es importante por muchas razones: a) los métodos empíricos sin un conocimiento de los mecanismos de recristalización no son suficientes para aumentar la calidad del producto y rebajar los costos de producción, b) muchos modelos microestructurales predicen de una forma fiable las condiciones

óptimas de los procesos de deformación y describen las propiedades del producto pero sin poder evitar expresiones empíricas, c) los ensayos industriales son muy costosos y difíciles de realizar, d) la simulación en laboratorio es incapaz de simular todas las condiciones industriales y e) la modelación en si misma puede ayudar a encontrar nuevos experimentos que permitan un profundo conocimiento de los mecanismos responsables de los cambios microestructurales que intervienen en los procesos del conformado.

La modelación de las curvas de fluencia puede efectuarse por etapas. Hasta el valor máximo de esfuerzo se puede suponer que sólo operan el endurecimiento por deformación y el ablandamiento por restauración dinámica. Como se verá a continuación, para estos mecanismos es posible utilizar modelos de base física. En el caso de que haya ablandamiento por recristalización dinámica, el uso de modelos teóricos es todavía una tarea en discusión. Este inconveniente se puede solventar suponiendo que los ablandamientos son proporcionales a las fracciones de volumen recristalizados y estudiar entonces la cinética de la recristalización dinámica.

1.11 Modelación de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica.

La modelación de una curva de fluencia pasa por la modelación de cada una de las tres etapas que la constituyen. La etapa de endurecimiento por deformación y ablandamiento por restauración está siempre relacionada con la evolución de la densidad de dislocaciones durante el proceso de deformación, parámetro fundamental de esta etapa. Mecking y Kocks [156], proponen un modelo de parámetro único, cuyo objetivo es calcular el esfuerzo de fluencia a través de la variación de densidad de dislocaciones durante el proceso de deformación. Sin embargo, el modelo de Estrin y Mecking [156,157], similar al primero y que fue desarrollado años más tarde, distingue entre dos tipos de dislocaciones, la densidad de dislocaciones móviles, ρ_m , y de dislocaciones inmóviles, ρ . Montheillet [158], en su modelo de apilamiento de granos se basa en la ecuación (1.7), que se comentará más adelante añadiendo un término de ablandamiento adicional debido al aumento del área libre de dislocaciones a la hora de la migración de un borde de grano. Finalmente, Nes [159], propone un modelo general con múltiples parámetros, que tiene en cuenta la influencia del tamaño de subgranos, la densidad de dislocaciones dentro del subgrano, ρ_i , y la densidad de dislocaciones en los bordes de subgranos, ρ_b .

Durante la primera etapa de deformación, la densidad de dislocaciones es el resultado de un balance entre las dislocaciones generadas y almacenadas durante el endurecimiento y su reordenación y aniquilación mediante el proceso de restauración dinámica. La ecuación que expresa este mecanismo competitivo viene dada por:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{d\rho}{d\varepsilon}_{almacenadas} - \frac{d\rho}{d\varepsilon}_{restauradas} \quad (1.7)$$

La ecuación (1.7) sirve para la modelización de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica durante la deformación en caliente. Cuando se soluciona la ecuación (1.7) en términos de densidad de dislocaciones, se puede pasar al esfuerzo aplicando la ecuación siguiente:

$$\sigma = \alpha \mu b \rho^{\frac{1}{2}} \quad (1.8)$$

donde α es un factor geométrico, μ es el modulo de cizalladura (MPa) y b es el vector de Burgers (m). 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 del esfuerzo en función de la deformación aplicada.

1.11.1 Modelo de Estrin, Mecking y Bregström.

Roberts [160], demostró que la velocidad de endurecimiento por deformación θ varia de forma lineal con $\frac{1}{\sigma}$ en altas temperaturas y bajas velocidades de deformación. La densidad de dislocaciones según el mismo autor está dada por:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = \kappa_1 + \kappa_2 \sqrt{\rho} \quad (1.9)$$

donde κ_1 y κ_2 son constantes relacionadas con parámetros microscópicos. 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.

Estrin, Mecking [157] y Bergström [161] combinaron los dos comportamientos (lineal y no lineal) y presentaron la siguiente ecuación:

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

Según Estrin, Mecking y Bergström la expresión equivalente a la ecuación (1.10) es:

$$d\rho/d\varepsilon = U - \Omega\rho \quad (1.11)$$

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:

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

Introduciendo la ecuación (1.8) en la expresión anterior se obtiene la ecuación de modelización:

$$\sigma = \left[\sigma_0^2 e^{-\Omega\varepsilon} + (\alpha\mu b)^2 \left(\frac{U}{\Omega}\right)(1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (1.13)$$

$$\sigma^2 = \left[\sigma_s^2 + (\sigma_0^2 - \sigma_s^2) \cdot e^{-\Omega\varepsilon} \right] \quad (1.14)$$

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, ρ_0 , 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 [161-164].

1.12 Modelación de la recristalización dinámica.

La recristalización dinámica es el mecanismo responsable del ablandamiento que se manifiesta de forma directa en las curvas de fluencia. La modelación de esta etapa depende de los mecanismos que intervienen en dicho proceso de ablandamiento, del cual las condiciones de nucleación de la recristalización dinámica forman parte. Sah y colaboradores [165], extienden el modelo de deformación crítica de Luton y Sellars, a la recristalización de pico múltiple y consideran que la deformación crítica del segundo y el tercer ciclo es menor que la deformación crítica inicial. Montheillet [166] en su modelo sobre la recristalización discontinua considera los granos con una geometría esférica caracterizados por dos variables: el tamaño de grano, D , y la densidad de dislocaciones, ρ . Para la nucleación, el mismo autor asocia a cada grano un potencial propio de nucleación. Este modelo tiene en cuenta tres mecanismos de ablandamiento, el debido a la restauración dinámica, el segundo tipo debido a la expansión de los granos en la matriz dura (ablandamiento geométrico) y el tercero debido a la aniquilación de dislocaciones durante la migración de los bordes de granos (ablandamiento físico). Otros modelos consideran que los nuevos granos formados paran de crecer cuando chocan con otros granos [167], mientras otros autores consideran que la densidad de dislocaciones dentro del subgrano es la que determina el esfuerzo de fluencia, y que las dislocaciones de los bordes de subgranos fomentan el esfuerzo motriz necesario para la migración de los bordes de granos. La predicción del esfuerzo pico depende según Brown [127], de cuatro parámetros: densidad de dislocaciones, la fracción recristalizada, la velocidad de deformación y la temperatura. Por último están los modelos basados en los criterios de nucleación, como el modelo de Robert y Ahlblom [168], que considera que la nucleación depende de la energía de los bordes de grano y la diferencia de densidad de dislocaciones entre los nuevos núcleos y la matriz y calculan la densidad de dislocaciones crítica para el comienzo de la recristalización dinámica.

1.12.1 Modelo basado en la cinética de la recristalización dinámica.

Si bien la recristalización dinámica se ha estudiado notablemente desde un punto de vista mecánico, no lo ha sido tanto desde el punto de vista de la metalurgia física. Ello hace que no exista un gran acuerdo entre los diversos autores en la determinación de una ecuación evolutiva

completamente aceptada. No obstante, a la hora de modelizar la curva de fluencia es posible evitar esta indefinición [28,123] ya que la recristalización dinámica, como todo proceso de transformación de estado sólido que tiene lugar por nucleación y crecimiento, presenta una cinética de transformación que puede expresarse por la ecuación clásica de Avrami asumiendo que el ablandamiento de las curvas de fluencia es proporcional a la fracción en volumen recristalizada, X . Así, la ecuación constitutiva que se aplica después del inicio de la recristalización dinámica es la siguiente:

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot X \quad (1.15)$$

donde σ_{ss} es el esfuerzo de estado estable que se alcanza tras finalizar la recristalización. Ya que la fracción de volumen recristalizada, X , sigue la cinética de Avrami, se puede expresar como:

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (1.16)$$

donde X es la fracción de volumen recristalizada 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 para el 50% de recristalización $t_{50\%}$ [88,93]. Puesto que $\exp(-0.693) = 0.5$ la ecuación (1.16) se transforma en:

$$X = 1 - \exp(-0.693 \cdot (t/t_{50\%})^k) \quad (1.17)$$

de manera que $t_{50\%}$ y B están relacionadas como indica la ecuación (1.18).

$$t_{50\%} = \left(\frac{0.693}{B} \right)^{1/k} \quad (1.18)$$

El tiempo para $t_{50\%}$ de recristalización depende de las condiciones de deformación tanto como del tamaño de grano inicial de la forma siguiente:

$$t_{50\%} = B \cdot \varepsilon^n \cdot d_0^m \cdot \exp\left(\frac{Q_{rec}}{RT}\right) \quad (1.19)$$

donde B, m, n son constantes, Q_{rec} es una energía de activación y R la constante universal de los gases. En el caso de los ensayos a velocidades de deformación constantes hay una equivalencia entre el tiempo y la deformación, por lo que la expresión (1.18) se puede expresar en términos de deformación:

$$X = 1 - \exp\left(-B \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\varepsilon}\right)^k\right) \quad (1.20)$$

donde ε_p es la deformación correspondiente al esfuerzo máximo. Del mismo modo la ecuación (1.20) se transforma en:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \cdot \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\varepsilon_{50\%} - \varepsilon_p}\right)^k\right) \quad (1.21)$$

Sustituyendo esta expresión de la fracción de volumen recristalizada, X, en la ecuación (1.14), se obtiene la siguiente expresión que sólo es válida para $\varepsilon > \varepsilon_p$.

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot \left[1 - \exp\left(-0.693 \cdot \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\varepsilon \cdot t_{50\%}}\right)^k\right)\right] \quad (1.22)$$

El uso de las ecuaciones (1.13), (1.18) y (1.22) permitirá la modelización de la curva de fluencia, haya o no recristalización dinámica.

1.13 Modelación de la etapa de estado estable.

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 y el de estado estable o el de saturación se puede relacionar con la temperatura y la velocidad de deformación de las formas siguientes:

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \sigma_{ss}^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (1.23)$$

$$\dot{\varepsilon} = A' \cdot \exp(\beta \cdot \sigma_{ss}) \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (1.24)$$

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 (1.23) es válida a bajos valores de esfuerzos mientras la ecuación (1.24) se cumple a altos esfuerzos. Garofalo [171] en condiciones de creep, y Sellars y Tegart [172] en condiciones de conformado en caliente propusieron una expresión más general que describe el comportamiento a fluencia a bajos y altos valores de esfuerzo, como sigue:

$$\dot{\varepsilon} = A'' \cdot [\sinh(\alpha \cdot \sigma_{ss})]^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (1.25)$$

siendo A'' una constante del material y α el esfuerzo inverso que marca el cambio de comportamiento de potencial a exponencial. Para $\alpha \cdot \sigma_{ss} < 0.8$ la ecuación (1.23) es equivalente a la ecuación (1.25), mientras que la ecuación (1.24) es válida cuando $\alpha \cdot \sigma_{ss} > 1.2$. α , n y β están relacionadas de la forma siguiente:

$$\beta = \alpha \cdot n \quad (1.26)$$

La ecuación (1.25) ofrece una descripción completa del comportamiento en un amplio intervalo de esfuerzos.

1.14 Mecanismos de segregación.

La pérdida de ductilidad que sufren algunos aceros a temperaturas en el intervalo austenítico, se puede relacionar con una fragilización provocada por posibles segregaciones a los límites de grano o interdendríticos de elementos residuales e impurezas. Estas segregaciones pueden afectar además a diferentes propiedades mecánicas, causando problemas como la fragilidad de revenido, fragilidad de fluencia o corrosión en los límites de grano. Durante la deformación a alta temperatura, las vacancias son generadas principalmente por el movimiento no-conservativo de jogs térmicos. Los sumideros para este tipo de vacancias son las dislocaciones y los límites de grano. La concentración en exceso de vacancias se incrementa con la velocidad de deformación y la temperatura [173]. Los efectos se presentan más en materiales fcc que en los bcc debido a su baja difusividad. La presencia del exceso de vacancias estimula, por lo menos, en materiales sólidos la difusión, precipitación, segregación y la recristalización. Este exceso de vacancias puede ser generado por deformación o por temple. En el caso de deformación a alta temperatura ($>0.4T_f$), es generalmente asumido que la alta difusividad de vacancias lleva a su aniquilación rápida, así que sus efectos pueden ser despreciados. Esto es cierto solo si se emplean bajas velocidades de deformación ($<0.1 \text{ s}^{-1}$). La aniquilación de vacancias es controlada por la difusión y toma lugar en los límites de grano y las dislocaciones [173]. La segregación de átomos de impurezas hacia los límites de grano ocurre principalmente por dos mecanismos, segregación de equilibrio [79] y segregación de no-equilibrio [174].

1.14.1 Teoría de la segregación de equilibrio.

Según esta teoría, liberar los átomos de soluto de la matriz lleva a una relajación de la energía elástica, especialmente en el caso de átomos intersticiales ó sustitucionales más grandes que los de Fe. Todos los procesos de segregación de equilibrio son producidos por una variación de la energía superficial. Cuando dos elementos están segregando simultáneamente a la superficie o a los límites de grano, generalmente hay competición por los sitios disponibles y la concentración de cada especie depende de la energía libre de segregación de cada una de ellas y su concentración másica. La segregación de equilibrio se refiere al movimiento de los átomos de soluto desde el volumen de la aleación hacia sitios como los límites de grano, superficies libres, límites de fase, fallas de apilamiento e interfaces matriz-precipitado. En las segregaciones de equilibrio, los átomos de soluto ocupan los sitios en los límites de grano para minimizar la energía libre del sistema. En la segregación de equilibrio, los átomos de boro que difunden hacia los límites de grano son

principalmente mantenidos en estos sitios que presumiblemente son de alta distorsión. En este caso la estructura segregada forma una condición de equilibrio estable. La fuerza que conduce a la segregación de equilibrio es una reducción en la energía libre del límite de grano y cuando la temperatura en un tratamiento isotérmico disminuye, el nivel de segregación aumenta [175]. La fuerza que conduce a la segregación de equilibrio es 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. Los efectos combinados de la segregación de equilibrio y de no-equilibrio indican que la cantidad de segregación que toma lugar durante la operación de temple depende no solo del rango de temperatura sino de la velocidad de enfriamiento aplicada. Para cualquier temperatura inicial aquí existe una velocidad de enfriamiento crítica a la que la segregación máxima puede tomar lugar, pero la desegregación es detenida por la reducción de las velocidades de difusión durante el enfriamiento. De igual manera, la magnitud de esta segregación incrementa cuando la temperatura decrece, mientras que los efectos de entropía (que tienden a dispersar los átomos de boro) llegan a ser pequeños. Desde un punto de vista tecnológico, la segregación de equilibrio es importante para la austenización y temple de aceros (que son mantenidos por un periodo de tiempo a una temperatura conveniente previo al temple), mientras que la segregación de no-equilibrio juega un rol importante en aceros procesados termomecánicamente que son templados inmediatamente después de la deformación.

1.14.2 Teoría de la segregación de no-equilibrio.

En la década de los 1960s la teoría de la segregación de no-equilibrio con respecto a la migración de los átomos de soluto hacia los límites de grano fue establecida por Westbrook y Aust [174,176] y Anthony [177]. Esta teoría sugiere que el mecanismo de segregación está basado en un equilibrio en el que una cantidad suficiente de átomos de soluto y vacancias existe. Estas tres partes: átomos de soluto, vacancias y sus complejos recombinados, están en equilibrio uno con otro. Una muestra sometida a un tratamiento térmico de disolución, cuando es enfriada exhibe una pérdida de vacancias a lo largo de los límites de grano, por lo cual se alcanza una concentración de equilibrio de vacancias a bajas temperaturas. La disminución en la concentración de vacancias causa la disociación de los complejos recombinados dentro de los átomos de soluto y vacancias. Asimismo, esta disminución en la concentración de vacancias permite un aumento en la concentración de los complejos recombinados cerca de los límites de grano. Mientras tanto, en regiones alejadas del

límite de grano, donde no están presentes vacancias atrapadas, las vacancias pueden recombinarse con átomos de soluto y reducir la concentración de vacancias. Esto hace que la concentración de los complejos recombinados se incremente en regiones alejadas de los límites de grano. Consecuentemente, un gradiente de concentración aparece entre el límite de grano y regiones adyacentes. El gradiente guía a los complejos recombinados para que difundan desde regiones alejadas del límite de grano hacia el límite de grano. Esta difusión causa una concentración excesiva de átomos de soluto en las cercanías de los límites de grano y da como resultado la segregación de no-equilibrio. La segregación de no-equilibrio incluye a su vez ambos procesos el de segregación y el de desegregación [178]. La segregación de no-equilibrio depende de la cinética del proceso y desaparece cuando el tiempo se hace infinito, a medida que los procesos difusivos alcanzan el equilibrio. Para una probeta que ha sido enfriada rápidamente desde una temperatura alta, a la cual fue mantenida durante un periodo de tiempo, se define un tiempo crítico de permanencia a esta temperatura en el cual la segregación de soluto hacia los límites de grano alcanza un máximo. El hecho de que exista este tiempo crítico es el aspecto más característico de las segregaciones de no-equilibrio. En la segregación de no-equilibrio [174,176,177] la velocidad del movimiento de los átomos de impurezas hacia los sumideros es reforzada por el flujo de vacancias. Esto llevara a un valor más alto en la concentración de impurezas en el sumidero que el de equilibrio, el cual continuará siendo alto hasta que el flujo de vacancias ó de impurezas ó cualquiera de los dos esté completo. En esta etapa el gradiente de concentración de átomos de impurezas causará que las impurezas difundan más allá del límite de grano. Durante la deformación a baja temperatura, el exceso de vacancias es generado por el movimiento no conservativo de jogs convencionales sobre las dislocaciones de tornillo. A altas temperaturas la contribución de los jogs térmicos y la aniquilación de vacancias es controlada por difusión y toma lugar en los límites de grano y en las dislocaciones. La interacción del exceso de vacancias con las impurezas ó elementos microaleantes conduce a la segregación de no-equilibrio hacia los límites de grano y a su vez acelera la nucleación de partículas de segunda fase en esta localización. En el interior del grano, la presencia de una súper saturación de vacancias estimula la nucleación de partículas directamente por una fuerza adicional si el núcleo es incoherente o semi-coherente. La segregación y la nucleación acelerada de partículas producen un importante retraso en la recristalización a causa de las altas fuerzas de anclaje que son generadas [174,176]. Además, la aparición de fenómenos tales como la precipitación inducida por deformación, difusión acelerada y segregación de no-equilibrio sugieren también que el exceso de vacancias está presente bajo estas condiciones. Se cree que el temple, deformación, radiación y

recristalización [174,176] pueden inducir la segregación de no-equilibrio de solutos a la superficie y la interfase. Por ejemplo, la segregación de no-equilibrio inducida por el temple ha sido descrita para el boro en γ -Fe [41], Ti y Au en aleaciones de Pb. He y colaboradores [41] reportaron que la pre-deformación incrementa el grado de la segregación de no-equilibrio de átomos de soluto a los límites de grano austeníticos. Recientemente, Cui y colaboradores (1995) [180] investigaron la recristalización de materiales deformados en caliente, encontrando que la distribución de átomos de soluto tenía una evidente diferencia entre los nuevos granos recristalizados y los granos originalmente deformados. Las segregaciones de no-equilibrio, sin embargo, son un proceso cinético en el que los átomos de soluto forman pares ó asociaciones con las vacantes que se desplazan al límite de grano. Es bien sabido que los átomos de soluto pueden segregarse a los límites de grano y afectar las propiedades de los materiales [178,179,181]. Trabajos anteriores indican también que la segregación de los átomos de soluto a los límites de grano tiene una cierta influencia en la migración de los límites de grano y en el proceso de transformación de fase [182]. Durante el recocido a alta temperatura una concentración de vacancias en equilibrio es generada y distribuida a través de toda la red. En contraste, la segregación de no-equilibrio ocurre durante el enfriamiento desde altas temperaturas y durante el recocido seguido de deformación plástica y se requiere de un gradiente de concentración de vacancias entre el interior y los límites de grano (que puede ser generado por enfriamiento ó por deformación plástica [41,179]). Entonces el enriquecimiento de boro en los límites de grano ocurre por la difusión de los complejos de boro átomo-vacancia hacia los límites de grano (sumideros). Sin embargo, una vez que el flujo de vacancias cesa, ocurre la difusión inversa desde los límites de grano hacia el interior del grano de los átomos de boro. El grado de la segregación de no-equilibrio depende de la concentración de complejos soluto-vacancia y el tiempo de difusión disponible durante el enfriamiento o el recocido isotérmico [183].

1.15 Formación de precipitados.

Cuando se excede el límite de solubilidad de un material al agregar en exceso la cantidad del elemento aleante, se produce una aleación de dos fases. El límite entre las dos fases es una superficie en la cual el arreglo atómico no es perfecto. En los metales, este límite interfiere con el deslizamiento de las dislocaciones y produce un endurecimiento en el material. El término general para nombrar el endurecimiento debido a la introducción de una segunda fase es endurecimiento por precipitación ó dispersión [184]. En cualquier aleación endurecida por precipitación debe estar presente más de una fase. La fase continua, que por lo general está presente en mayor cantidad, se

denomina matriz. La segunda fase, presente por lo general en cantidades menores, es el precipitado. En algunos casos se forman dos fases simultáneamente, y a esta mezcla íntima de las fases se le denomina microconstituyente. No puede producirse precipitación hasta que comienza la nucleación, pero una vez iniciada ésta puede continuar simultáneamente con el crecimiento de las partículas ya formadas [185]. En el progreso de la precipitación a una temperatura dada, la cantidad de precipitado, en porcentaje máximo, se grafica en función del tiempo. Para la escala del tiempo se utilizan unidades logarítmicas debido a que las reacciones espontáneas de esta naturaleza comienzan rápidamente y terminan con lentitud. Por lo general, la precipitación no comienza de inmediato, sino que requiere de un tiempo determinado t_0 antes de ser detectable. Este intervalo de tiempo es llamado periodo de incubación y representa el tiempo necesario para formar núcleos estables y visibles. Debe esperarse que la precipitación termine muy lentamente en vista de la pérdida continúa de soluto desde la solución. Las velocidades a las que se produce la precipitación varían con la temperatura. A temperaturas bajas, se requieren tiempos más largos para completar la precipitación debido a que la velocidad de difusión es muy baja. Aquí, la velocidad de la reacción es controlada por la velocidad a la que pueden emigrar los átomos. La velocidad de precipitación es muy baja también a temperaturas justamente por debajo de la línea de solubilidad [185]. En este caso, la solución sólo está un poco sobresaturada y la disminución de la energía libre resultante de la precipitación es muy pequeña. En consecuencia, la nucleación es lenta y la precipitación es controlada por la velocidad a la cual se forman los núcleos. Las elevadas velocidades de difusión que existen a estas temperaturas pueden hacer poco si no se forman los núcleos. A temperaturas intermedias entre los dos extremos antes mencionados, la velocidad de precipitación aumenta a un máximo, así que el tiempo para completar la precipitación es muy corto. En esta zona, la combinación de las velocidades de difusión y nucleación moderadas, forman una precipitación rápida.

1.15.1 Nucleación de precipitados.

La manera en que se forman los núcleos y comienzan a crecer durante la precipitación es un asunto de gran interés. Sin embargo, es muy complicado y difícil de resolver en aleaciones comerciales específicamente importantes. En muchos casos la fase del precipitado no se origina en su estructura final, sino que puede formar cierto número de estructuras cristalinas intermedias antes de que se produzca el precipitado final estable. Una partícula de precipitado puede ser nucleada en

dos modos básicos. Se puede formar en defectos reticulares internos tales como: dislocaciones, nudos de dislocación (intersección de dos o más dislocaciones), partículas de impureza, o discontinuidades en los límites de grano. Este proceso se conoce como nucleación heterogénea, en donde la formación de una partícula de segunda fase se facilita por los defectos reticulares [186]. La nucleación homogénea, por otra parte, es la formación espontánea de núcleos a través de las fluctuaciones de composición de soluto. Aquí los átomos de soluto se agrupan en la red de la matriz y comienza el crecimiento de una partícula de segunda fase en el que de otra forma sería un cristal perfecto. El radio r_0 es conocido como el radio crítico. Por debajo de este valor, una partícula baja su energía libre disminuyendo su tamaño, lo que significa que las partículas con radios menores a r_0 tienden a disolverse y regresar a la solución. Por otra parte, las partículas con radios mayores a r_0 experimentan una disminución en energía libre con el aumento en el radio. Por esta razón son estables y continuarán creciendo. La nucleación homogénea requiere que las fluctuaciones térmicas produzcan partículas lo suficientemente grandes para que excedan r_0 , de otra manera no se puede nuclear una segunda fase. Es costumbre llamar a un núcleo que sea de tamaño subcrítico ($r < r_0$) un embrión. A temperaturas justamente debajo de la línea de solubilidad, r_0 es muy grande. Por tanto, la velocidad de nucleación homogénea es muy pequeña a esta temperatura. Según se baja la temperatura, disminuye rápidamente el tamaño del radio crítico así como la energía necesaria para formar un embrión crítico [187].

1.15.2 Partículas de segunda fase.

Las partículas de segunda fase son aquellas que se encuentran dispersas en la matriz como consecuencia de la precipitación. El efecto endurecedor de éstas depende de que se trate de agregados masivos o partículas dispersas, y en este último caso de su deformabilidad. Sin embargo, cabe mencionar que existen partículas deformables y no deformables, las cuales, se describen enseguida:

- Partículas deformables: Las partículas deformables, tales como los precipitados coherentes pueden ser cortados por dislocaciones. En estos procesos se produce el endurecimiento debido a la energía necesaria para que la dislocación corte a los precipitados [188].
- Partículas no deformables: En materiales que contienen partículas no deformables, por ejemplo partículas de cobre (que no pueden ser cortadas por las dislocaciones), rige el mecanismo propuesto por Orowan [184] mostrado en la Figura 1.29.

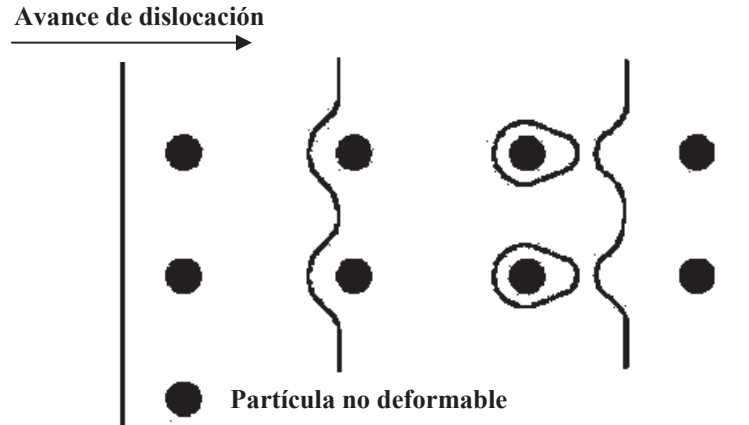


Figura 1.29. Interacción de dislocaciones con partículas no deformables [184].

Se requiere la formación de bucles de dislocaciones de diámetro igual a la distancia de separación entre partículas, por lo que el esfuerzo necesario para el movimiento de las dislocaciones resulta inversamente proporcional al interespaciado entre partículas (Figura 1.29). El endurecimiento por partículas de segunda fase (precipitados de Nb, Ti y V) es otro de los mecanismos ampliamente utilizados para aceros microaleados [185]. El empleo de la microaleación para mejorar la resistencia puede tener otros efectos, como producir un importante afinado del tamaño de grano y aumentar la tenacidad del acero.

1.15.3 Mecanismos de precipitación.

La disolución de carburos/nitruros a temperaturas elevadas, en el rango austenítico en aceros microaleados, ofrece una serie de opciones para la consiguiente reprecipitación a temperaturas más bajas [185]. Estas son:

1. Precipitación en austenita seguida de una reducción en temperatura, ya sea durante un enfriamiento lento, o durante un mantenimiento isotérmico en el rango austenítico.
2. Precipitación durante la transformación austenita-ferrita, donde la solubilidad disminuye de forma discontinúa en la frontera entre ambas fases.
3. Precipitación en ferrita como consecuencia de un enfriamiento acelerado.
4. Precipitación inducida por la deformación a la temperatura de austenización.

1.15.4 Precipitación en austenita.

La precipitación de carburos/nitruros de los distintos elementos microaleantes es lenta en la austenita recristalizada o no deformada, aunque se puede ver incrementada por efecto de la deformación. La intensidad de los precipitados está controlada por la cantidad de deformación acumulada, que determina la densidad de dislocaciones y su distribución, y por el grado de sobresaturación determinado por las relaciones de solubilidad-temperatura. Las dislocaciones, celdas de dislocaciones y fronteras de subgrano de alto ángulo generan gran cantidad de sitios para la precipitación, cuanto mayor sea la deformación, mas rápida será la precipitación. La presencia de precipitados no disueltos, consecuencia de una disolución parcial, acelerará la precipitación ya que estas partículas actúan como núcleos para la reprecipitación posterior [185]. Los efectos más importantes de la precipitación en austenita son:

- a) Retrasar la recristalización por la interacción con las dislocaciones y límites de grano.
- b) Inhibir el crecimiento de grano por anclaje de los límites.

1.15.5 Precipitación durante la descomposición de la austenita.

Se ha comprobado que esta precipitación tiene lugar de forma periódica en la intercara γ/α durante la transformación. Las partículas se forman en bandas paralelas a la intercara, siguiendo la dirección de la intercara incluso cuando ésta cambia abruptamente de dirección. Por tanto se observarán distribuciones de precipitados en líneas tal y como se muestra en el esquema de la Figura 1.30.

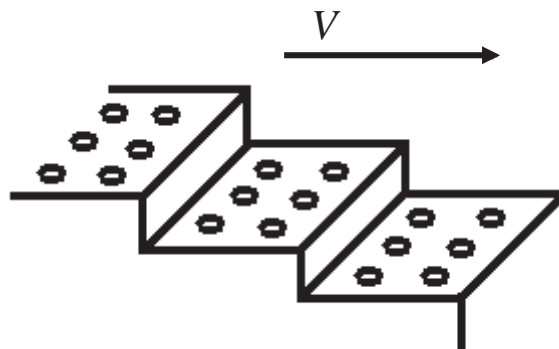


Figura 1.30. Esquema de la precipitación en la intercara durante la descomposición de la austenita [185].

Las distintas morfologías de carbonitruros que pueden tener lugar dependerán esencialmente de la temperatura de transformación. En general, los enfriamientos acelerados y la presencia de

microaleantes bajan la temperatura de transformación, lo que lleva a una distribución fina de precipitados con un espaciado pequeño entre las líneas [185]. El fenómeno de precipitación se complica más, algunas veces, por la aparición de la recristalización durante la formación del precipitado. Las partículas de precipitado no son siempre de forma esférica. Con frecuencia tienen una forma semejante a placas, e incluso acicular. En aceros microaleados, la precipitación de microaleantes ocurre en los límites de grano austeníticos, generando frecuentemente una zona que se llama zona libre de precipitados (ZLP), llevando así a la fragilización de estos límites en la fase simple de la región austenítica por una combinación de coalescencia de microhuecos y deslizamiento de límites de grano. Generalmente los huecos aparecen en inclusiones grandes, y entonces, progresivamente en partículas más pequeñas [189]. La formación de huecos tiene lugar en la precipitación de los aceros microaleados [Nb(C, N) y AlN] [190], por ejemplo, durante la etapa de enderezado del hilo de colada continua. Dichos precipitados en los límites de grano son sitios de nucleación de huecos en la interfase matriz-precipitado, y actúan como concentradores de esfuerzos. La distribución de tamaños de los precipitados está influenciada por su mecanismo de formación, puesto que se forman estática o dinámicamente durante la deformación. La precipitación estática puede ocurrir subsecuentemente en la estructura deformada a velocidades mucho mayores que en metales no deformados, y esto suele asociarse a la precipitación dinámica.

1.15.6 Precipitación dinámica.

Cuando la red cristalina de los metales está distorsionada por la aplicación de un esfuerzo, la solubilidad de los solutos disminuye y la precipitación de sus compuestos se presenta a temperaturas superiores a la temperatura crítica de la precipitación estática. Si la cinética de la precipitación lo permite, ésta ocurrirá durante la deformación plástica y entonces se conoce como precipitación dinámica [186]. La resistencia y la ductilidad del material dependen de la cantidad, el tamaño y la ubicación de los precipitados en la estructura del material. Si los precipitados son gruesos y se ubican en los límites de grano, la resistencia de la red cristalina será baja porque no habrá obstáculos para el movimiento de las dislocaciones o para la recristalización de nuevos granos. Por el contrario, si los precipitados son finos y distribuidos en toda la red cristalina, la resistencia mecánica del material será alta, la recristalización ocurrirá con dificultad y la ductilidad también será alta, dependiendo del esfuerzo máximo alcanzado, porque habrá menos sitios de nucleación de cavidades en los límites de grano

1.15.7 Influencia de la formación de precipitados en la ductilidad en caliente.

En el caso del deslizamiento de límites de grano en la austenita, la precipitación fina en los límites permite a las inclusiones unirse a las grietas [191]. En suma, ambos, precipitados e inclusiones, causan la formación de huecos extendiendo por este medio la longitud de la grieta. Éste es un gran problema para algunos procesos metalúrgicos, incluso desde la colada continua. Es claro que el efecto de precipitación en la ductilidad en caliente depende fuertemente en su distribución y localización de tamaño de grano [191]. Investigaciones sobre la influencia de precipitación estática y dinámica han llevado a la conclusión de que, para aceros conteniendo V y Al, los precipitados presentes antes de la deformación son más perjudiciales que aquellos formados durante la prueba. Algunos de los precipitados más peligrosos para la formación de grietas en un acero microaleado, son los nitruros [191]. A continuación se definen algunos:

- a) Nitruros de aluminio: El efecto preciso de los precipitados de AlN en la ductilidad en caliente depende de la composición química del acero.
- b) Precipitados de titanio: Los precipitados de TiN y ricos en TiN se forman a altas temperaturas (cerca de la de liquidus) y así tienden a ser granulares y distribuidos al azar.

Por lo tanto, parte del beneficio de la adición de Ti viene del refinamiento del tamaño de grano, pero en parte también surge de su habilidad para combinarse preferentemente con el N, previniendo la formación del precipitado más perjudicial AlN y reduciendo la cantidad de N disponible para formar Nb(C, N) [82]. El incremento en el nivel de N aumenta la cantidad de precipitados de Nb(C, N) y AlN. Los aceros con vanadio parecen poseer mejor ductilidad en caliente que los aceros con niobio. La tendencia actual es reducir los niveles de N a concentraciones de 0.003 %N [108].

1.15.8 Anclaje del límite de grano mediante partículas precipitadas.

La esencia del control del tamaño de grano es prevenir la migración de sus fronteras, lo que puede conseguirse mediante la segregación de soluto en el límite de grano, ya que introduce una fricción en el movimiento del límite (efecto relativamente pequeño), o bien mediante la presencia de partículas en la frontera que disminuyen el área del límite de grano y, por tanto, la energía total asociada a ésta. En este último efecto, una pequeña porción de área del límite desaparece cuando

ésta intercepta una partícula, (ver Figura 1.31). Si la partícula es esférica la situación de mínima energía se da cuando se intercepta de forma diametral la partícula.

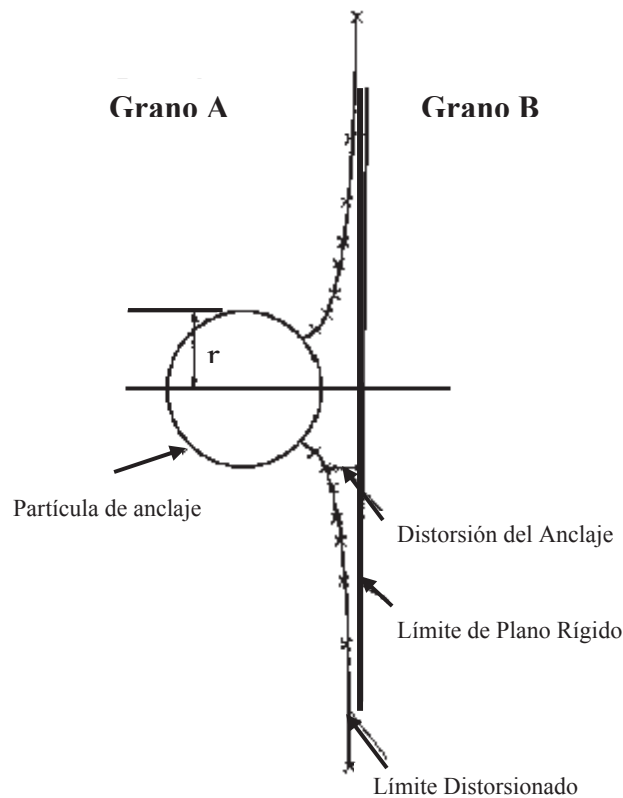


Figura 1.31. Anclaje de un límite de grano por una partícula de segunda fase [192].

A medida que la frontera, respondiendo a las fuerzas impulsoras que la hacen crecer, intenta moverse más allá de la partícula, la necesidad de crear una nueva área de frontera hace que se distorsione tal y como se muestra en la Figura 1.31. La distorsión que sufre respecto a su situación inicial, rígida y plana, disminuye inversamente proporcional a la distancia de la partícula. Se llegará a una situación en la que la frontera alcanza un aumento en área (en energía) que le permita desanclarse de la partícula. La nueva área generada por desanclarse de la partícula es suministrada por la disminución en distorsión. La mayor efectividad en el anclaje de los límites de grano se logra con una fracción volumétrica de partículas grande lo más finas posibles. Por tanto, el control de grano durante el precalentamiento estriba en la presencia de suficientes partículas finas de segunda fase. Para lograr controlar el tamaño de grano, la composición del acero debe ser elegida de tal forma que las partículas que van a anclar los límites de grano se formen a la temperatura más baja posible ya que esto dará como resultado un tamaño de partícula pequeño.

1.15.9 Interacción entre recristalización y precipitación.

Del estudio realizado por O. Kwon y A. J. DeArdo [193], se observó un gran retraso de la recristalización en los aceros con Nb cuando se forman precipitados. La aparición inicial de la recristalización y de la precipitación es localizada en la etapa rápida de su nucleación. La recristalización inicia predominantemente en los límites de grano de la austenita. Los límites son también sitios de nucleación preferencial para los precipitados. La naturaleza heterogénea de los procesos de nucleación para la recristalización y precipitación sugieren que el factor crítico, el cual determina el retraso de la recristalización, es el efecto local de anclaje de la precipitación. Las fuerzas de anclaje de la precipitación se incrementan en el inicio de la precipitación, mostrando un pico en la etapa intermedia, y finalmente disminuyen y son distribuidas más uniformemente. Concluyen que las cinéticas de precipitación en aceros con Nb con alto y bajo N son similares a 900°C. La precipitación comenzó en un rango de tiempo de 5 a 20 segundos y tomó lugar antes de comenzar la recristalización. A 1000°C, por otra parte, las cinéticas de precipitación en los aceros con Nb altos en N son mucho más rápidas que en los aceros con Nb bajos en N.

CAPÍTULO II

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

2.1 Fabricación de los aceros microaleados al boro.

Para la realización del presente trabajo de investigación, se diseñaron y fabricaron cuatro aceros de bajo contenido de carbono microaleados con cuatro cantidades diferentes de boro (29, 49, 62 y 105 ppm) en el laboratorio de fundición del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH, utilizando un horno de inducción de laboratorio con capacidad de carga máxima de 250 Kg. La composición química obtenida para estos aceros es mostrada en la Tabla 2.1. El análisis químico de los aceros, fue efectuado en los laboratorios METALTEST (USA). Como se puede observar en la Tabla 2.1, todos los porcentajes de los elementos que conforman el material bajo estudio son similares, excepto en el caso del elemento boro (B), que se adicionó en diferentes contenidos, de menor a mayor grado (29-105 ppm). Estos aceros fueron utilizados para la realización de tratamientos térmicos (normalizado y temple), ensayos de tracción y de compresión uniaxial en caliente ($T > 0.4T_f$).

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

Acero	C	Mn	Si	P	S	Al	V	B	N
B1	0.038	1.466	0.354	0.0152	0.0187	0.0029	0.0037	0.0029	0.0087
B2	0.042	1.469	0.342	0.0153	0.0191	0.0029	0.0040	0.0049	0.0078
B3	0.036	1.464	0.311	0.014	0.0159	0.0025	0.0039	0.0062	0.0080
B4	0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	0.0105	0.0084

2.2 Caracterización metalografica mediante microscopía óptica y microdureza en condición de colada.

Para estudiar el efecto de las adiciones de boro en el acero en condición de colada o solidificación, se caracterizaron metalográficamente los aceros microaleados al boro utilizando muestras de $1 \times 1 \times 0.5$ cm, previo desbaste burdo con lijas de SiC con diferentes grados (grit 320-1200) y pulido fino con pasta de diamante de alta concentración (6, 3 y 1 μm). La microestructura fue revelada mediante un ataque químico por inmersión [194] utilizando una solución de nital al 2% y observada en un banco metalográfico Nikon Epiphot 300. La fracción volumétrica de fases presentes fue calculada mediante análisis de imágenes. Además, se realizaron mediciones de Microdureza Vickers (Vickers Pyramid Hardness) utilizando una carga de 10 gramos en el laboratorio de ensayos mecánicos del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH.

2.3 Cálculo de los diagramas teóricos de transformación isotérmica y en enfriamiento continuo (TTT/CCT).

Para determinar el efecto de las adiciones de boro sobre la templabilidad del acero, se realizó el cálculo de los diagramas teóricos TTT/CCT (Tiempo Temperatura Transformación), mediante el programa comercial “TTT/CCT Prediction” desarrollado por el Dr. Sudarsanam Suresh Babu de Oak Ridge National Laboratory [195]. En este programa se introdujeron los valores de la composición química de los cuatro aceros microaleados al boro en estudio y posteriormente el programa mediante la utilización de bases de datos existentes y de redes neuronales predijo los diagramas teóricos TTT para cada acero.

2.4 Tratamientos térmicos.

2.4.1 Normalizado.

Para el tratamiento térmico de normalizado de los cuatro aceros microaleados al boro, se empleo una temperatura de austenización de 960°C y un tiempo de permanencia de 30 minutos, tal y como se muestra en el ciclo térmico de la Figura 2.1. La temperatura crítica de transformación de los aceros microaleados al boro fue calculada con ayuda de un programa comercial desarrollado por N. Yurioka [196]. El calentamiento se realizó en un horno de laboratorio tipo mufla capaz de alcanzar y mantener 1200°C . Posteriormente, las muestras en condición de normalizado fueron examinadas mediante microscopia óptica.

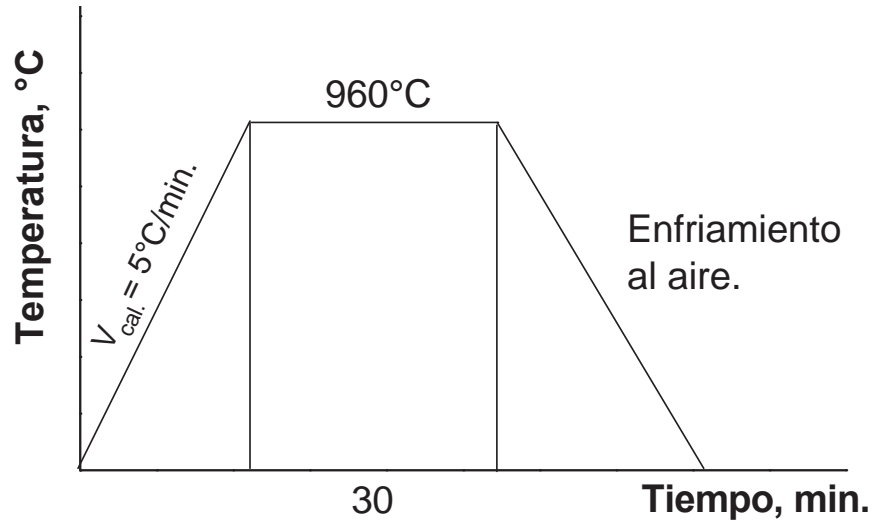


Figura 2.1. Ciclo térmico de normalizado.

2.4.2 Temple en agua.

El ciclo térmico de temple fue llevado a cabo tal y como se presenta en la Figura 2.2. Se utilizaron muestras del acero con el mayor y menor contenido de boro (105 y 29 ppm de B), temperatura de austenización de 1100°C y tres tiempos de permanencia (15, 75 y 150 minutos). El calentamiento se realizó en el mismo horno empleado para el tratamiento térmico de normalizado. Terminada la etapa de austenización se procedió a un enfriamiento directo en agua hasta temperatura ambiente. Una vez efectuado el tratamiento térmico de temple se realizó la caracterización metalográfica y mediciones de microdureza Vickers de igual forma que en las muestras en condición de normalizado. La microestructura fue revelada mediante un ataque químico por inmersión utilizando una solución de nital al 2%.

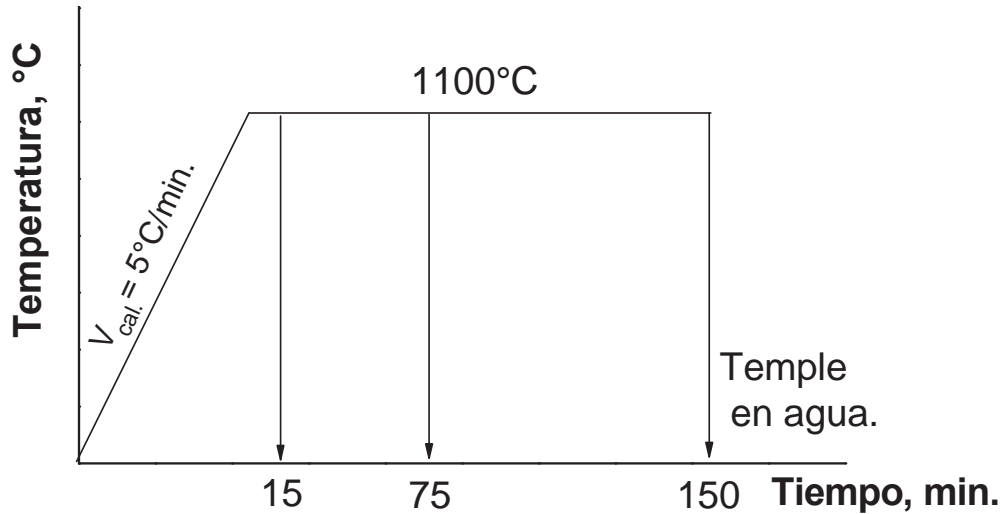


Figura 2.2. Ciclo térmico de temple en agua.

2.5 Determinación del tamaño de grano austenítico en condición de temple en agua.

La determinación del tamaño de grano austenítico se efectuó por medio de microscopía óptica. Para revelar el límite del grano austenítico, las muestras en condición de temple en agua se desbastaron, pulieron y se atacaron químicamente por inmersión, utilizando una solución saturada de ácido pícrico a temperatura ambiente. Para medir el tamaño de grano austenítico, se llevó a cabo un análisis de imágenes con la ayuda del software Sigma Scan Pro 5 ®. De igual forma, se calculó el área de cada grano y midió el diámetro promedio equivalente, obteniéndose las correspondientes distribuciones de tamaño de grano. Este método de determinación del tamaño de grano es evidentemente planimétrico y es equivalente a la clásica determinación por intersección de líneas [197,198].

2.6 Ensayos de tracción en caliente.

Con el objetivo de evaluar la ductilidad en caliente se optó por el ensayo de tracción en caliente, que es el más comúnmente utilizado para estos fines. Los ensayos de tracción se efectuaron, utilizando cuatro temperaturas (700 , 800 , 900 y 1000°C) diferentes, pero solo una velocidad de deformación verdadera constante de 0.001 s^{-1} . La velocidad de deformación utilizada (0.001 s^{-1}) es relativamente baja, porque a nivel industrial, el acero fluye lentamente. Una vez finalizados los ensayos, las probetas ensayadas fueron sometidas a análisis de fractografía. Los ensayos de tracción en caliente se llevaron a cabo utilizando el sistema de ensayos mecánicos a altas

temperaturas del departamento de “Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica” de la Universidad Politécnica de Cataluña-Barcelona-España (Figura 2.3).



Figura. 2.3. Sistema de ensayos mecánicos a altas temperaturas.

En este caso se utilizó una máquina electromecánica Instron 4507 con una celda de carga de 100kN. Un software, instalado en una computadora externa, encargada de registrar los datos y permitir realizar los ensayos a velocidad de deformación constante. La máquina Instron esta equipada con un horno de calentamiento por radiación y un sistema de mordazas especial para poder elevar y mantener la temperatura de la probeta.

2.6.1 Características del horno de calentamiento por radiación.

El horno, modelo E4 Quad Elliptical Heating Chamber, tiene una cámara de calentamiento con 4 reflectores elípticos que enfocan la energía suministrada por 4 lámparas IR alojadas en el interior. El filamento que se encuentra en el interior de las lámparas alcanza el 90% de su temperatura en 3 segundos. La energía infrarroja de alta densidad se concentra en un área cilíndrica

en el centro de la cámara. Además de un sistema de refrigeración se añadió un panel de control al que se conecta un termopar tipo K (Termopar PM 1820), que siempre está en contacto con la probeta y permite controlar la temperatura de los ensayos. Para facilitar el acceso a la cámara, la disposición de los reflectores permite su apertura lateral. De este modo se puede situar la probeta y las mordazas en la posición necesaria, así como extraer la probeta una vez finalizado el ensayo. Un esquema de este componente así como de sus dimensiones se representa en la Figura 2.4.

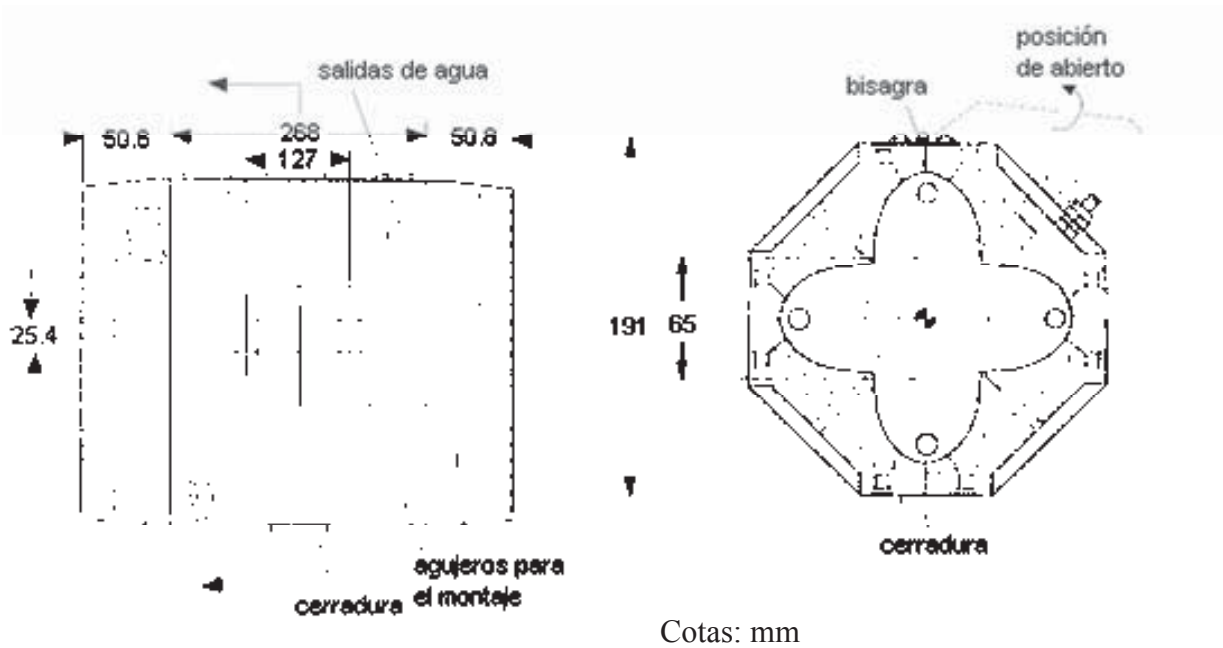


Figura 2.4. Geometría, dimensiones e imagen del horno de radiación.

2.6.2 Características de las mordazas de tracción.

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. En la Tabla 2.2, se dan los valores de dichas propiedades a 20°C y 1095°C [199]. Aquí se puede observar como a la temperatura mayor estos valores se mantienen relativamente altos. El problema del TZM 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.

Tabla. 2.2. Propiedades mecánicas del TZM [199].

Temperatura (°C)	Resistencia a la tracción (MPa)	Límite elástico (MPa)
20	965	860
1095	490	435

2.6.3 Probetas para ensayo de tracción en caliente.

El sistema de mordazas fue diseñado para ensayar probetas de 6 mm de diámetro y 30 mm de longitud cuya geometría y dimensiones se detallan en la Figura 2.5. Estas probetas están acorde con la Norma ASTM E 21-92 (“Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials”) [200,201].

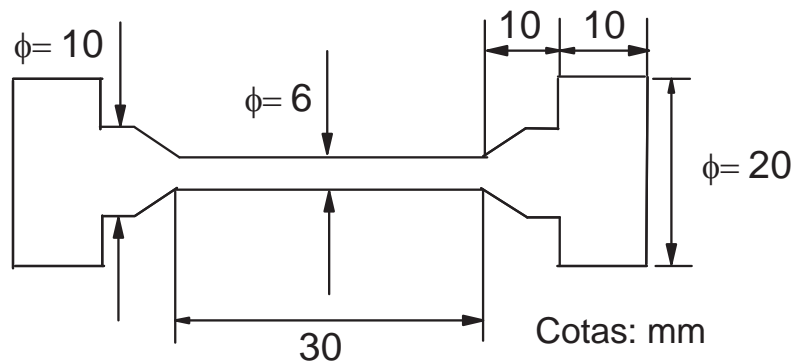


Figura 2.5. Geometría y dimensiones de las probetas de tracción en caliente.

2.6.4 Montaje del equipo para ensayos de tracción en caliente.

El montaje del equipo quedó instalado tal como se muestra en la Figura 2.6. La probeta fue colocada en las mordazas de tracción que se centraron sobre el eje longitudinal del horno de radiación. El sistema quedó protegido todo el tiempo del ensayo por un tubo de cuarzo a través del cual se hizo circular Ar, gas que también se utilizó para el temple de las probetas mediante su circulación a través de unos finos tubos capilares. Para medir la temperatura durante el ensayo el termopar se mantiene siempre en contacto con la superficie de la probeta.

De manera resumida el equipo utilizado presenta las siguientes características:

- ✓ Posibilidad de hacer ensayos de tracción en caliente a velocidad de deformación constante (hasta que aparezca estricción en la probeta).
- ✓ Trabajar en un intervalo de temperaturas de 500°C a 1100°C.
- ✓ Trabajar a velocidades de deformación constante de $0.3 \text{ s}^{-1} - 0.0001 \text{ s}^{-1}$.
- ✓ Mantener una atmósfera protegida con Argón.

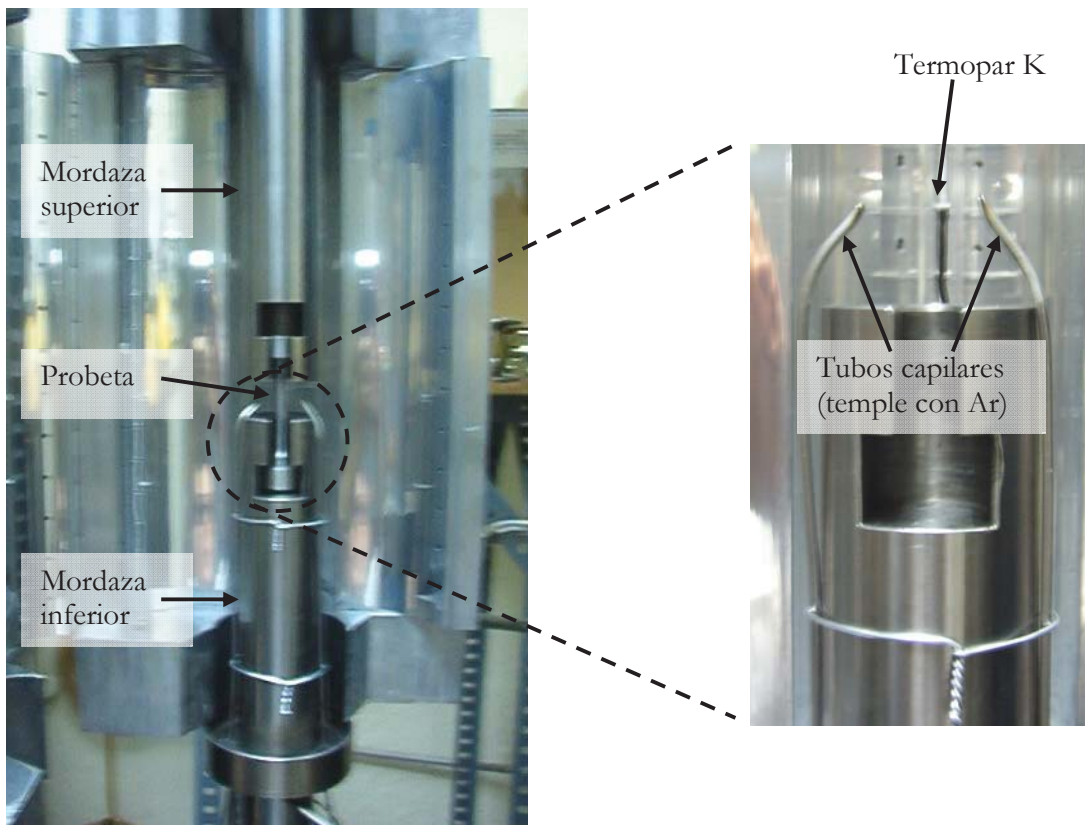


Figura 2.6. Montaje de las mordazas y del horno en la máquina Instron.

2.6.5 Ciclo térmico aplicado a las probetas de tracción.

En los ensayos llevados a cabo en el equipo descrito anteriormente, cada probeta fue sometida a un tratamiento de austenización para homogeneizar la estructura y mantener el mismo tamaño de grano inicial antes de ser ensayada. Dadas las características del sistema de ensayo el ciclo térmico al que se sometieron las probetas consistió en un calentamiento durante 15 minutos a 1100°C. Después, las probetas se enfriaron hasta la temperatura de ensayo a la que se mantuvieron durante 5 minutos. Este ciclo térmico se esquematiza en la Figura 2.7. Posteriormente las probetas se ensayaron a temperaturas de 700, 800, 900 y 1000°C y a una velocidad de deformación verdadera constante de 0.001 s⁻¹. Para los ensayos de tracción en caliente se utilizó un diseño de experimento factorial de 2² utilizando dos variables de entrada (temperatura y contenidos de boro) y dos variables de salida (esfuerzo y deformación) y como una constante la velocidad de deformación verdadera constante, se realizó un total de 16 ensayos.

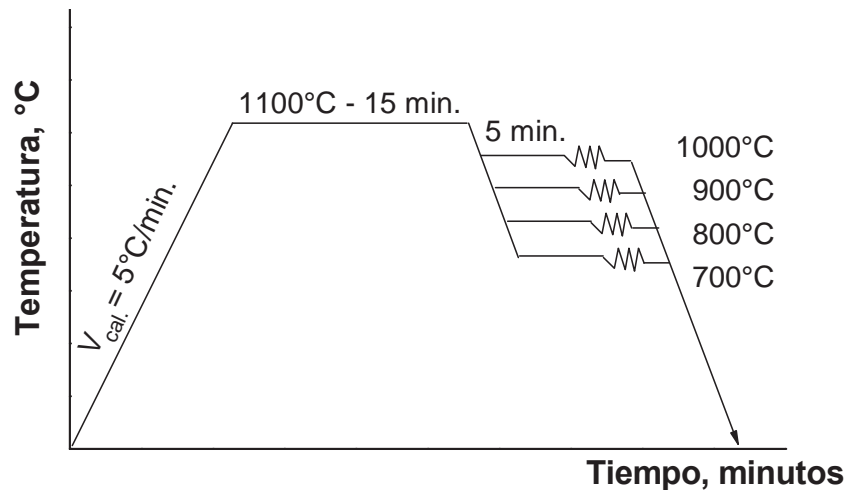


Figura 2.7. Ciclo térmico aplicado a las probetas de tracción.

Una vez realizados los ensayos de tracción en caliente, la reducción de área (%RA) de las probetas ensayadas hasta la rotura fue considerada como medida de la ductilidad. A partir del diámetro inicial de la probeta (ϕ_i) y del diámetro final (ϕ_f), la reducción de área se calculó como:

$$\%RA = \left(\frac{\phi_i^2 - \phi_f^2}{\phi_i^2} \right) \times 100 \quad (2.1)$$

2.6.6 Fractografía de las muestras ensayadas mediante el ensayo de tracción en caliente.

Para el estudio fractográfico de las probetas ensayadas a tracción, se utilizó microscopía electrónica de barrido (SEM), para lo cual las superficies de fractura, tras ser limpiadas en etanol por ultrasonido, se examinaron en un microscopio JEOL 6400, operando a un voltaje de aceleración de 15 kV.

2.7 Ensayos de compresión en caliente.

2.7.1 Probetas para ensayo de compresión en caliente.

Para obtener las curvas de fluencia en caliente y posteriormente las ecuaciones constitutivas, se efectuaron ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura ($T > 0.4T_f$), utilizando muestras cilíndricas de los aceros microaleados al boro. A partir del material en condición de colada se maquinaron probetas cilíndricas de 11 mm de altura por 7 mm de diámetro (Figura 2.8). Estas probetas están acorde con la norma ASTM E 8-00M [202].

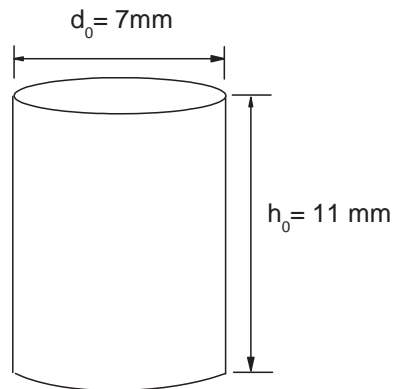


Figura 2.8. Geometría y dimensiones de las probetas de compresión en caliente.

2.7.2 Montaje del equipo para ensayos de compresión en caliente.

El montaje del equipo para los ensayos de compresión en caliente se muestra en la Figura 2.9. La probeta fue colocada en las mordazas de compresión centradas sobre el eje longitudinal del horno de radiación. El sistema quedó protegido por un tubo de cuarzo a través del cual se hizo circular Ar de alta pureza (99.99%), gas que también se utilizó para el temple de la probeta mediante

su circulación a través de unos finos tubos capilares. Para medir la temperatura durante el ensayo el termopar (Termopar PM 1820) se mantuvo siempre en contacto con la superficie de la probeta.



Figura 2.9. Montaje de las mordazas protegidas por un tubo de cuarzo, probeta y horno de radiación en la máquina Instron.

2.7.3 Ciclo térmico aplicado a las probetas de compresión.

En los ensayos de compresión en caliente cada probeta fue sometida a un tratamiento de austenización antes de ser ensayada con la finalidad de homogeneizar la microestructura y mantener el mismo tamaño de grano inicial. El ciclo térmico al que se sometieron las probetas consistió en un calentamiento durante 15 minutos a 1100°C, luego las probetas se enfriaron hasta la temperatura de ensayo a la que se mantuvieron durante 5 minutos. Este ciclo térmico se esquematiza en la Figura 2.10. Las probetas se ensayaron a temperaturas de 950, 1000, 1050 y 1100°C y velocidades de deformación verdadera constante de 0.1, 0.01 y 0.001 s⁻¹. Para los ensayos de compresión en caliente se utilizó un diseño de experimento factorial de 2³ utilizando tres variables de entrada (temperatura, contenidos de boro y velocidad de deformación verdadera constante) y dos variables de salida (esfuerzo y deformación), se realizó un total de 48 ensayos con su respectiva réplica.

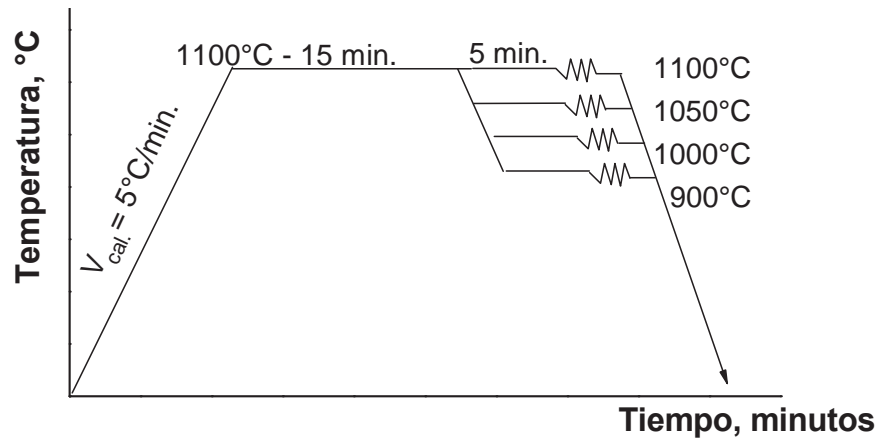


Figura 2.10. Ciclo térmico aplicado a las probetas de compresión.

2.7.4 Medición del tamaño de grano austenítico después de la compresión en caliente.

El tamaño de grano austenítico de los aceros microaleados al boro fue determinado mediante microscopía óptica y análisis de imágenes. Para el revelado de la microestructura de los aceros se empleó un reactivo a base de solución sobresaturada de ácido pícrico, jabón líquido (como humectante) y unas gotas de ácido clorhídrico. El ataque químico se efectuó a una temperatura de 60°C. Mediante este ataque se consiguió revelar la estructura austenítica. La medición del tamaño de grano austenítico se realizó con el software de análisis de imagen Sigma Scan Pro 5[®].

2.8 Modelización de curvas de fluencia.

El efecto del boro sobre el comportamiento a la fluencia en caliente fue evaluado por medio de un análisis comparativo de los parámetros característicos que rigen la deformación plástica en caliente, describiendo las ecuaciones constitutivas que predicen las curvas de fluencia experimentales. Las ecuaciones constitutivas descritas en la parte de revisión bibliográfica fueron empleadas para este propósito.

2.8.1 Inicio de la recrystalización dinámica.

Para una descripción completa del mecanismo de recrystalización dinámica hay que determinar una ecuación cinética para la deformación crítica, ϵ_c , ó en este caso la deformación pico de recrystalización, ϵ_p . Esto es imprescindible para conocer a partir de que valor de deformación y en

que condiciones es necesario considerar que tiene lugar la recrystalización dinámica. Experimentalmente [28] ha sido observado que la deformación ε_p para el inicio de la recrystalización dinámica esta relacionada con el parámetro de Zener-Hollomon (Z) de la siguiente manera:

$$\varepsilon_p = K_\varepsilon \cdot d_o^{n_\varepsilon} \cdot Z^{m_\varepsilon} \quad (2.2)$$

donde K_ε , n_ε y m_ε son constantes del material, d_o es el tamaño de grano inicial y Z es el parámetro de Zener-Hollomon, que se define como:

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.3)$$

donde Q es la energía de activación y R es la constante universal de los gases. Si el tamaño de grano inicial se mantiene constante, como es el caso para el presente estudio, la ecuación (2.2) es simplificada a:

$$\varepsilon_p = K_1 \cdot Z^{m_\varepsilon} \quad (2.4)$$

A partir de las curvas experimentales de fluencia, se determinó la deformación asociada al valor máximo de esfuerzo, ó al primer máximo (en el caso de las curvas cíclicas). Dicha deformación (ε_p), en primera aproximación, se toma tradicionalmente como el inicio de recrystalización dinámica. Los datos obtenidos se ajustaron a la ecuación (2.4), y se determinó el valor de las constantes mediante mínimos cuadrados.

2.8.2 Determinación del exponente de Avramy, k , y del tiempo para la recrystalización de 50% de fracción de volumen, $t_{50\%}$.

El volumen de la fracción de la recrystalización dinámica sigue una relación exponencial del tipo Avrami [203]. A partir de representaciones doble logarítmicas de la ecuación (1.16) (ver

capítulo de revisión bibliográfica), se determinó el exponente k de la expresión de Avrami para cada ensayo. En relación al tiempo para el 50% de recristalización, $t_{50\%}$, se ha comprobado experimentalmente [204,205] que depende a su vez de las condiciones de deformación (T y $\dot{\varepsilon}$) y de la propia estructura ó tamaño de grano inicial d_o según la siguiente expresión:

$$t_{50\%} = K_t \cdot \dot{\varepsilon}^{m_t} \cdot d_o^{n_t} \cdot \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right) \quad (2.5)$$

donde K_t , m_t y n_t son constantes y Q_t es una energía de activación. Dicha expresión, de nuevo se simplifica en el caso de tamaño de grano inicial constante como es el caso de este estudio:

$$t_{50\%} = K_2 \cdot \dot{\varepsilon}^{m_t} \cdot \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right) \quad (2.6)$$

Para determinar estos parámetros en los aceros de este estudio, se calculó el tiempo necesario para el 50% de recristalización en cada ensayo como aquél correspondiente a la mitad del ablandamiento en la curva de fluencia desde el esfuerzo pico σ_p hasta el esfuerzo de estado estable σ_{ss} . A continuación dichos valores se ajustaron a la ecuación (2.6) mediante el método de mínimos cuadrados.

2.8.3 Determinación de la ecuación cinética para σ_p y σ_{ss} .

Respecto a la ecuación constitutiva para los esfuerzos pico (σ_p) y de estado estable (σ_{ss}), Cabrera y colaboradores [206] mostraron que la ecuación (2.7), puede explicar satisfactoriamente el efecto de temperatura y velocidad de deformación sobre el esfuerzo pico. En esta ecuación, los esfuerzos son normalizados por la dependencia del módulo de Young sobre la temperatura $E(T)$, y las velocidades de deformación por el coeficiente de autodifusión $D_{sd}(T)$:

$$\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)} = A \left(\sinh \frac{\alpha \cdot \sigma}{E(T)} \right)^5 \quad (2.7)$$

El exponente de “creep” n puede igualarse a 5 [206-209] cuando la deformación está controlada por el deslizamiento y escalada de dislocaciones a través de la matriz como es de esperar en el caso de este estudio, y por lo tanto sólo son necesarios dos parámetros para la definición de la ecuación cinética, esto es A y α . Si otro mecanismo estuviera actuando ó interfiriendo con el proceso de deformación (como precipitación de segundas fases), se deberán de utilizar valores del exponente n más grandes. El coeficiente de autodifusión [115] es definido como: $D(T) = D_o \exp\left(\frac{-Q_{sd}}{RT}\right)$, asumiendo una energía de activación de 270 kJ/mol para γ -Fe. Ha sido demostrado [207-209] que el valor de autodifusión es valido también para aceros microaleados. El ajuste de los valores experimentales del esfuerzo pico para cada acero y condición de ensayo a la ecuación (2.7), se hizo por el método de mínimos cuadrados.

2.8.4 Modelización de la etapa de endurecimiento y restauración dinámica.

Los términos responsables del endurecimiento por deformación, $(\alpha'\mu b)^2U$, y ablandamiento por restauración dinámica, Ω , de las ecuaciones (1.12) y (2.8) se determinaron para cada ensayo de compresión en caliente mediante el método de mínimos cuadrados. A tal efecto sólo se consideró la curva de fluencia hasta la deformación ϵ_p de inicio de recristalización dinámica. La ecuación (2.8) relaciona directamente los parámetros de endurecimiento por deformación $(\alpha'\mu b)^2U$ y ablandamiento por restauración dinámica, Ω , con el esfuerzo de fluencia de la siguiente manera:

$$\sigma_s = \alpha'\mu b\sqrt{U/\Omega} \quad (2.8)$$

donde σ_s es el esfuerzo de saturación en la curva de fluencia en ausencia de la recristalización dinámica, siendo igual a σ_{ss} en el caso de ablandamiento únicamente por restauración dinámica, y muy cercana a σ_p cuando además existe recristalización dinámica. Según Estrin y Mecking [157], el parámetro del endurecimiento por deformación $(\alpha'\mu b)^2U$ debería considerarse constante ya que está relacionado con el camino libre medio de las dislocaciones, el cual puede estar geoméricamente impuesto por la presencia de partículas de segunda fase, límites de grano y dislocaciones. La dependencia del parámetro de endurecimiento, U , puede explicarse por la siguiente relación:

$$(\alpha'b)^2 U = K_U \cdot Z^{m_U} \quad (2.9)$$

donde Z es el parámetro de Zener-Hollomon, K_U y m_U son constantes que dependen del material en cuestión. Los resultados experimentales del presente estudio fueron ajustados a la ecuación anterior.

Por otro lado, algunos autores [209-211] han propuesto la siguiente expresión para relacionar el término de ablandamiento por restauración dinámica, Ω , con respecto al parámetro de Zener-Hollomon:

$$\Omega = K_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \quad (2.10)$$

donde K_{Ω} y m_{Ω} son constantes que dependen del material considerado. Los resultados del presente estudio fueron ajustados a la ecuación (2.10) mediante mínimos cuadrados.

2.8.5 Modelización final de las curvas de fluencia.

Con todos los parámetros que gobiernan el comportamiento de la deformación en caliente ya calculados, a partir de los resultados de compresión en caliente experimentales se obtuvieron las curvas teóricas de fluencia para los cuatro aceros microaleados al boro. La modelización completa de las curvas de fluencia obtenidas experimentalmente se consiguió sumando todas las ecuaciones constitutivas, que para cada parámetro obtenido predijeron un valor teórico según la temperatura y la velocidad de deformación empleada, que al final permitió calcular el esfuerzo de fluencia para cada valor de deformación. No obstante la deformación de pico marca la diferencia en la parte de la curva donde se presenta la recrystalización dinámica y la parte de endurecimiento y restauración dinámica. Cabe mencionar que el modelo desarrollado no incluyó el efecto de múltiple pico.

2.9 Determinación de las condiciones críticas asociadas con el inicio de la recrystalización dinámica.

Para determinar las condiciones críticas para el inicio de la recrystalización dinámica de una manera más exacta, la deformación crítica de los aceros microaleados al boro asociada con el inicio de la recrystalización dinámica fue calculada mediante el método desarrollado por Poliak y Jonas

[32,36,37]. La deformación crítica, de pico y de estado estable para el inicio y fin de la recristalización dinámica fue determinada empleando los datos de las curvas de fluencia esfuerzo verdadero versus deformación verdadera experimentales. La derivada del esfuerzo verdadero con respecto a la deformación verdadera en la región de deformación plástica conocida como velocidad de endurecimiento por deformación (θ) fue calculada para cada una de las curvas experimentales de fluencia de los cuatro acero microaleados con boro. Cuando esta velocidad de endurecimiento por deformación es graficada con respecto al esfuerzo verdadero, el punto de inflexión (correspondiente al punto con valor absoluto de pendiente máximo) representa el inicio de la recristalización dinámica. Esta técnica requiere de la derivación de las curvas experimentales de fluencia en caliente de esfuerzo versus deformación. La variación en la derivada del esfuerzo verdadero puede ser varios órdenes de magnitud más grande que el valor promedio. Para resolver este problema, se llevó a cabo una suavización de las curvas esfuerzo-deformación modelando solo la región de interés (la región de deformación plástica que abarca el esfuerzo pico) mediante el método de “Fast Fourier Transformation Filter Smoothing” utilizando el programa comercial OriginPro 7.5 ®. El cálculo de la velocidad de endurecimiento por deformación, requiere así mismo una derivación numérica de la curva de fluencia inicial. Tal derivación usualmente resulta en un substancial ruido en los valores de θ , amplificado por la entrada de ruido de la celda de carga de la máquina de ensayos durante la deformación, aunado a una derivación doble $|\partial\theta/\partial\sigma|$ para obtener los valores del esfuerzo crítico. Este ruido fue eliminado mediante un filtro, aplicando nuevamente una suavización mediante el método de “FFT Filter Smoothing” a las curvas de fluencia ya suavizadas previamente. Una vez que el esfuerzo crítico y de estado estable fue identificado en estas gráficas, éste fue usado para determinar la deformación crítica y de estado estable para todo el rango de temperaturas y velocidades de deformación verdaderas constantes utilizadas.

2.10 Técnica de extracción de precipitados por réplica de carbono.

La extracción en réplicas de carbono es una técnica no destructiva, y es muy útil cuando se requiere analizar un material por microscopia electrónica, un acero por ejemplo, y se desea conservar dicho material para análisis posteriores o pruebas que se le requieran hacer. El uso de películas de carbono en microscopía electrónica con sus bajas señales de fondo (ruido) y su relativamente buena conductividad eléctrica es bien conocido. Películas delgadas, generalmente entre 5 nm, son usadas en el TEM, mientras que un rango de 50 nm puede ser usado en el MEB para

aplicaciones tales como microanálisis de rayos-X. Para esto se usa un evaporador de alto vacío con electrodos de carbono para hacer dichos recubrimientos. El sistema emplea bajo voltaje y alta corriente entre los electrodos, de los cuales se extrae el carbono para hacer el depósito. Cuando se aplica corriente entre los electrodos, estos se queman rápidamente o se evapora el carbono como parte del proceso. Dicha evaporación lleva los átomos de carbono a depositarse sobre la muestra, gracias también a la acción del vacío, dando por resultado, películas de carbono. El espesor de la película de carbono dependerá principalmente del tiempo, la densidad de corriente y de la distancia que existe entre los electrodos y la muestra a recubrir [212]. Para el análisis de precipitados en este trabajo se utilizó la técnica de extracción por réplica de carbono. Para esto se prepararon muestras del acero microaleado con 105 ppm de boro en condición de temple, mediante el procedimiento convencional (desbaste burdo con lijas, pulido con pasta de diamante, y ataque con una solución de nital al 2% durante 30 seg.). La idea de utilizar la pasta de diamante es para cortar la matriz y dejar a los precipitados con mayor área expuesta, para que la película de carbono sea capaz de arrancar y llevarse consigo los precipitados al momento de separar la película de la muestra. Los depósitos de carbono se realizaron con la ayuda de un equipo de recubrimiento JEE-400 vacuum evaporator Jeol, con accesorio de evaporador de grafito. Dicho equipo se encuentra en el Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido.

En este caso las condiciones de operación para obtener un recubrimiento óptimo fueron:

- a) Limpieza del equipo y de la probeta (baño ultrasónico en agua destilada por 10 min.).
- b) Vacío de 50 militorrs o menor.
- c) Corriente de 40 ó 50 amperes.
- d) Arco eléctrico constante.
- e) Tamaño de punta de electrodo de 1 mm de diámetro y 4 mm de longitud.
- f) Electrodo de cara plana de 10 mm de longitud para asegurar la presión del resorte, para que alcance a recorrer toda la punta del electrodo la muestra sin que se corte el arco eléctrico.
- g) La altura entre el porta electrodos y la muestra, depende de la altura de la muestra.
- h) El tiempo del recubrimiento depende del espesor que se quiera obtener. En este caso 30 segundos generaron un buen recubrimiento.

Una vez hecho el depósito de carbono, se rayó la probeta con la ayuda de una navaja. El rayado fue en forma de cuadrícula, donde los cuadros fueron del mismo tamaño. Enseguida, se introdujo la probeta en un recipiente con nital al 15 %. El tiempo que tardó en desprenderse la película de carbono fue variable debido al espesor de la misma, pero para acelerar esta etapa, se agregaron unas gotas de HNO_3 hasta que la película empezó a desprenderse. Las películas desprendidas se tomaron con mucho cuidado, preferentemente de una orilla, para evitar que se partiera la película. Esta maniobra se hizo con la ayuda de unas pinzas con punta fina. Todas las películas extraídas, se montaron en las rejillas de Cu. Finalmente, las películas obtenidas fueron analizadas mediante microscopia electrónica de barrido (MEB).

2.11 Microscopia electrónica de barrido (MEB).

Una de las grandes ventajas del microscopio electrónico de barrido en relación con el microscopio óptico es la alta resolución, extensiva profundidad de campo y el gran campo de amplificaciones. Por las razones anteriores se empleó la técnica de microscopia electrónica de barrido (MEB) con el objetivo de analizar los precipitados presentes en los aceros microaleados al boro, en condición de colada y de temple en agua. Se utilizó un microscopio electrónico de barrido JEOL 6400 (de la “Universidad Politécnica de Cataluña”) operado a 15 kV acoplado con un espectrómetro de energía dispersiva (EDS) capaz de detectar elementos ligeros como el boro. Para determinar la composición química se realizó un análisis puntual con EDS, disminuyendo la energía a 10 kV para minimizar el error en el análisis de composición de los precipitados.

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1 Efecto del contenido de boro sobre la microestructura en condición de colada de los aceros microaleados al boro.

La Figura 3.1 presenta la microestructura ferrítica obtenida para los aceros microaleados al boro en condición de colada. En esta figura se nota claramente la presencia de estructuras típicas de colada, granos grandes y alargados sin deformación. Existe una notable diferencia en morfología de la fase ferrítica presente, notándose claramente que las adiciones de boro en el acero afectan principalmente la forma y tamaño del grano ferrítico. Estos resultados coinciden con investigaciones reportadas anteriormente [12,13,49,80,213-215], referentes a que pequeñas adiciones de boro en los aceros producen una gran influencia en la cinética de transformación de austenita a ferrita y el inicio de la transformación de austenita a ferrita alotriomórfica es retardada en función de la concentración del boro en solución sólida en la austenita. La ferrita alotriomórfica es formada principalmente a lo largo de los límites de grano de la austenita, mientras que la ferrita Widmstätten se encuentra en forma de placas dentro del grano austenítico previo. En este caso, las adiciones de boro inhiben la formación de la ferrita Widmstätten y promueven la formación de la ferrita acicular. Como la nucleación de la ferrita se da preferencialmente en sitios como los límites de grano de la austenita, cuando el boro segrega hacia estos sitios retarda la formación de la ferrita. De acuerdo con los resultados de J.W. Park y colaboradores [216] se sabe que el exceso de boro en los límites de grano de la austenita suprime la nucleación en este caso de la ferrita en los límites de grano, promoviendo la formación de granos finos de ferrita intergranular. En los aceros con bajos niveles de boro (29 y 49 ppm) predomina la ferrita alotriomórfica y la ferrita Widmstätten [ver Figura 3.1 (a) y (b)]. Entre mayor es el contenido de boro presente en el acero desaparece la ferrita Widmstätten y hay muy poca o casi nada ferrita alotriomórfica. Por otro lado, la presencia de ferrita acicular aumenta con el contenido de boro como es el caso de los aceros con 62 y 105 ppm de B [ver Figura 3.1 (c) y (d)].

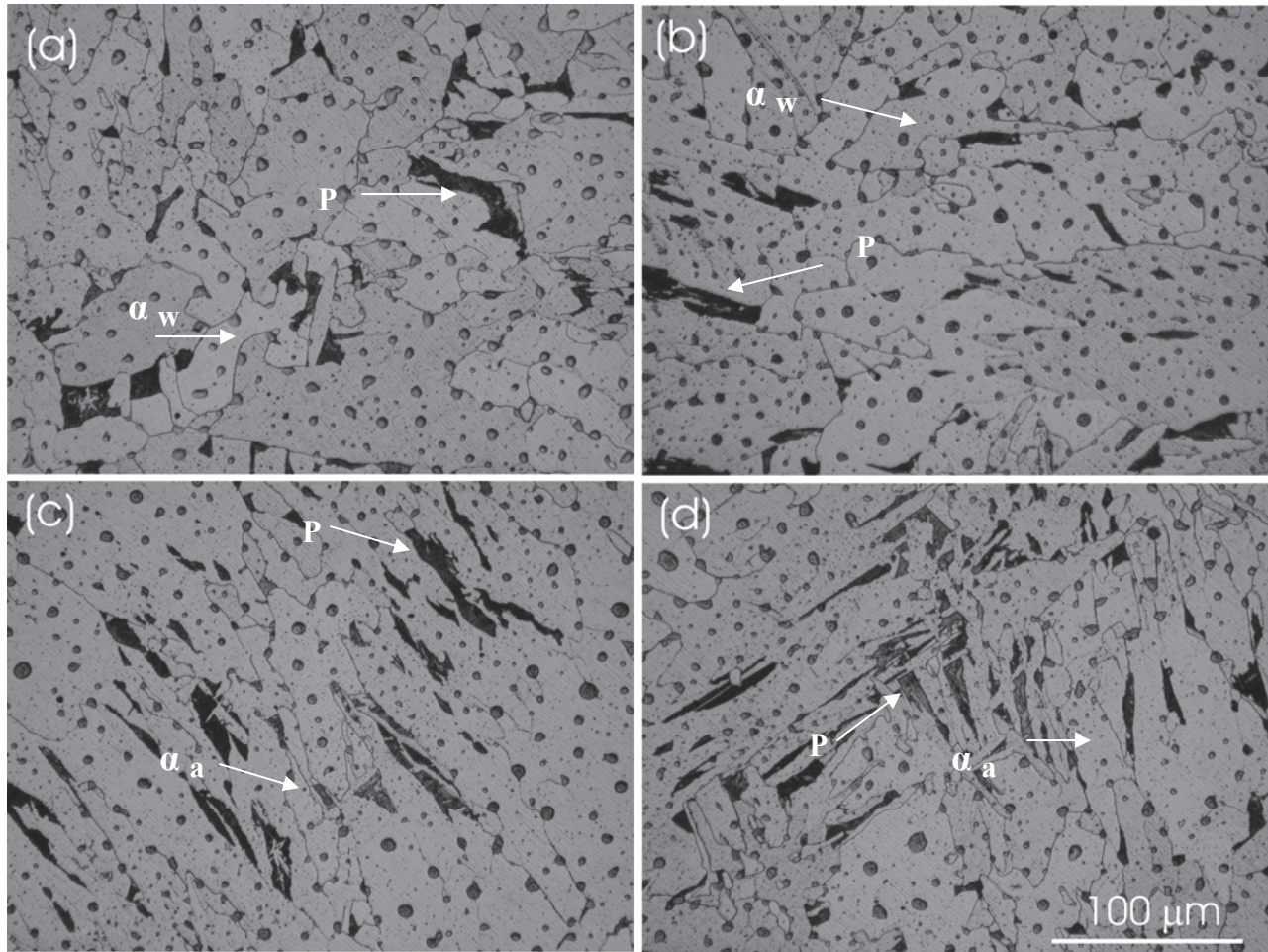


Figura 3.1. Aceros microaleados al boro en condición de colada; P= perlita, α_w = ferrita alotriomórfica y α_a = ferrita acicular, (a) 29 ppm de B, (b) 49 ppm de B, (c) 62 ppm de B, (d) 105 ppm de B.

Las diferencias observadas en la forma del grano ferrítico se atribuyen a la lenta descomposición cinética de la austenita en los aceros con altos contenidos de boro [70,217]. De igual forma, el boro forma un tipo de solución sólida intersticial a lo largo de los límites de grano, reduciendo la energía de transformación de austenita a ferrita. En la Figura 3.1, se observan partículas grandes, presentes en condiciones de colada (producto de la solidificación) para los cuatro aceros microaleados al boro. El resultado del análisis puntual realizado a estas partículas a más altos aumentos mediante microscopia electrónica de barrido muestra que son precipitados de aproximadamente 1 μm de diámetro promedio (ver Figura. 3.2) y su EDS característico indica que en su mayoría están compuestos de N y B. En este sentido, K. Yamamoto y colaboradores [213] encontraron que los BN tienen una fuerte tendencia a precipitar preferencialmente sobre los MnS. Este tipo de precipitados ya han sido reportados anteriormente por varios investigadores y los

atribuyen a que el boro no disuelto en la austenita puede formar compuestos con el N, O, Fe y C, y a la segregación del boro durante el proceso de solidificación dando lugar a la formación de otras fases precipitadas como son el $M_{23}(B,C)_6$, Fe_2B y $M_3(B,C)$ en el interior y a lo largo de los límites de grano de la austenita, reduciendo la energía local y retardando la nucleación y formación de la ferrita, la cual puede ser suprimida fácilmente mediante el temple [218]. El incremento en la templabilidad es debido también a la alta afinidad del boro por los defectos de la red (especialmente los límites de grano), la reducción de la difusividad del Fe y C en los límites de grano, así como la reducción del volumen libre en los límites de grano o por el efecto de bloqueo de pequeños borocarburos $Fe_{23}(B,C)_6$ sobre el crecimiento del grano ferrítico.

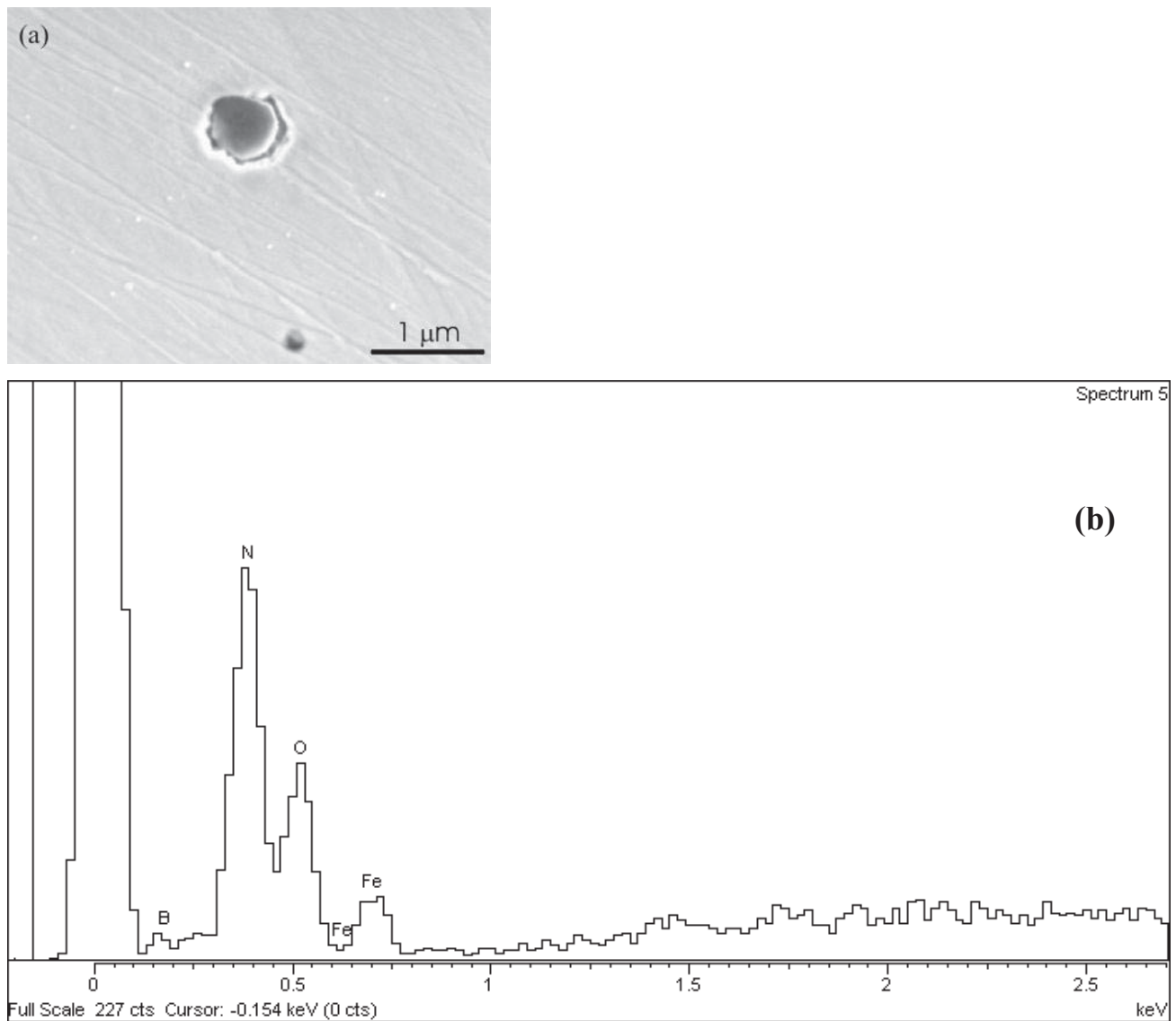


Figura 3.2. Precipitados presentes en condición de colada en el acero microaleado al boro con 105 ppm (a), con su respectivo EDS (b).

En la Tabla. 3.1 se reportan los valores de microdurezas y el cálculo de las fases presentes de los aceros microaleados al boro en condición de colada. Las durezas obtenidas van desde 138 hasta 177 HV. Para el acero B4 se obtuvo la dureza mayor (177 HV) mientras que para el acero B1 se obtuvo la dureza menor (138 HV). Las durezas varían en función del contenido de boro. El valor de dureza alcanzado por el acero B4 concuerda con el tipo de ferrita acicular presentada en su microestructura (ver Figura 3.1-d). Por otro lado, es bien sabido [80] que la adición de una pequeña cantidad de boro (5 a 30 ppm) incrementa notablemente la dureza de los aceros de baja aleación.

Tabla 3.1. Porcentaje de fases presentes y microdurezas de los aceros microaleados al boro en condición de colada.

Aceros	% de fases presentes		Dureza Vickers (HV)
	Ferrita	Perlita	
B1= 29 ppm de B	98.0	2.0	138 ± 3.6
B2= 49 ppm de B	97.7	2.3	146 ± 4.1
B3= 62 ppm de B	97.5	2.5	169 ± 4.1
B4=105 ppm de B	96.0	4.0	177 ± 5.4

En la Figura. 3.3, se encuentra graficado el porcentaje de fases presentes (ferrita-perlita) en los aceros microaleados al boro como una función del contenido de boro. En esta grafica se puede observar claramente que cuando el contenido de boro es incrementado la fracción del volumen de la perlita es aumentada ligeramente. Es bien sabido [213] que el boro tiene una solubilidad muy pequeña y una gran velocidad de difusión en el Fe, y por eso puede segregarse fácilmente hacia los límites de grano de la austenita. Los diferentes tipos de segregación del boro tienen una gran influencia sobre la evolución y comportamiento de la microestructura de los aceros de bajo contenido de carbono durante el proceso de solidificación y tratamiento térmico de temple[80]. H.J. Jun y colaboradores [219] encontraron que pequeñas adiciones de boro (15 ppm) a un acero de bajo contenido de carbono (0.05 %) redujeron efectivamente la formación de la ferrita poligonal, aumentando la nucleación de la ferrita acicular y perlita aumentando la región de velocidad de enfriamiento para la posterior formación de la bainita y martensita mediante temple lo cual concuerda con los resultados obtenidos aquí.

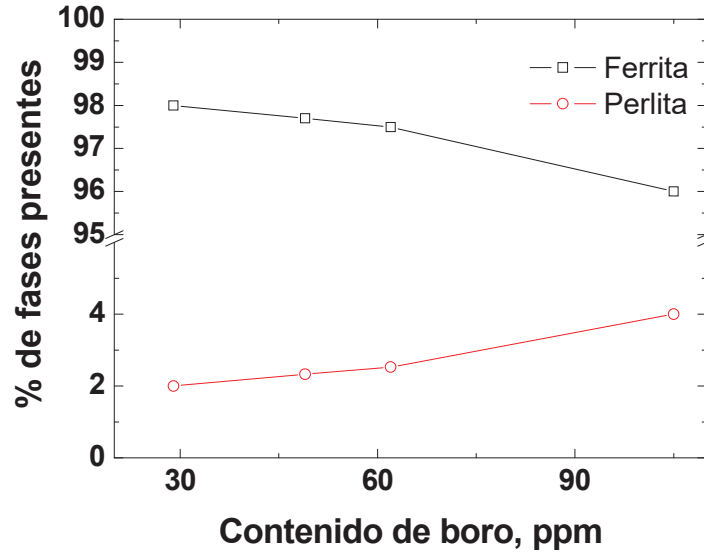


Figura 3.3. Porcentaje de fases presentes (ferrita-perlita) en los aceros microaleados al boro como una función del contenido de boro.

3.2 Diagramas teóricos de transformación y con enfriamiento continuo (TTT /CCT).

En las Figuras 3.4-3.8, se muestran los diagramas teóricos tiempo temperatura transformación (TTT). En estos diagramas se ve claramente el efecto del contenido de boro al desplazar significativamente hacia la derecha la nariz de la curva del diagrama de transformación TTT, aumentando considerablemente la templabilidad del acero. Este desplazamiento de la nariz de la curva de transformación TTT puede ser observado mejor al comparar el diagrama de la Figura 3.4 con la Figura 3.5. Al hacer esta comparación nos damos cuenta que, es más fácil templar el acero con 29 ppm de B que el que no tiene boro, ya que se presenta un aumento sustancial del rango de estabilidad de la austenita metaestable, este efecto será confirmado más adelante con los resultados obtenidos en las microestructuras producto del tratamiento térmico del temple en agua. En este caso la segregación del boro hacia los límites de grano de la austenita/ferrita inhibe la nucleación de la ferrita debido a una fuerte interacción de los átomos de boro con los defectos de la red como son las dislocaciones y vacancias [220], esto produce un desplazamiento hacia la derecha de la curva de transformación de la ferrita promoviendo la formación de la bainita y martensita (ver Figura. 3.4 y 3.5). Sin embargo, al observar detalladamente las Figuras 3.5 a la 3.8 se puede ver que prácticamente no hay ningún efecto notorio sobre las graficas debido quizás a que el programa utilizado para el calculo solo funciona hasta un rango mayor de 30 ppm de B, que es el rango considerado en la literatura [80] al cual el boro presenta el efecto mayor sobre la templabilidad en el acero siendo desconocido hasta hoy el efecto con mayores ppm de B.

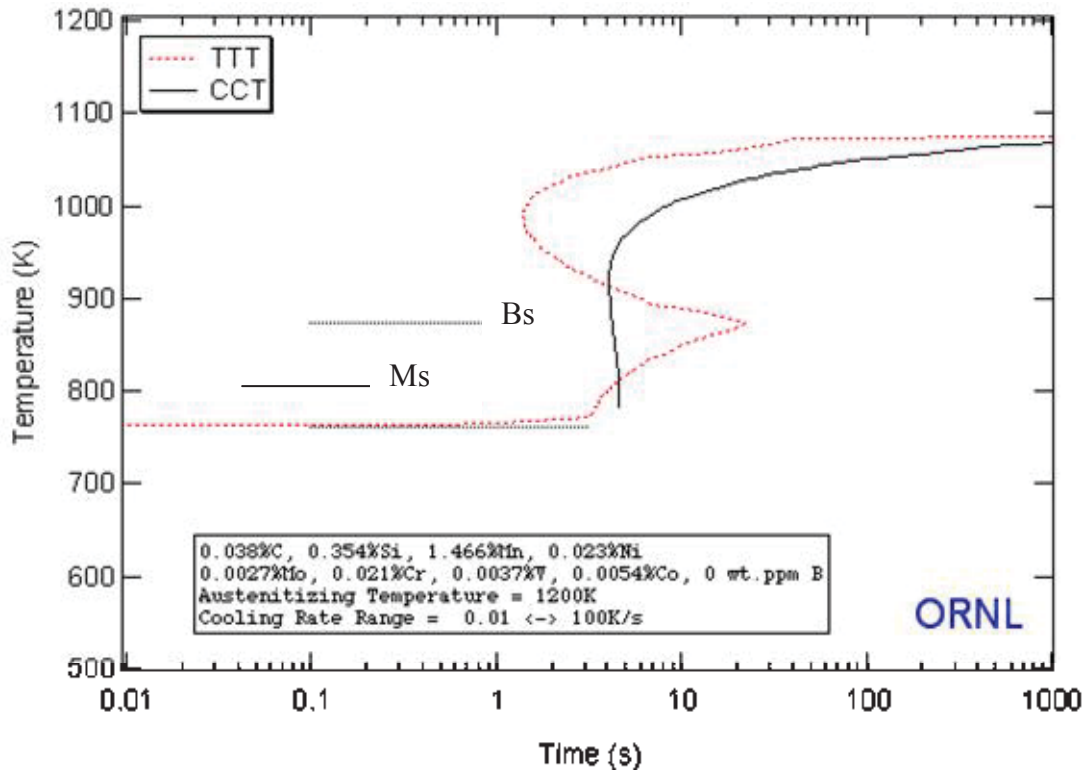


Figura 3.4. Diagrama teórico TTT/CCT del acero sin boro, Bs= Inicio de la transformación bainítica y Ms= Inicio de la transformación martensítica [11].

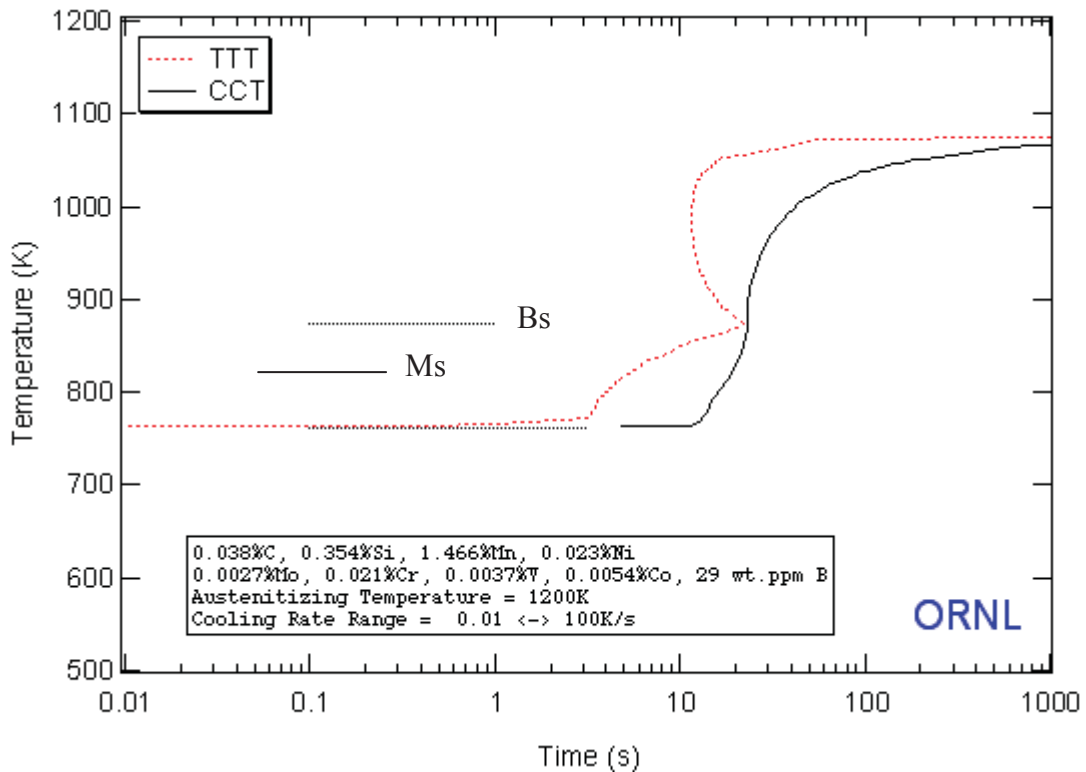


Figura 3.5. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 29 ppm de B.

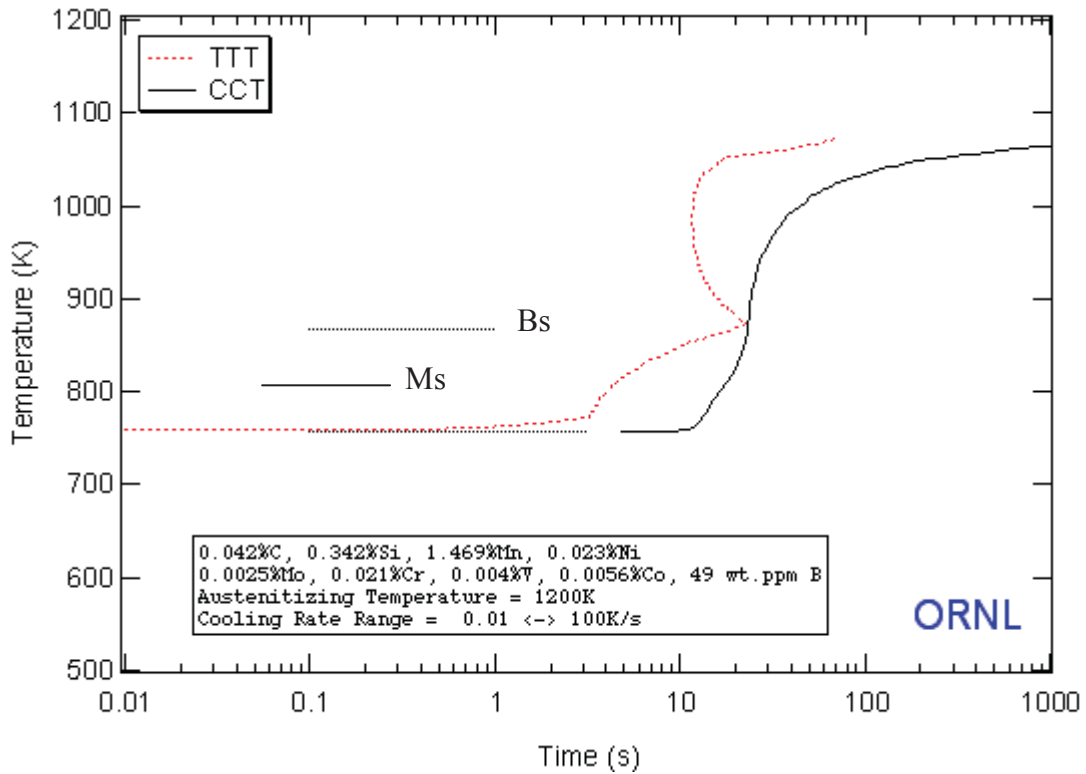


Figura 3.6. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 49 ppm de B.

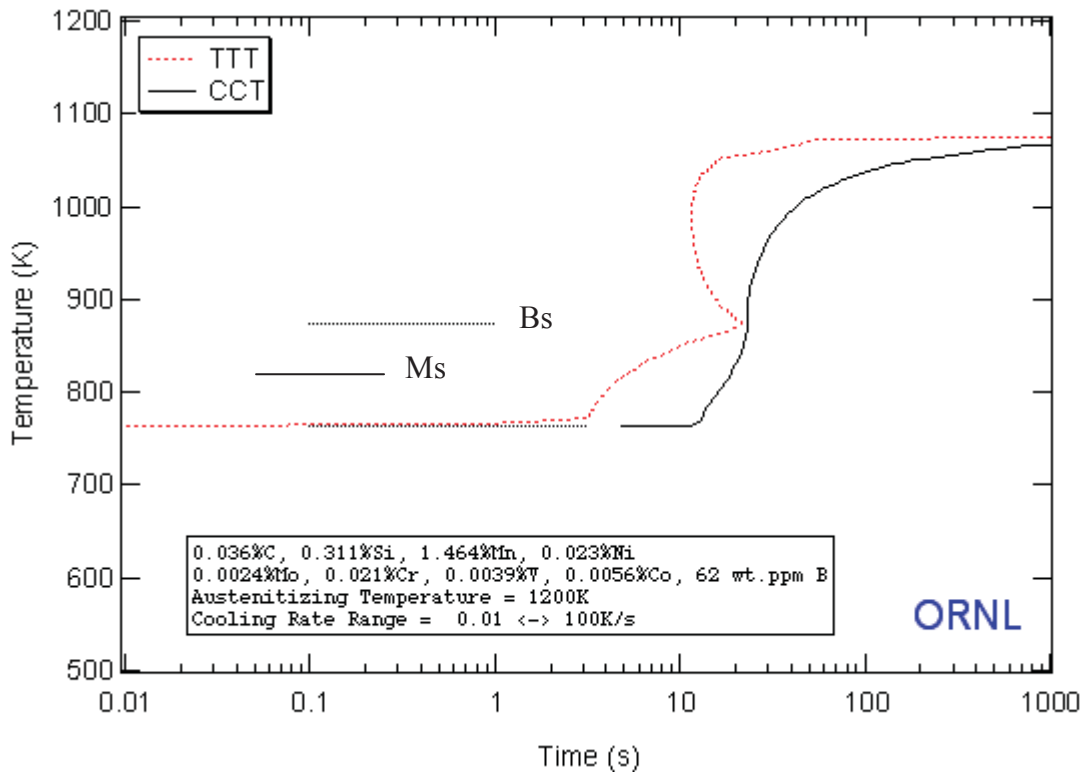


Figura 3.7. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 62 ppm de B.

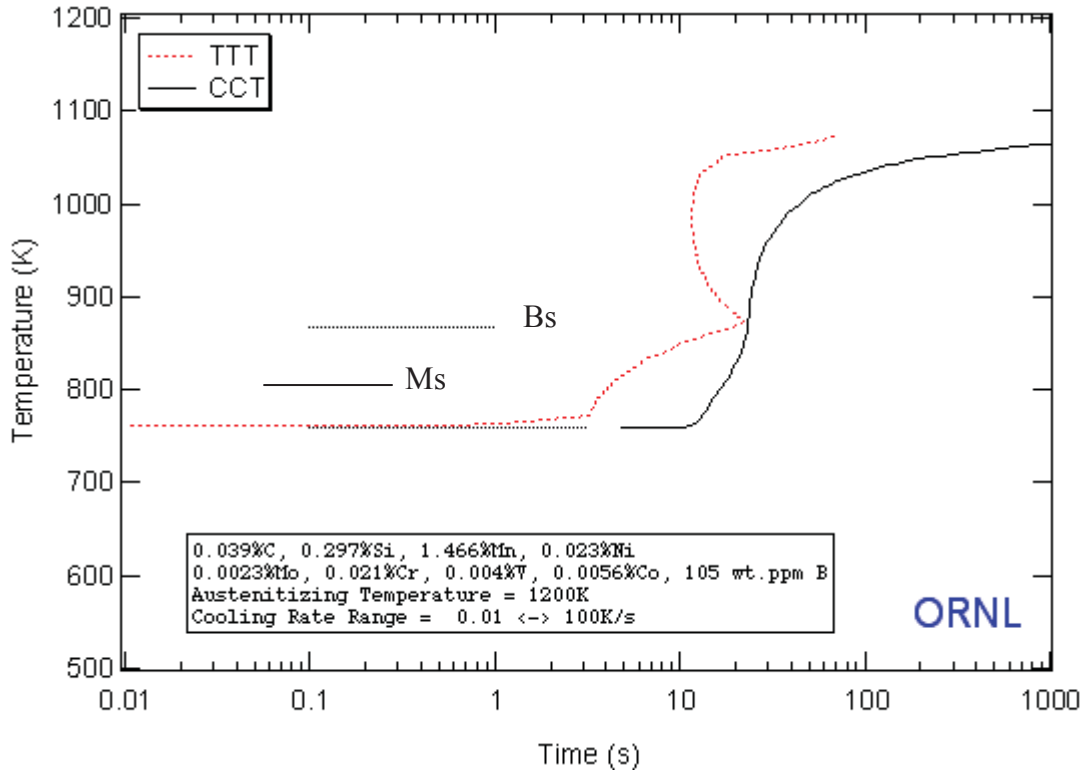


Figura 3.8. Diagrama teórico TTT/CCT del acero con 105 ppm de B.

3.3 Efecto de las adiciones de boro sobre la microestructura en condición de tratamiento térmico.

3.3.1 Normalizado.

En la Figura 3.9, se observa la microestructura obtenida de los aceros microaleados al boro en condición de normalizado. En estas microestructuras se ve claramente que cuando aumenta el contenido de boro en el acero de 29 a 105 ppm, el tamaño de grano obtenido después del normalizado es más fino. Este efecto se asocia directamente con la segregación del boro hacia los límites de grano mejorando su resistencia cohesiva produciendo un refinamiento en la microestructura. Durante el enfriamiento en el normalizado la segregación de no-equilibrio del boro sobre los límites de grano aparece y las propiedades mecánicas de los aceros HSLA son mejoradas [80]. Hay cuatro explicaciones principales acerca del mecanismo del efecto boro sobre el refinamiento del grano, la templabilidad y las propiedades mecánicas de los aceros. La primera está relacionada con la segregación del boro hacia los límites de grano de la austenita disminuyendo la energía en el límite de grano y reduciendo los sitios preferenciales para la nucleación de la ferrita. El segundo es que el boro reduce el coeficiente de autodifusión del hierro en los límites de grano y disminuye la velocidad de nucleación de la ferrita. Tercero, ya que los límites de grano son sitios

preferenciales para la nucleación de la ferrita, cuando el boro segrega hacia los límites de grano, estos sitios preferenciales desaparecen. Por último, la formación de finos boruros (que son coherentes con la matriz) a lo largo de los límites de grano, hacen que la ferrita difícilmente pueda nuclear en la interfase entre boruros y matriz [80]. Es evidente que en todas las explicaciones anteriores, tanto la segregación de equilibrio y de no-equilibrio del boro hacia los límites de grano influye en el proceso de nucleación de la ferrita pero está no afecta las características termodinámicas de la transformación de austenita a ferrita. Microestructuralmente el boro ocupa preferencialmente los sitios en los límites de grano que normalmente son ocupados por átomos de C. La alta movilidad de los átomos de boro en la austenita facilita que estos átomos ocupen estos sitios casi completamente. Por el contrario, en la ferrita la movilidad del boro decrece marcadamente. Así, la distribución del boro permanece más o menos estable durante el enfriamiento y la transformación de fase. También, el boro bloquea la difusión del C hacia los límites de grano [221]. La adición de boro en los aceros afecta enormemente la transformación de austenita-ferrita y la cantidad de perlita es aumentada considerablemente cuando es incrementada la cantidad de boro [222] lo cual concuerda con los resultados obtenidos en este trabajo de investigación. N. Tsuji y colaboradores [222] encontraron que el tamaño de grano de la ferrita disminuía cuando se incrementaba el contenido de boro para el caso de normalizado y temple, y que la dureza del acero microaleado con Ti y B libre de intersticiales se incrementaba rápidamente con las adiciones de boro y con la velocidad de enfriamiento. Los átomos y los posibles precipitados de boro que segregan a los límites de grano de la ferrita inhiben la migración de los límites de grano por el efecto de arrastre de soluto[223]. Los resultados obtenidos por X.M. Wang y colaboradores [80] indican que durante la etapa de austenización los átomos de boro segregan rápidamente hacia los límites de grano de la austenita en una manera de no-equilibrio. Después de que la transformación ferrítica es iniciada la concentración de los átomos en la región ferrítica es más alta que en cualquier otra. Mientras que la ferrita está creciendo el fenómeno de enriquecimiento del boro en esta región disminuirá y desaparecerá finalmente. La razón para esto es que a la temperatura isotérmica de austenización la velocidad de la difusión inversa del boro en la ferrita es más baja que la velocidad de crecimiento de la ferrita; la segregación del boro que existe en los límites de grano de la austenita puede dispersarse solamente en la nueva región ferrítica y no puede retener el movimiento de la fase límite y difundir dentro de la región austenítica. Esto también demuestra que los átomos de boro que segregan sobre los límites de grano de la austenita durante el normalizado, temple y el proceso de austenizado están en solución sólida, lo cual retarda la formación de la ferrita a lo largo del límite de grano.

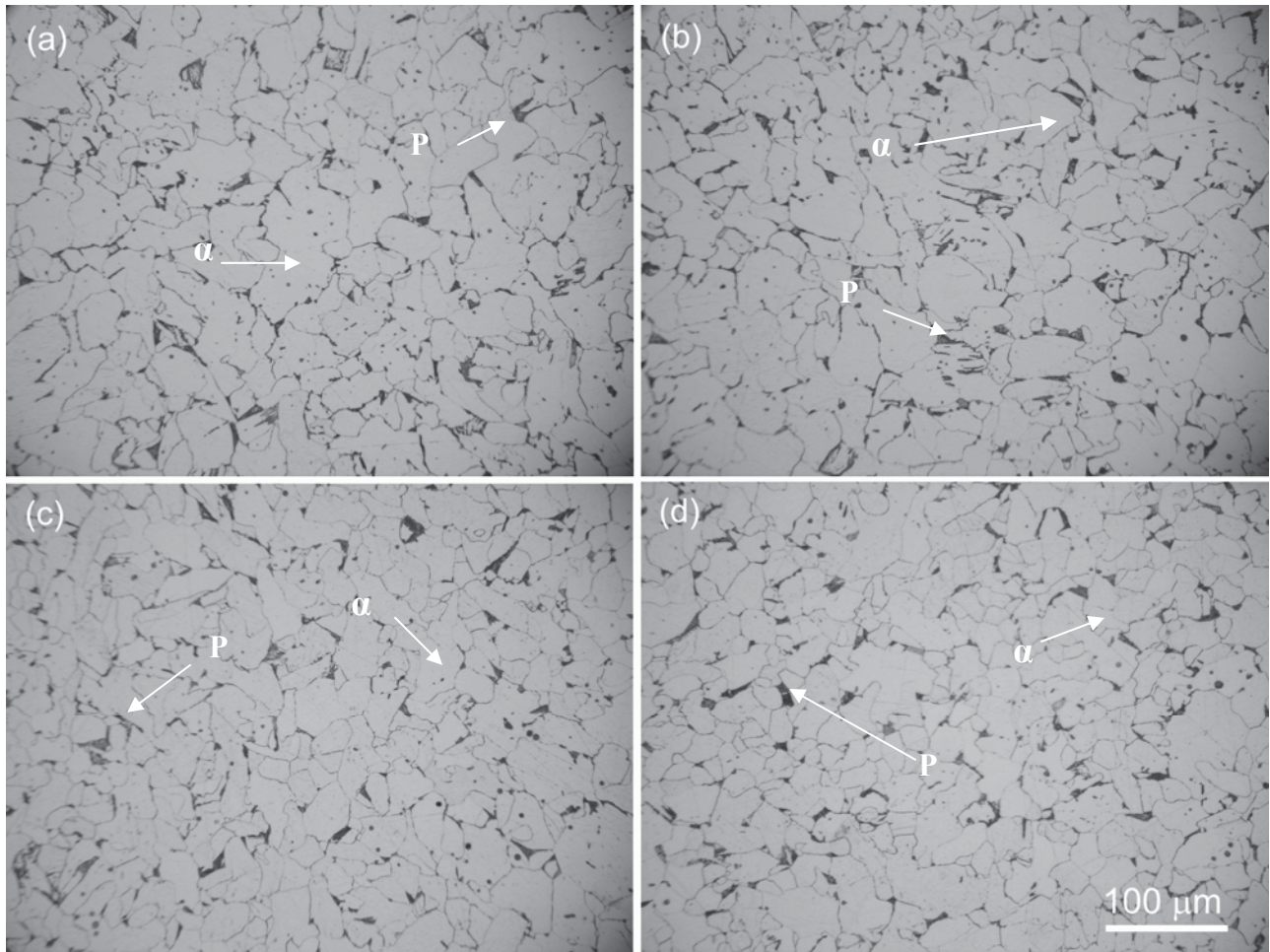


Figura 3.9. Microestructura de los aceros microaleados al boro en condición de normalizado; P= perlita y α = ferrita, (a) Acero con 29 ppm B; (b) Acero con 49 ppm B; (c) Acero con 62 ppm B; (d) Acero con 105 ppm B.

En la Tabla 3.2, se presentan los valores de tamaño de grano ferrítico y microdurezas en los aceros microaleados al boro en condición de normalizado. En esta tabla se observa claramente que el tamaño de grano ferrítico final es de aproximadamente cuatro veces más pequeño en el acero con mayor contenido de boro (B4, 105 ppm) que en el acero con menor contenido de boro (B1, 29 ppm). De igual manera se puede observar que los valores en la dureza son más altos en el acero B4. Lo cual evidencia el efecto de refinamiento de grano debido a las adiciones de boro. La cantidad de ferrita en los límites de grano de la austenita disminuye con las adiciones de boro, mientras que la ferrita inter-granular fina aumenta debido a que las adiciones de boro causan un refinamiento de la microestructura por el reforzamiento en la nucleación de la ferrita inter-granular fina, suprimiendo la nucleación de la ferrita en los límites de grano de la austenita. Así mismo, el boro segrega hacia los

límites de grano y mejora la resistencia cohesiva entre los límites de grano produciendo un refinamiento en la microestructura.

Tabla 3.2. Tamaño de grano ferrítico y microdureza de los aceros microaleados al boro en condición de normalizado.

Aceros	Tamaño de grano ferrítico (μm)	Dureza Vickers (HV)
B1= 29 ppm de B	55.7 ± 2.3	187 ± 7.1
B2= 49 ppm de B	49.5 ± 4.2	188 ± 6.1
B3= 62 ppm de B	24.5 ± 4.6	204 ± 5.0
B4= 105 ppm de B	12.9 ± 2.1	240 ± 8.1

3.3.2 Temple en agua.

En la Tabla 3.3, se reportan los valores de dureza obtenidos después del tratamiento térmico de temple en agua. Aquí, cabe hacer mención que estos valores de dureza disminuyen conforme aumenta el tiempo de austenización, lo cual indica que en tiempos más cortos el tamaño de grano austenítico es menor. A partir de los valores de dureza obtenidos en los aceros microaleados al boro se puede visualizar que las adiciones de boro producen un efecto de retardo sobre el crecimiento del grano austenítico generando refinamiento de grano a alta temperatura (1100°C). Por otro lado, el acero con mayor contenido de boro (B4) presenta siempre valores de dureza mayores que el acero con menor contenido de boro (B1).

Tabla 3.3. Valores de microdurezas obtenidos en condición del tratamiento térmico de temple en agua.

Aceros B1 (29 ppm de B) B4 (105 ppm de B)	Tiempo de austenización (minutos)	Temperatura de austenización ($^{\circ}\text{C}$)	Dureza Vickers (HV)
B1-t1	15	1100	340 ± 7.1
B1-t2	75	1100	316 ± 6.1
B1-t3	150	1100	302 ± 5.0
B4-t1	15	1100	479 ± 8.1
B4-t2	75	1100	441 ± 6.3
B4-t3	150	1100	410 ± 5.0

Tal y como se puede observar en la Figura. 3.10, los valores de dureza aumentaron con el tratamiento térmico de temple en agua, en relación a la condición de colada y normalizado (comparar Tabla. 3.1, 3.2 y 3.3). De igual manera, se observa que para cualquier condición, al aumentar el contenido de boro aumenta la dureza, y por lo tanto, el acero con mayor contenido de boro (B4) presenta siempre valores de dureza mayores.

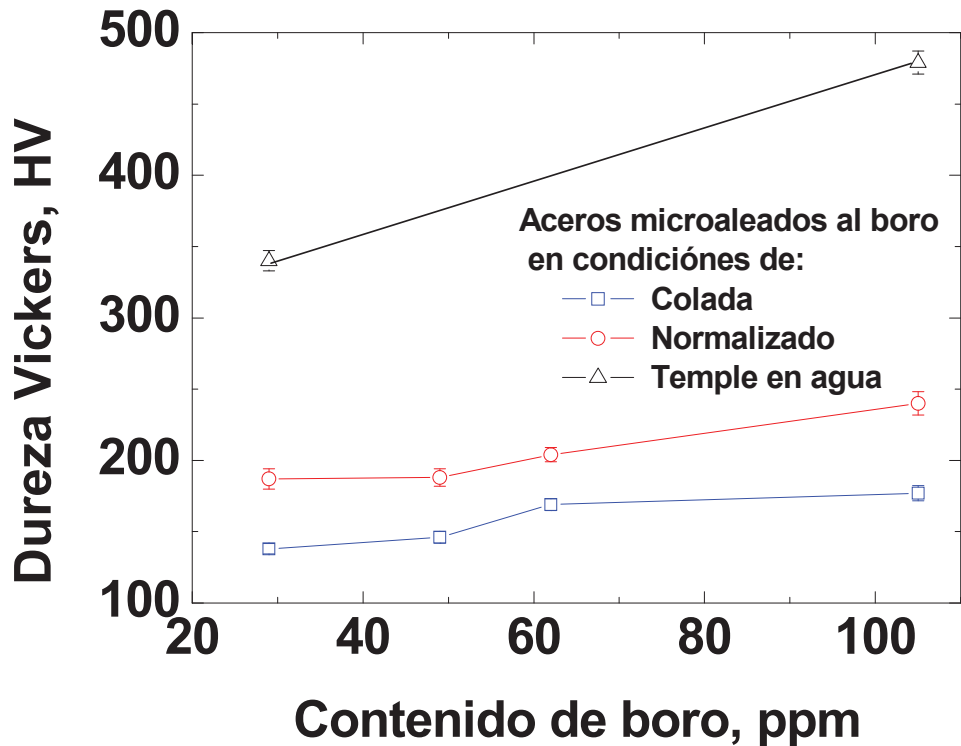


Figura 3.10. Dureza Vickers como una función del contenido de boro en condición de colada, normalizado y temple en agua.

La Figura. 3.11, muestra las microestructuras de temple obtenidas después del enfriamiento para los aceros microaleados al boro. Como puede ser visto en esta figura, el acero con menor contenido de boro (B1, 29 ppm B) presenta una microestructura bainítico-martensítica con algunas zonas de ferrita alotriomórfica (ver Figuras 3.11 a-c), mientras que el acero con mayor contenido de boro (B4, 105 ppm B) presenta una microestructura completamente bainítico-martensítica (ver Figuras 3.11 d-f). Estas microestructuras revelan que la descomposición cinética de austenita a ferrita es retrasada debido al alto contenido de boro en el acero que suprime la nucleación de la ferrita sobre todo en los límites de grano de la austenita y genera la formación de microestructuras

bainítico-martensíticas incrementando la templabilidad en el acero [80]. Los resultados obtenidos indican que durante la etapa de austenización a 1100°C los átomos de boro segregan rápidamente hacia los límites de grano de la austenita en un tipo de segregación conocido como de no-equilibrio [80]. De acuerdo con este mecanismo, vacancias supersaturadas se combinan con el boro para formar complejos de B-V (vacancias). Durante el enfriamiento, los complejos se mueven hacia los límites de grano y las vacancias se aniquilan aquí causando la descomposición de los complejos. En un tiempo promedio la concentración del boro segregado a lo largo de los límites de grano incrementa mucho más que la concentración de equilibrio y el boro libre difundirá hacia fuera de los límites de grano en un proceso de difusión inversa. La segregación de no-equilibrio es un fenómeno dinámico y esta segregación será dispersada y homogeneizada por la difusión inversa una vez que el suministro del exceso de vacancias es agotado. Después de que la transformación a ferrita inicia, la concentración del boro en la región ferrítica es más alta que en ninguna otra. Mientras la ferrita esta creciendo, el fenómeno del enriquecimiento del boro en esta región disminuirá y desaparecerá finalmente. La razón para esto es que en la temperatura isotérmica de austenización la velocidad de difusión inversa del boro en la ferrita es menor que la velocidad de crecimiento de la ferrita, por lo que la segregación existente en los límites de grano de la austenita puede dispersarse en la nueva región ferrítica y no puede retener el movimiento de la fase límite y difundir dentro de la región austenítica [80]. Esto también muestra que los átomos de boro segregan sobre los límites de grano de la austenita durante el temple y en la etapa de austenización están en solución, lo cual retarda la nucleación de la ferrita a lo largo de los límites de grano [80]. Grange y Garvey [224] asumieron que la presencia del boro en el acero puede presentarse en una forma efectiva ó inefectiva. La forma efectiva es capaz de disolverse en la austenita, mientras que la forma inefectiva no entra dentro de la austenita como una solución sólida. Los átomos de boro están preferencialmente localizados en los límites de grano de la austenita justo antes de su transformación, y su presencia disminuye la velocidad de nucleación de la ferrita en los límites de grano y de esa manera se incrementa la templabilidad del acero. Los resultados obtenidos en este caso son atribuidos principalmente al contenido de boro presente en el acero ya que la realización del tratamiento térmico se llevó a cabo en igualdad de condiciones (temperatura y enfriamiento), y además, coinciden con los obtenidos por otros autores [195]. Las adiciones de una pequeña cantidad de boro (el cual segrega hacia los límites de grano) intensifican la transformación de fase de austenita a martensita en el acero, mejorando su templabilidad y propiedades mecánicas [225].

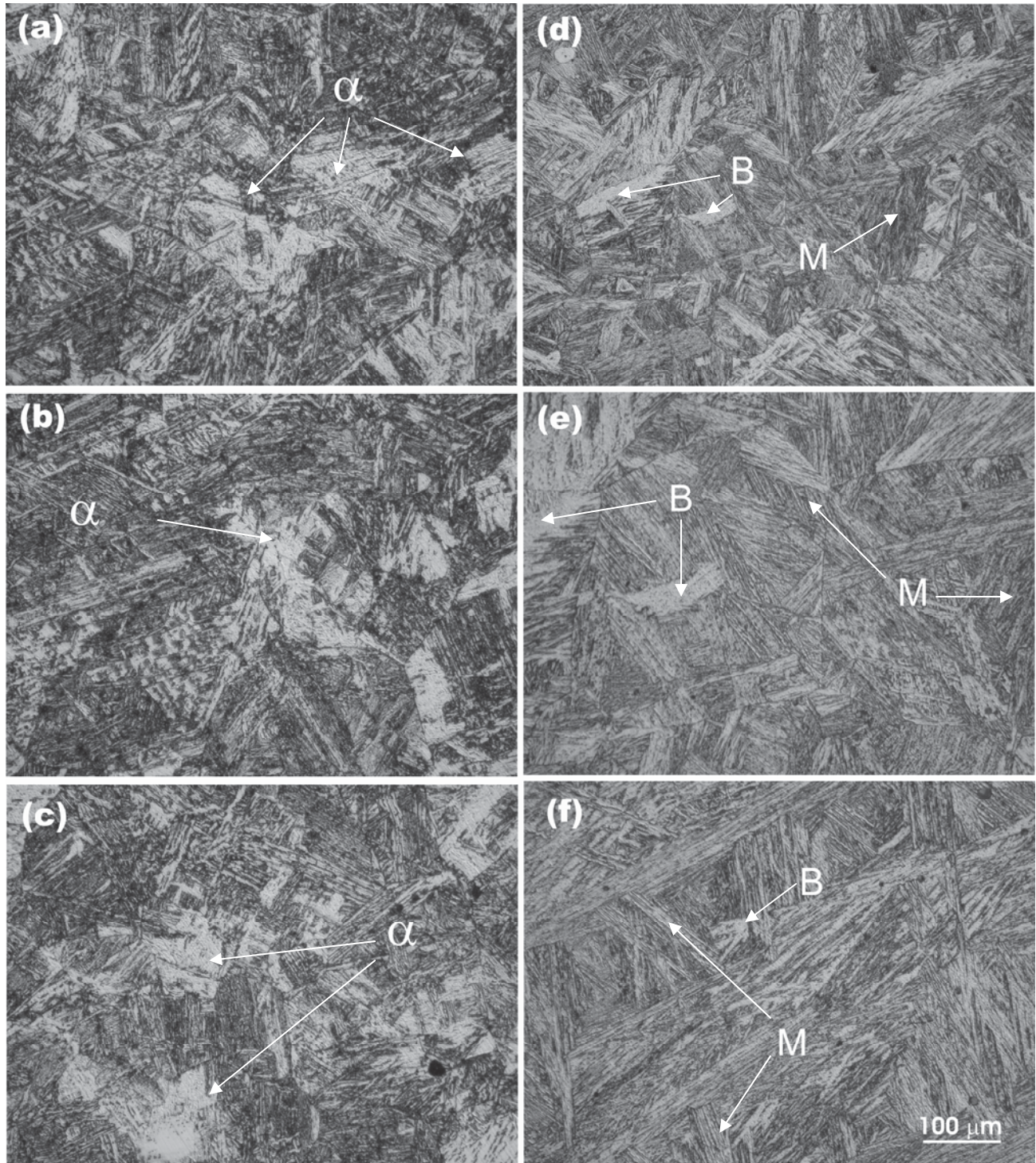


Figura 3.11. Microestructuras del acero microaleado al boro producto del tratamiento térmico de temple como una función del tiempo austenizado, α = ferrita alotriomórfica, B= bainita y M= martensita. (a) Acero B1 t1; (b) Acero B1 t2; (c) Acero B1 t3; (d) Acero B4 t1; (e) Acero B4 t2; (f) Acero B4 t3.

3.4 Efecto del boro sobre el tamaño de grano austenítico antes de la deformación en caliente.

Los resultados obtenidos del efecto de la temperatura de austenización y del tiempo de permanencia sobre el crecimiento del grano austenítico de los presentes aceros microaleados al boro son resumidos en la Tabla 3.4. Como es de esperarse, estos aceros muestran la clásica dependencia del crecimiento de grano austenítico como una función del tiempo de permanencia a la temperatura de austenización. Esto significa que el tamaño de grano austenítico tiende a incrementarse cuando el tiempo de permanencia o la temperatura de austenización incrementa.

Tabla 3.4. Tamaño de grano austenítico de los aceros microaleados al boro como una función de la temperatura y tiempo de austenización.

Aceros	Temperatura de austenización, (°C)	Tiempo de austenización, (min)	Tamaño de grano austenítico, (µm)
B1-t1	1100	15	86 ± 2.0
B1-t2	1100	75	132 ± 4.1
B1-t3	1100	150	162 ± 4.5
B4-t1	1100	15	80 ± 2.6
B4-t2	1100	75	91 ± 3.2
B4-t3	1100	150	109 ± 4.0

La Figura 3.12, muestra micrografías del tamaño del grano austenítico de los aceros microaleados al boro para diferentes tiempos de permanencia durante la etapa de austenizado. Como puede ser visto en esta figura, el tamaño de grano austenítico disminuye cuando incrementa el contenido de boro, lo que demuestra que las adiciones de boro retardan el crecimiento del grano austenítico a alta temperatura (1100°C). Es bien sabido que el boro tiene una gran influencia sobre el desarrollo de la microestructura, un mayor efecto sobre el tamaño de grano y propiedades en metales y aleaciones, y especialmente en aceros de bajo contenido de carbono durante los tratamientos térmicos la templabilidad de la mayoría de los aceros es influenciada por el tamaño de los granos al tiempo de efectuar el temple [226-228]. De acuerdo con el diagrama de fases binario Fe-B [229], la solubilidad del boro en la austenita a 1423K es más de 150 ppm, mientras que esta decrece significativamente a menos de 10-20 ppm a aproximadamente 1130K. Así, el boro extra puede precipitar durante el enfriamiento.

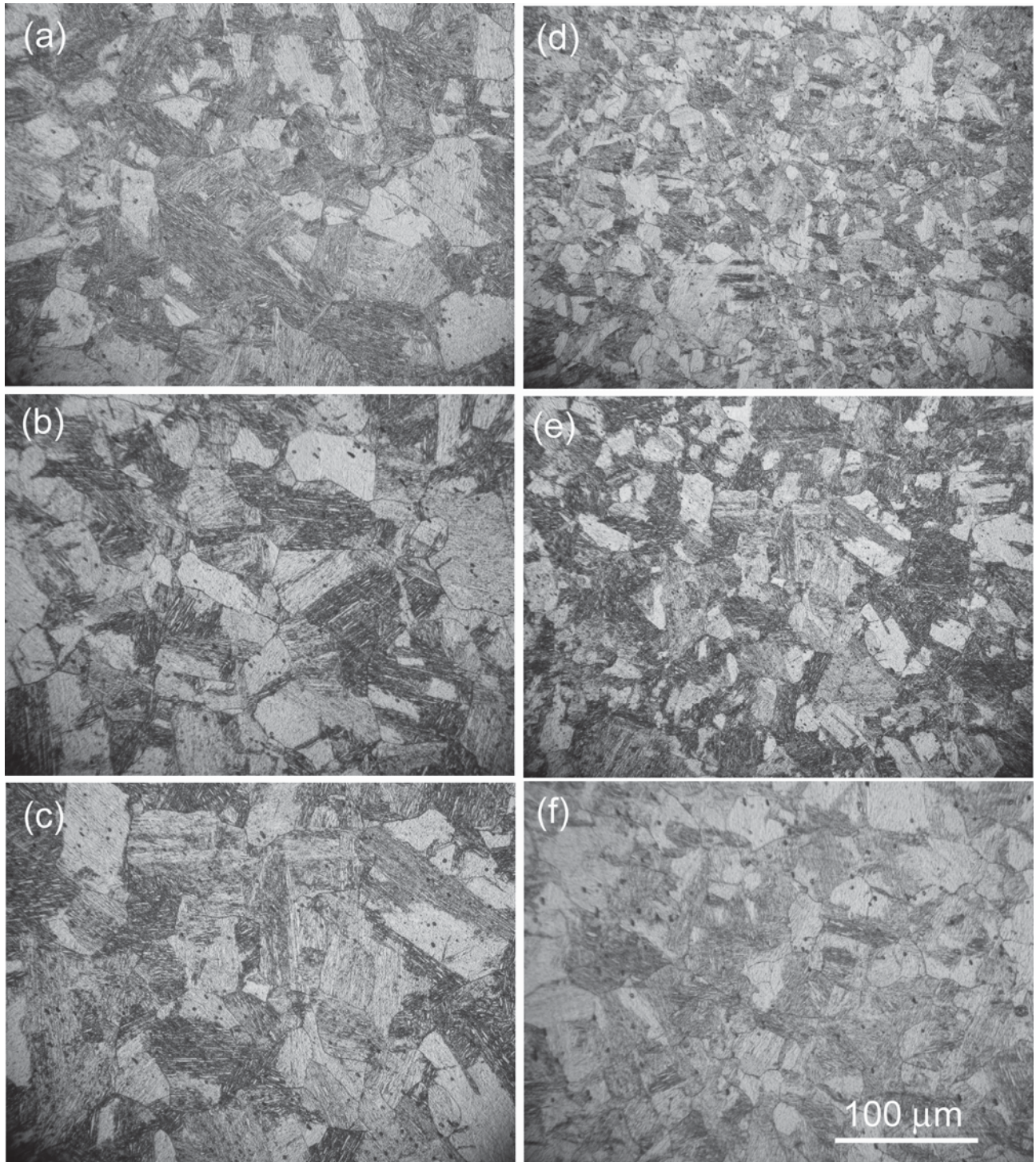


Figura 3.12. Grano austenítico del acero microaleado al boro como una función del tiempo austenizado; a) Acero B1 t1; b) Acero B1 t2; c) Acero B1 t3; d) Acero B4 t1; e) Acero B4 t2; f) Acero B4 t3.

Los resultados presentes sugieren que la posible precipitación del boro ocurre rápidamente y solo el boro en forma de soluto afecta la transformación de austenita-ferrita. La razón principal del

porque el boro retrasa el crecimiento del grano austenítico es que los átomos de soluto del boro segregan también a los límites de grano de la ferrita y es bien sabido que los elementos segregados inhiben la migración de los límites de grano por el efecto de arrastre de soluto [223,230] y el boro supersaturado podría precipitar como hierro-boruro y/o hierro borocarburo durante el enfriamiento y estos precipitados también fijan el límite de grano por el efecto de arrastre de soluto [223,230]. Es bien sabido que la segregación del boro y el reforzamiento de la cohesión de los límites de grano causa el refinamiento del grano, debido a que el reforzamiento de la cohesión de los límites de grano obstruye el crecimiento durante el curso del tratamiento térmico [223,230], tal como se presenta en este caso (Figura 3.12). Finalmente, los valores de la dureza Vickers como una función del tiempo de permanencia a la temperatura de austenización de los aceros microaleados con boro son mostrados en la Figura 3.13. Como era de esperarse, los valores de dureza disminuyen gradualmente cuando el tiempo de permanencia incrementa. Asimismo, estos resultados muestran claramente que la templabilidad del acero incrementa con el aumento en el contenido de boro.

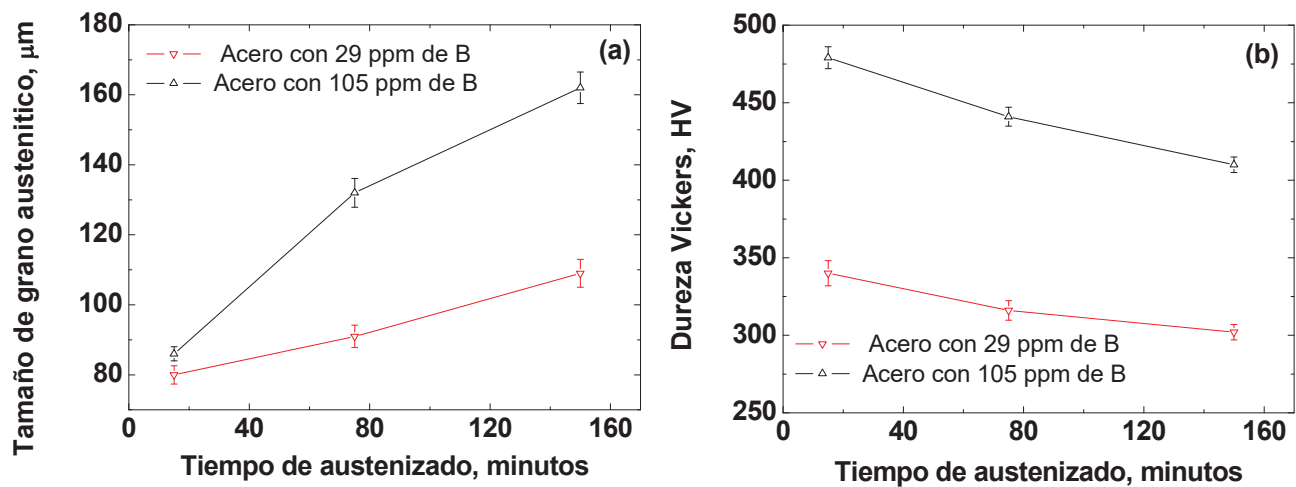


Figura 3.13. Tamaño de grano austenítico y dureza Vickers como una función del tiempo de permanencia a temperatura de 1100°C.

Los resultados anteriores demuestran la importancia de las adiciones de boro sobre la evolución de la microestructura, ya que pequeñas adiciones de boro junto con el enfriamiento rápido pueden inducir a la formación de microestructuras completamente bainítico-martensíticas incluso en aceros de bajo contenido de carbono [80]. Estos cambios microestructurales tienen una substancial contribución en las propiedades mecánicas del acero.

3.5 Resultados de los ensayos de tracción en caliente.

3.5.1 Curvas esfuerzo verdadero-deformación verdadera en función de la temperatura.

Las Figuras 3.14 y 3.15 muestran las curvas de fluencia esfuerzo verdadero-deformación verdadera en función de la temperatura, obtenidas mediante los ensayos de tracción en caliente de los cuatro aceros microaleados al boro.

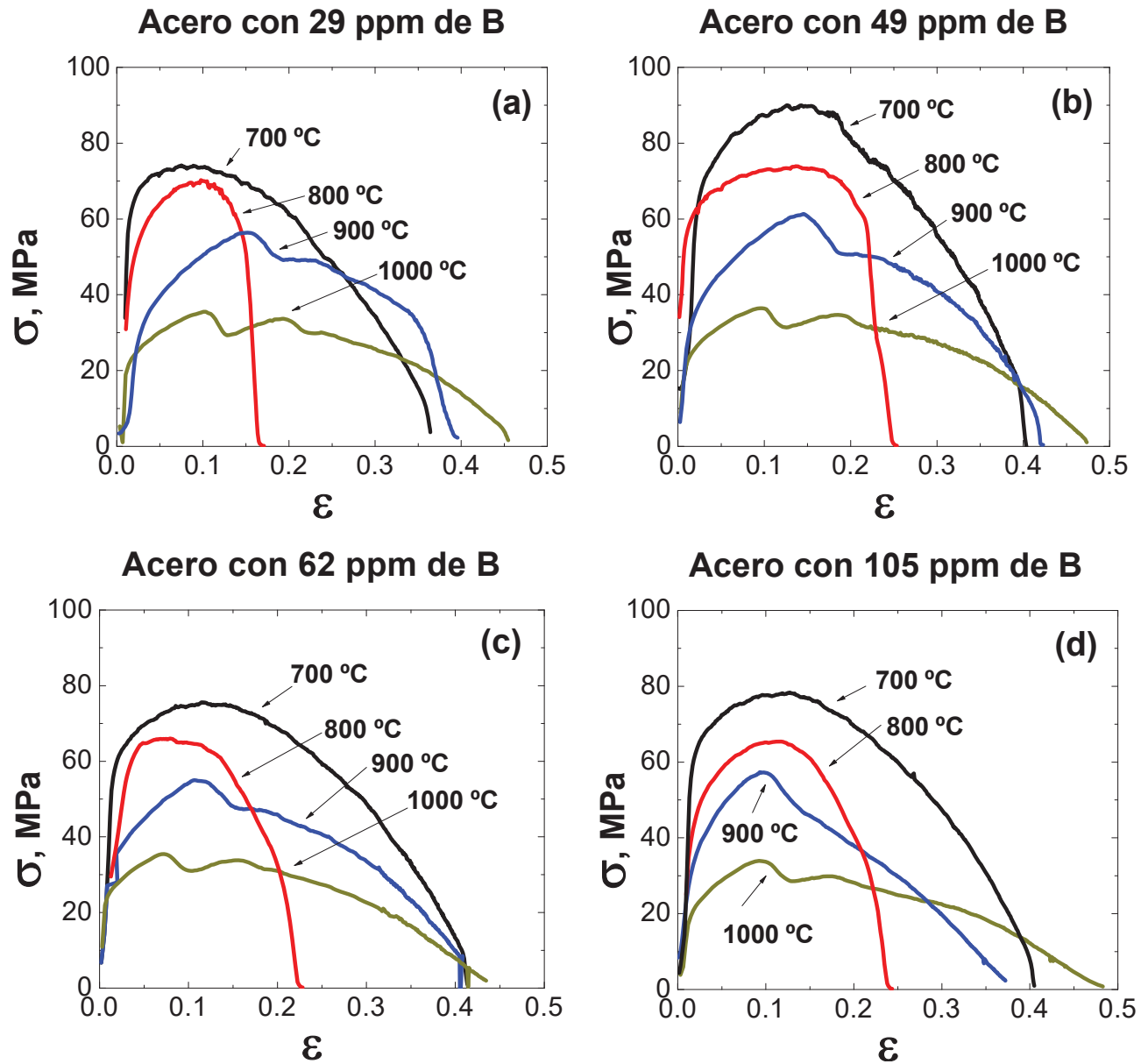


Figura 3.14. Curvas de fluencia esfuerzo verdadero versus deformación verdadera en función de la temperatura. (a) Acero con 29 ppm de B, (b) Acero con 49 ppm de B, (c) Acero con 62 ppm de B, (d) Acero con 105 ppm de B.

Estas curvas presentan un primer segmento de endurecimiento por deformación y una vez alcanzado un máximo presentan un ablandamiento para luego alcanzar la fractura. Este comportamiento es típico de los aceros austeníticos [231]. En la Figura 3.14, se observa el efecto de la temperatura sobre el comportamiento a la fluencia en tracción de los aceros microaleados con boro. Como era de esperar, en todos los casos la resistencia disminuye y la elongación antes de la fractura aumenta por el efecto de temperatura. Se puede observar que las curvas de fluencia presentan muy poca elongación antes de la fractura, particularmente para el caso de 800°C y no presentan recristalización dinámica a 700°C ni a 800°C. A 900°C y 1000°C se presenta la recristalización dinámica y una elongación mucho mayor. En este caso la recristalización dinámica es la responsable de la primera caída que experimenta el esfuerzo [231]. Y se asocia con una mejora de la ductilidad, ya que la formación de nuevos granos, además de relajar parte de la energía almacenada por deformación del material, genera nuevos límites de grano que dejan aisladas las grietas previamente formadas [95].

3.5.2 Curvas esfuerzo verdadero-deformación verdadera en función del contenido de boro.

La Figura 3.15, presenta las curvas de fluencia de esfuerzo verdadero-deformación verdadera obtenidas mediante los ensayos de tracción en caliente en función del contenido de boro. La elongación antes de la fractura aumenta por el efecto que ejerce el mayor contenido de boro, excepto a 800°C. Ahí se presenta la menor elongación antes de la fractura, lo cual indica que el material es menos dúctil a esa temperatura. De igual forma, se aprecia claramente el fenómeno de la recristalización dinámica, que se produce tanto a 900°C como a 1000°C. A 900°C se nota un efecto adicional muy importante, el mayor contenido de boro adelanta el inicio de la recristalización dinámica.

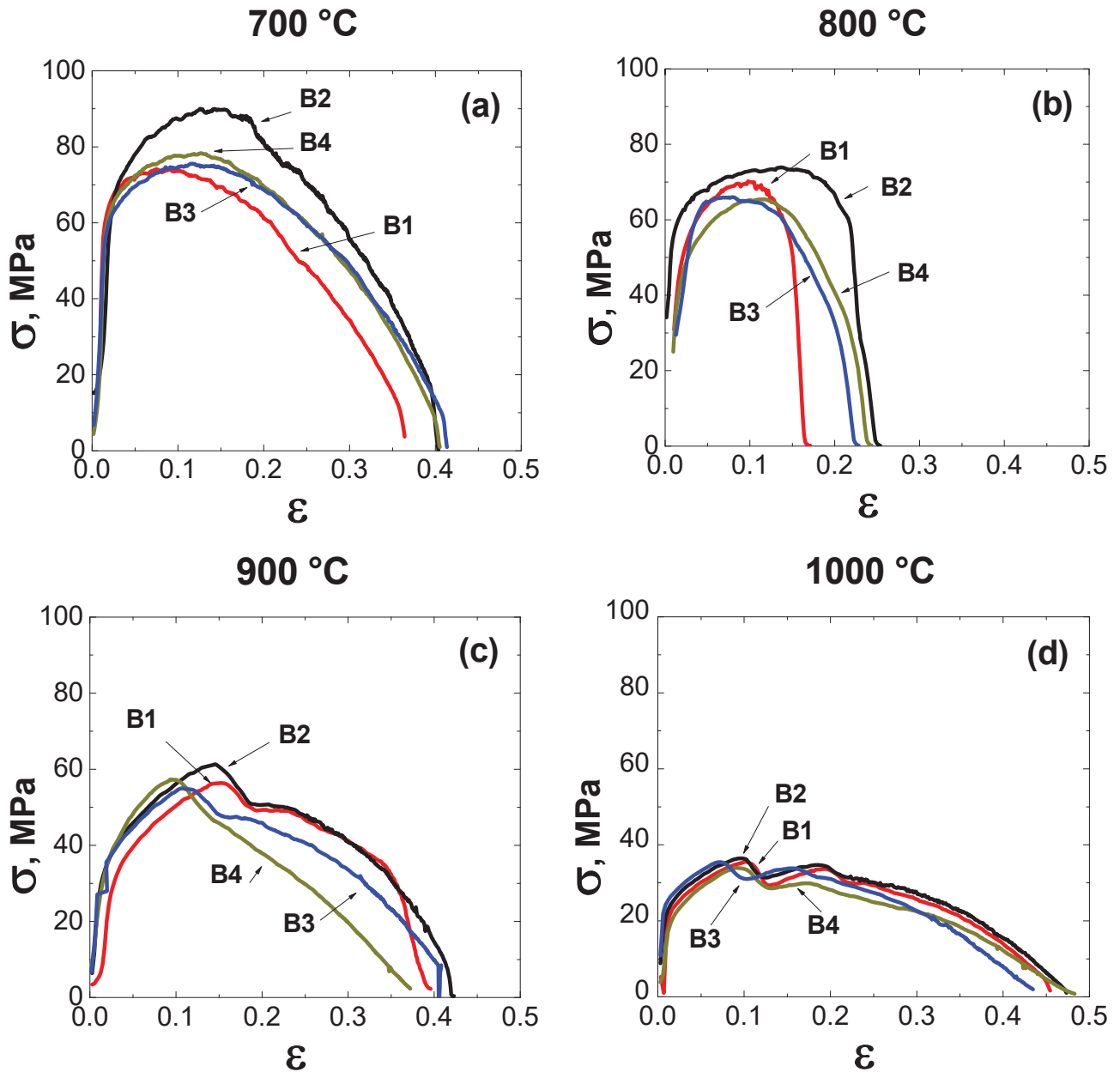


Figura 3.15. Curvas de fluencia esfuerzo verdadero versus deformación verdadera en función del contenido de boro. (a) $T= 700^{\circ}\text{C}$, (b) $T= 800^{\circ}\text{C}$, (c) $T= 900^{\circ}\text{C}$, (d) $T= 1000^{\circ}\text{C}$.

3.5.3 Curvas de ductilidad en función de la temperatura.

En la Figura 3.16, se puede apreciar como la adición de boro aumenta significativamente la ductilidad en caliente del acero, medida como % de reducción de área especialmente al comparar la curva de 29 ppm con la de 105 ppm de boro. El aumento es de aproximadamente un 25%. Se podría argumentar que el bajo contenido de carbono de los aceros utilizados contribuye también a la alta

ductilidad presentada, sin embargo, es conveniente mencionar que este bajo contenido en carbono reduce la ductilidad por el incremento en la temperatura A_{r3} . La alta ductilidad presentada también es debida a la aparición de la recristalización dinámica a 900°C y 1000°C. A bajas temperaturas (700°C) donde no se presenta la recristalización dinámica, la alta ductilidad se debe en parte al aumento de la fracción de volumen de la ferrita, ya que ésta no se encuentra rodeando los límites de grano austeníticos y, por lo tanto, no concentra las deformaciones en dichas regiones. Al estar la ferrita presente en mayores proporciones y dada su alta energía de falla de apilamiento, se favorece el fenómeno de ablandamiento por recuperación dinámica, lo que favorece el aumento de la ductilidad, como es demostrado por la elongación alcanzada, y se puede observar en la Figura 3.15. De acuerdo con el umbral para la ductilidad en caliente [233], el rango de temperatura en que el %RA es menor o igual al 60%, es el rango sensible al agrietamiento del planchón en la colada continua. Este rango es llamado el rango de fragilidad en caliente. En términos de esta regla, cuando la concentración del boro aumenta de 49 ppm a 105 ppm, este rango tiende a desaparecer conduciendo a un fuerte aumento en la ductilidad en caliente debido a que el boro retrasa la formación de la ferrita proeutectoide en los límites de grano de la austenita. Hay una temperatura en común (800°C) para todos los aceros estudiados a la cual la ductilidad en caliente empieza a decrecer significativamente, tal como se observa en la Figura 3.16. Lo cual es debido a que se localiza en la zona de fractura frágil a temperaturas intermedias y la deformación se concentra preferentemente en zonas cercanas al límite de grano, creando huecos alrededor de las inclusiones y/o precipitados, hasta llegar a la fractura intergranular por crecimiento y coalescencia de las microcavidades, fractura que se conoce como intergranular dúctil.

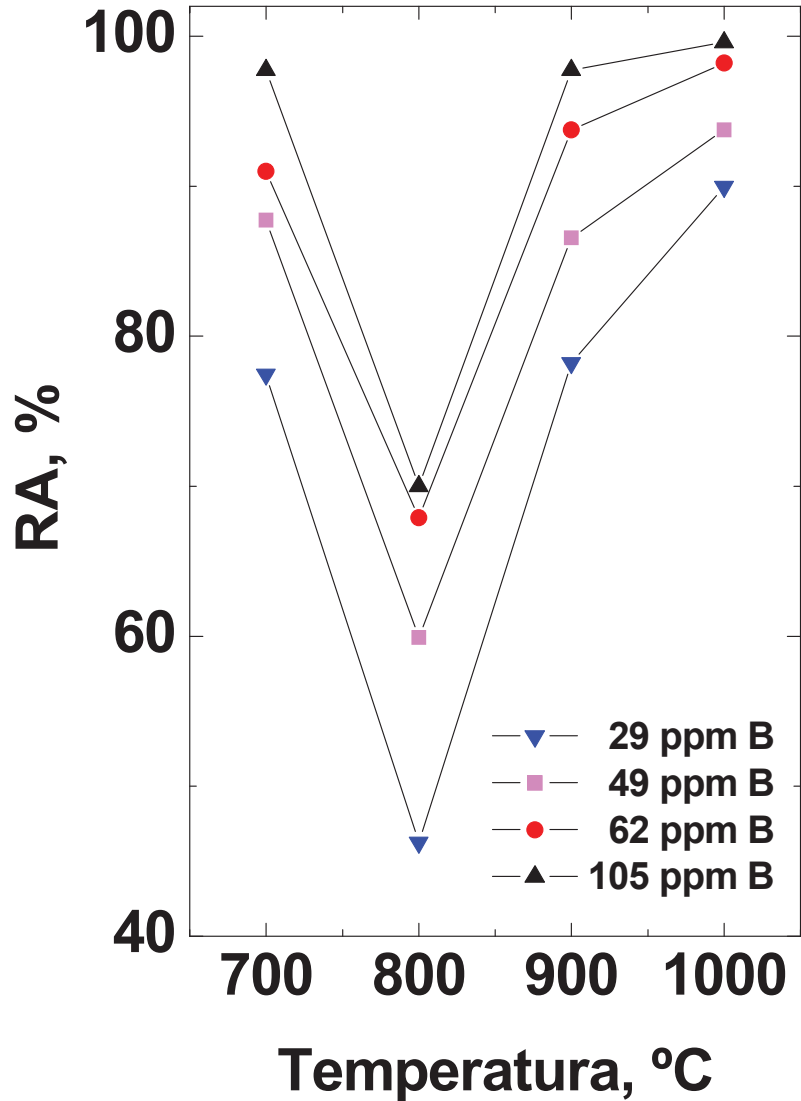


Figura 3.16. Curvas de ductilidad en función de la temperatura.

3.5.4 Esfuerzo y deformación pico como una función del contenido de boro a 900 y 1000°C.

El alto contenido de boro (105 ppm) en el acero adelanta el inicio de la recristalización dinámica, el cual ha sido medido como la deformación asociada al esfuerzo pico en las curvas de fluencia. Esta aseveración es mostrada en la Figura 3.17, donde una clara disminución en los valores del esfuerzo y deformación de pico son observados a medida que aumenta el contenido de boro. La razón para explicar por que el mayor contenido de boro acelera el inicio de la recristalización dinámica no está muy clara aun, ya que la mayoría de los elementos de aleación en el acero tienden a retrasar este inicio. Aunque investigaciones con una mayor profundidad deben de ser llevadas a

cabo, la razón para explicar este fenómeno pudiera estar relacionada con las características de los elementos de aleación; los átomos sustitucionales tienden a incrementar la energía de activación para la deformación de la austenita y consecuentemente retrasar el inicio de la recrystalización dinámica, mientras que elementos intersticiales promueven una disminución en la energía de activación y, por consiguiente, acelerar el inicio de la recrystalización dinámica. El adelanto en el inicio de la recrystalización dinámica debido a las adiciones de boro podría deberse también a la presencia de partículas de boro precipitadas durante el proceso de deformación en caliente (y si son grandes con mayor razón) ya que éstas ayudarían a iniciar el proceso de la recrystalización dinámica. Además, como el tamaño de grano austenítico disminuye al aumentar el contenido de boro, entonces esté también aceleraría el inicio de la recrystalización dinámica.

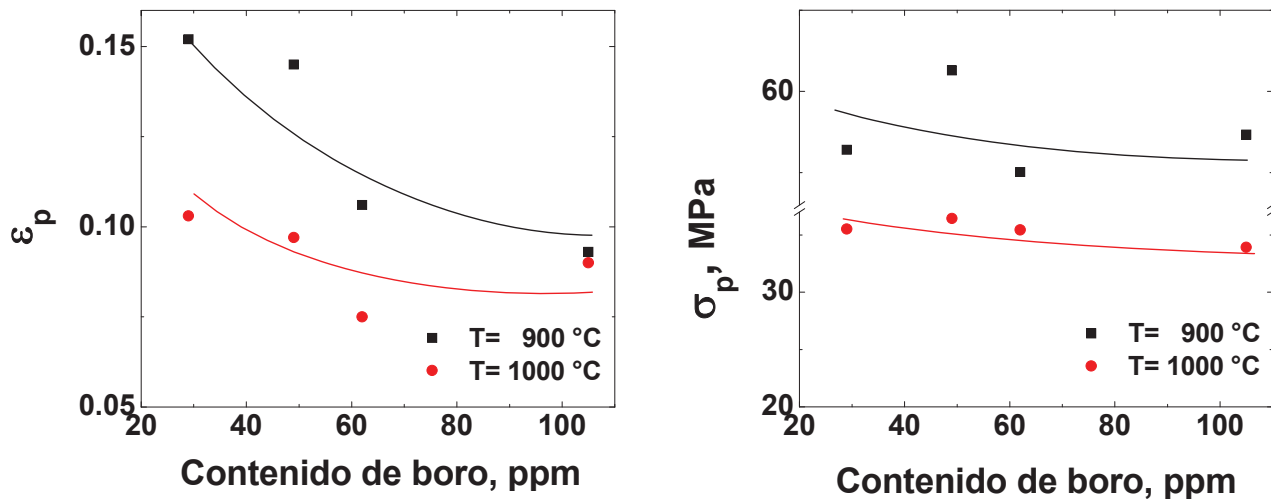


Figura 3.17. Esfuerzo y deformación pico como una función del contenido de boro a 900 y 1000°C.

3.5.1 Resultados de fractografía.

Las Figuras 3.18-3.21, muestran los aspectos de las fracturas presentadas en los aceros microaleados al boro ensayados a tracción en caliente a las diferentes temperaturas. El tipo de fractura presentado en las muestras ensayadas a 800°C (ver Figura 3.19), es el resultado de una falla dúctil con algunas características de frágil. Por otra parte, no se encontraron precipitados o inclusiones cerca de los huecos. Los huecos presentados aquí son bastante planos, lo que indica que se han formado en una capa separada del resto del material y que, por lo tanto, se asocia con la existencia de ferrita rodeando los granos austeníticos, fase que está siendo preferentemente deformada, dada la diferencia entre la resistencia de la ferrita y de la austenita cuando coexisten a una temperatura determinada. Las fracturas presentadas a 700, 900 y 1000°C (ver, Figuras. 3.18,

3.20 y 3.21) son fracturas dúctiles con una combinación de pequeños y grandes hoyuelos así como de cavernas muy profundas. Estas superficies de fractura presentadas, aparentemente, coinciden bien con los resultados de ductilidad en caliente presentados en la sección anterior. A altas temperaturas (900 y 1000°C) en donde se presentó recristalización dinámica, es donde se presenta la mayor ductilidad y el modo de fractura es dúctil. En general, el acero en estudio presentó buena ductilidad tanto a alta (900, 1000°C) como a baja (700°C) temperatura. A las temperaturas más altas de ensayo las superficies de fractura mostraron reducciones de área cercanas al 100% de RA, que se relaciona directamente con la ruptura dúctil presentada en las probetas (ver, Figuras 3.18, 3.20 y 3.21). Los granos se pueden intuir y existe bastante deformación en la superficie y hasta la existencia de huecos que indican que la fractura se produjo por coalescencia en los límites de grano. La buena ductilidad presentada a baja temperatura está asociada a una fracción en volumen de ferrita elevada. En general el mecanismo de fractura es la formación y coalescencia de cavidades.

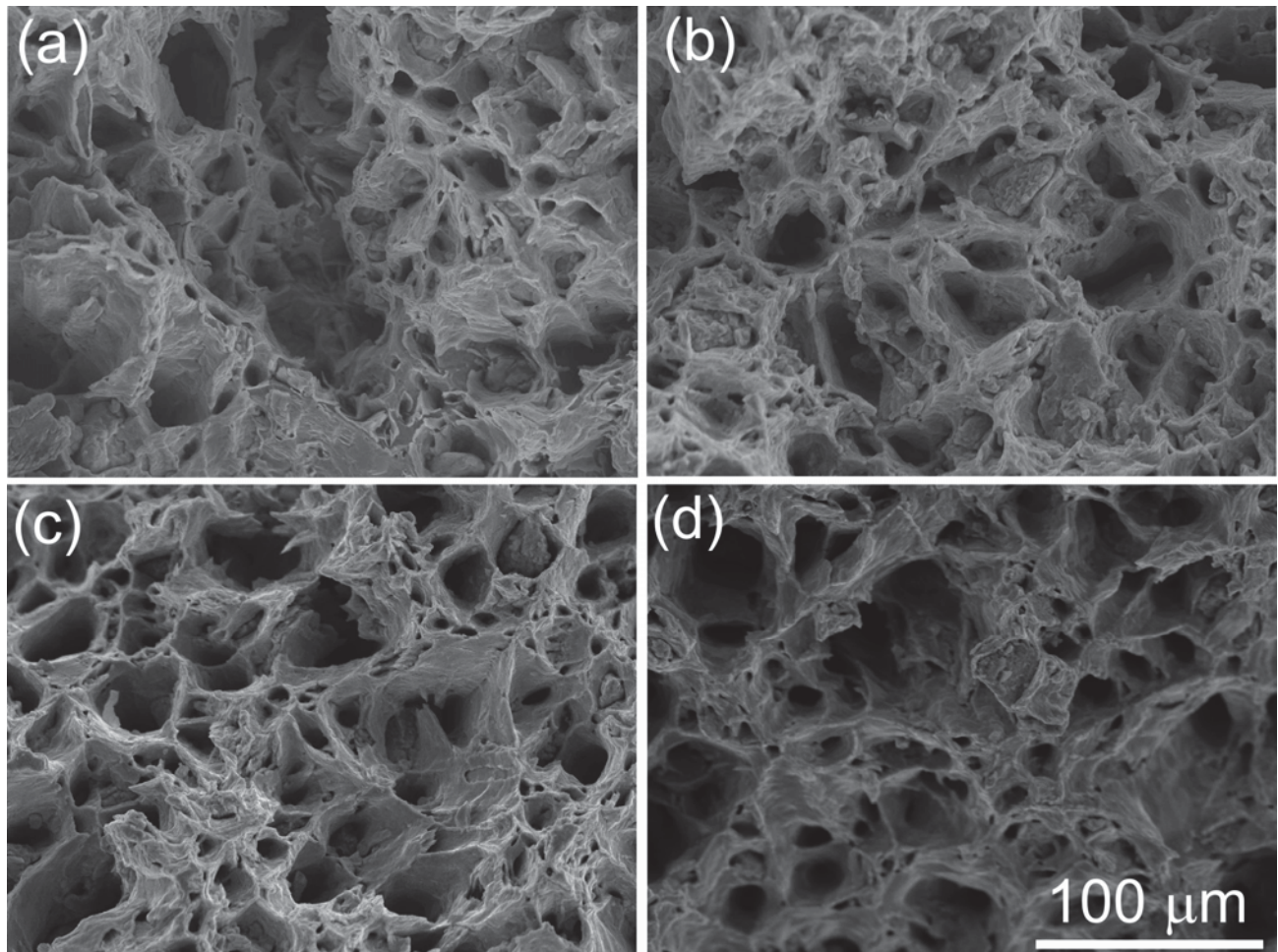


Figura 3.18. Superficies de fractura presentadas a 700°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.

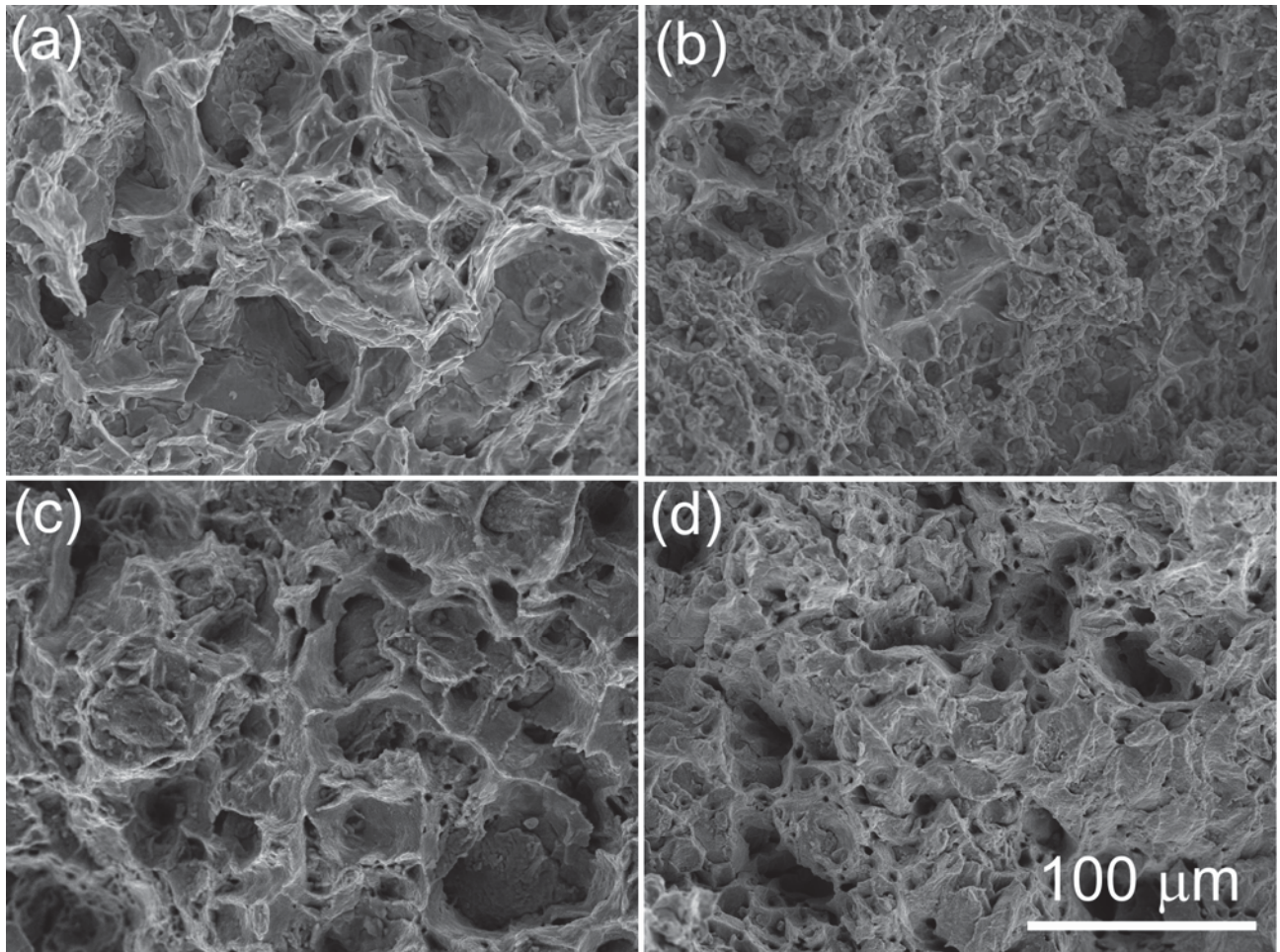


Figura 3.19. Superficies de fractura presentadas a 800°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.

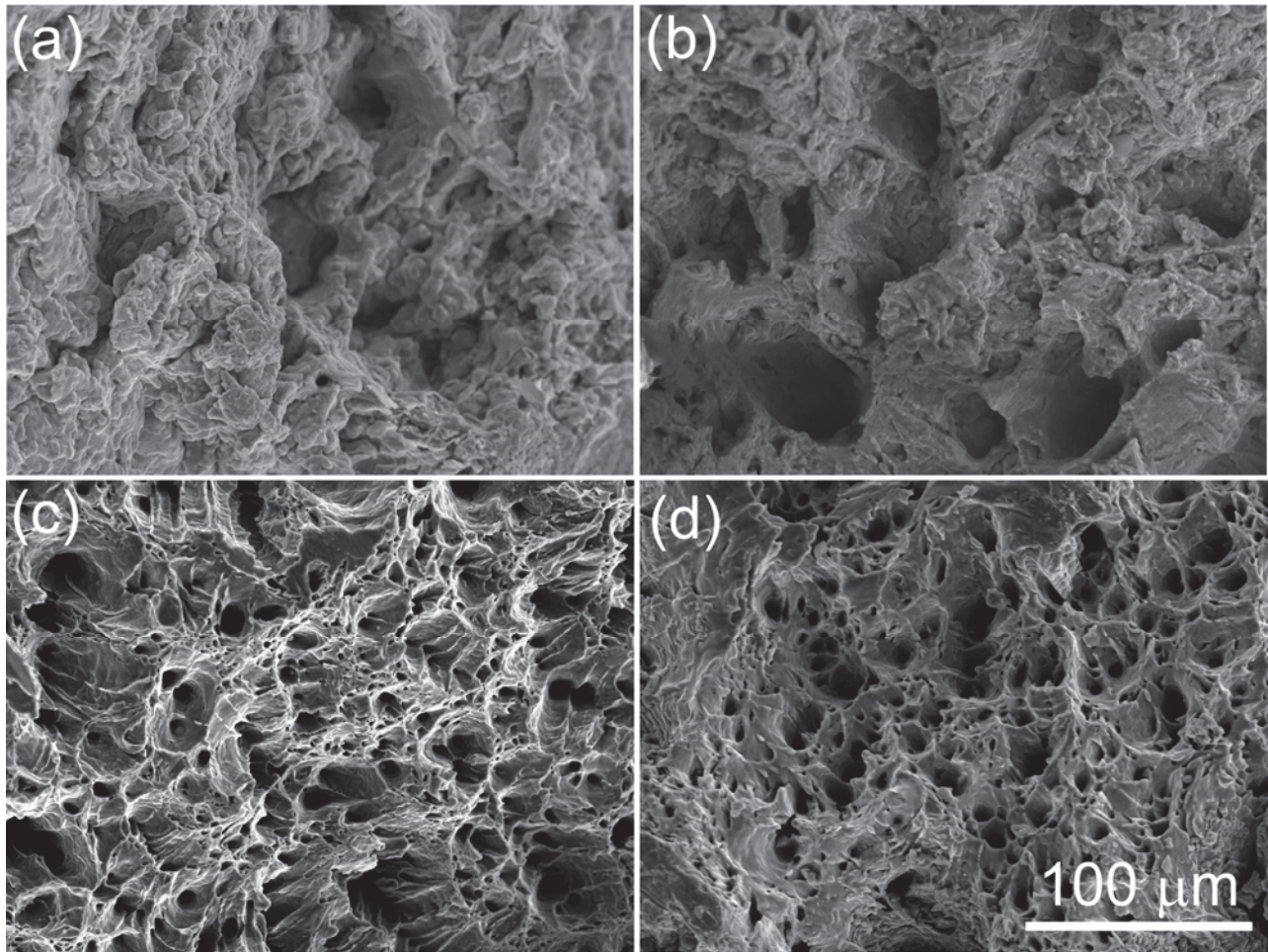


Figura 3.20. Superficies de fractura presentadas a 900°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.

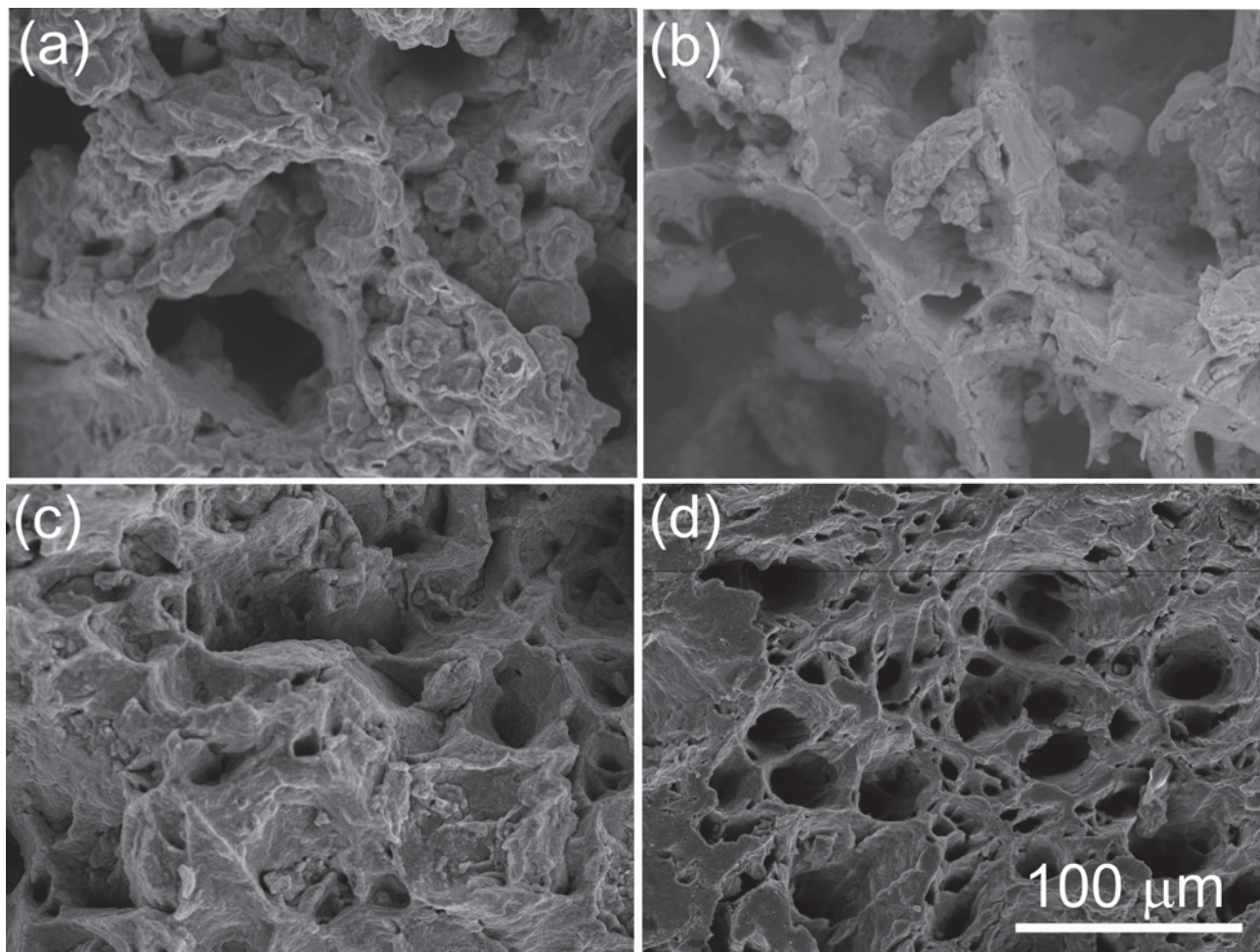


Figura 3.21. Superficies de fractura presentadas a 1000°C. (a) Acero con 29 ppm B, (b) Acero con 49 ppm B, (c) Acero con 62 ppm B y (d) Acero con 105 ppm B.

3.6 Resultados de los ensayos de compresión en caliente.

3.6.1 Curvas de fluencia representadas como esfuerzo verdadero frente deformación verdadera en función de la temperatura.

Los resultados obtenidos de los ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura se encuentran representados en las curvas de fluencia de las Figuras 3.22- 3.23. Las curvas de fluencia están representadas como esfuerzo verdadero frente deformación verdadera en función de la temperatura. Estas curvas de fluencia proporcionan la información necesaria sobre los mecanismos de ablandamiento, los cuales son necesarios para incrementar la ductilidad del material. En primer lugar se puede mencionar que las curvas presentan el comportamiento esperado cuando ocurre la recristalización dinámica [8,27,119]. Para poder llegar a la recristalización dinámica es imperativo proporcionar una cantidad de deformación crítica para el inicio de la recristalización, esto es, tras alcanzar un valor máximo de esfuerzo, se observa un ablandamiento adicional, después del cual el material alcanza un estado estable de fluencia. Dicho estado se alcanza de dos modos. Si las velocidades de deformación son relativamente altas y/o las temperaturas suficientemente bajas, el estado estable se alcanza directamente después del máximo. Es la denominada recristalización dinámica de pico simple. En otros casos (alta temperatura y baja velocidad de deformación), el estado estable se alcanza tras unas oscilaciones en la curva de fluencia. Es la denominada recristalización dinámica cíclica [8].

En la mayoría de las curvas de fluencia se observó la aparición de la recristalización dinámica y solo a elevadas velocidades de deformación (0.1 s^{-1}) y baja temperatura (900°C) algunas curvas presentan ablandamiento solo por restauración dinámica, ya que no presentan el pico característico de la recristalización dinámica. Por otro lado, las curvas siguen el comportamiento esperado, es decir, aumentar la temperatura o disminuir la velocidad de deformación reduce la resistencia a la deformación. Todos los aceros presentan un comportamiento a fluencia similar, con una velocidad de endurecimiento correspondiente a la deformación dada, y la clásica dependencia de σ_p y ϵ_p con la temperatura y la velocidad de deformación. σ_p y ϵ_p aumentan con el aumento de la velocidad de deformación y disminuyen cuando la temperatura aumenta. Además, se observa el comportamiento cíclico a bajas velocidades de deformación (0.001 s^{-1}) y alta temperatura (1100°C) sobre todo en el acero con 29 ppm B (B1).

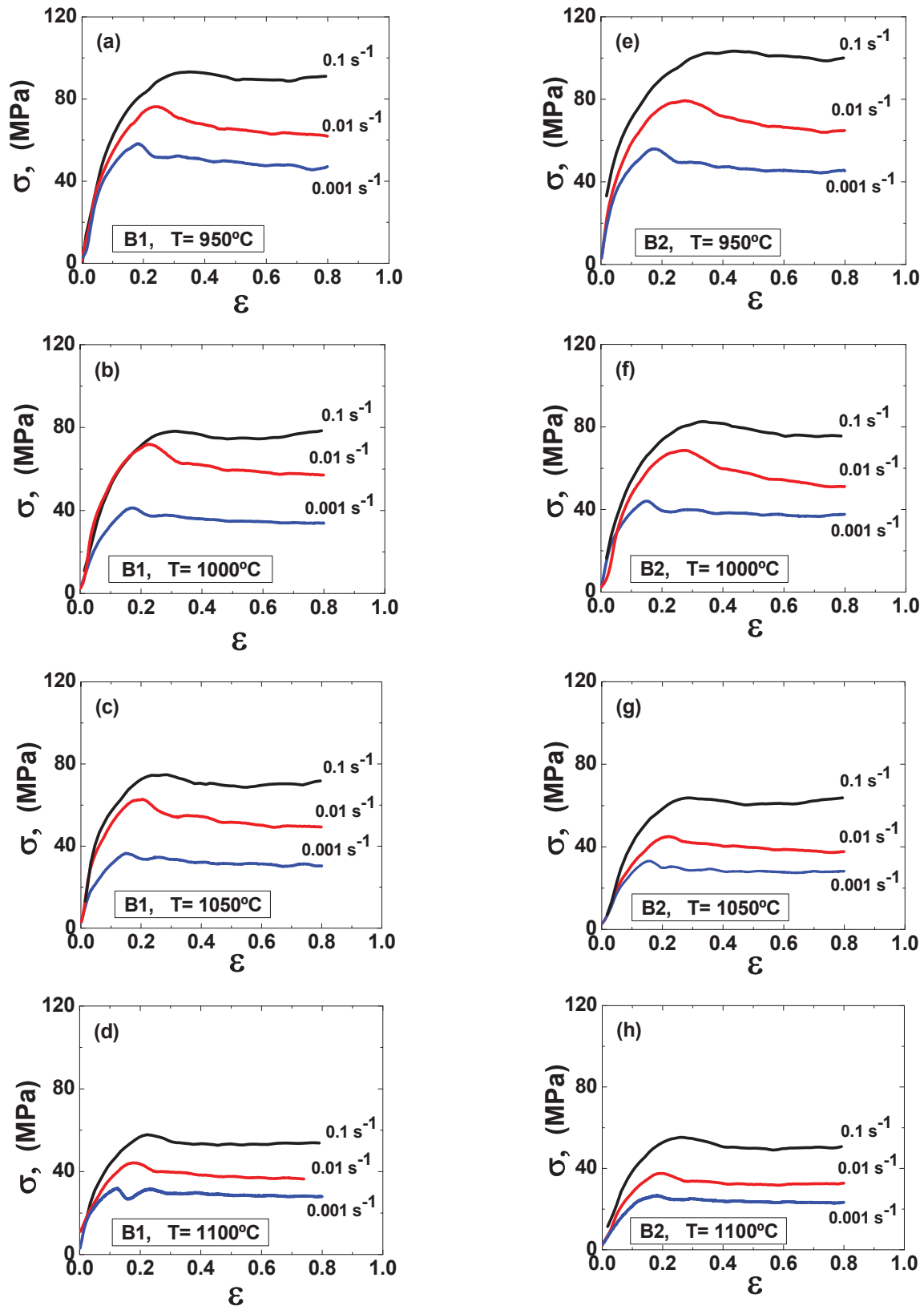


Figura 3.22. Curvas de fluencia en función de la temperatura, deformadas a diferentes temperaturas (950, 1000, 1050, 1100°C) y velocidades de deformación verdadera constante (0.001, 0.01, 0.1 s^{-1}), B1= Acero microaleado con 29 ppm de B y B2= Acero microaleado con 49 ppm de B.

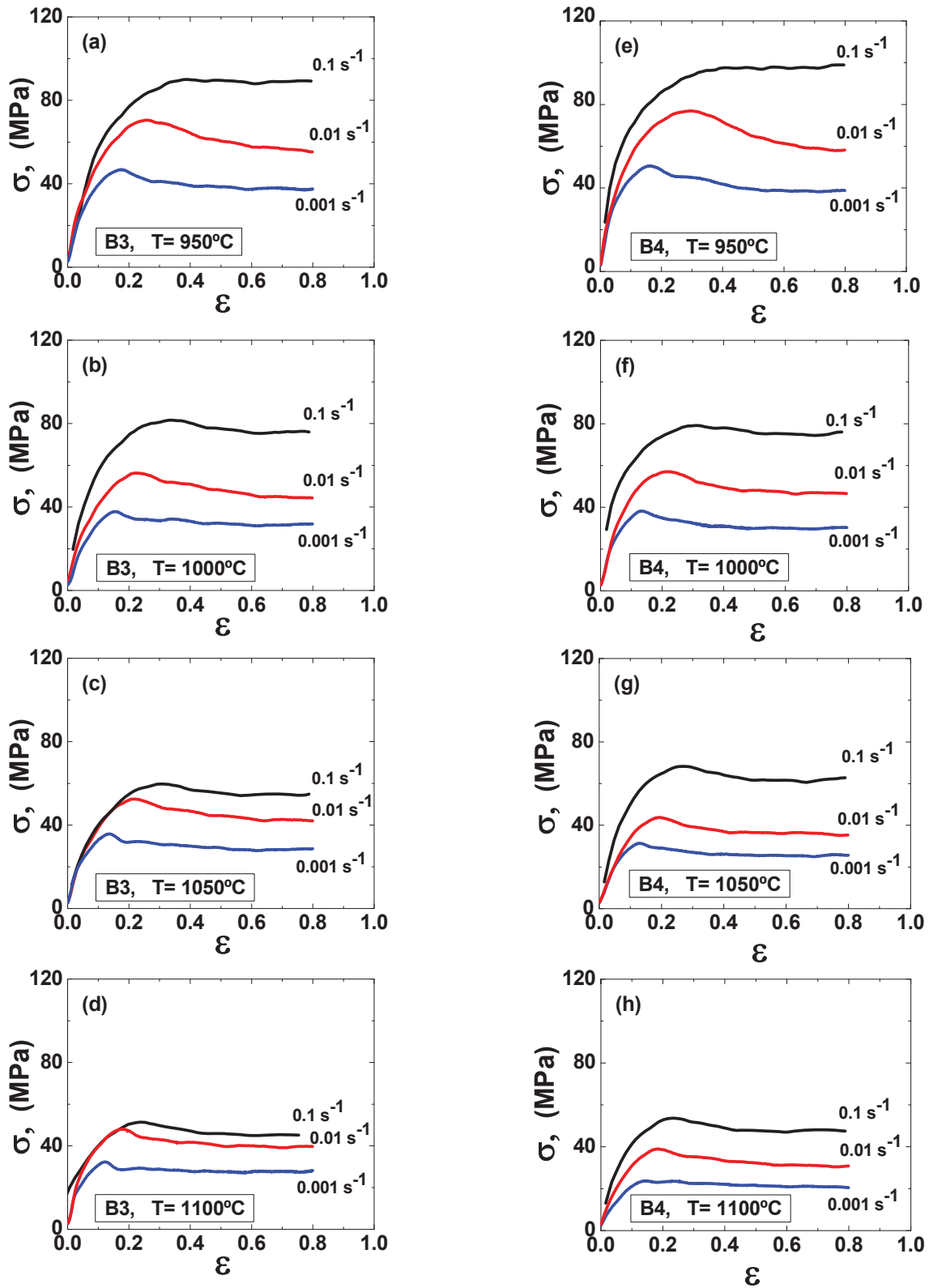


Figura 3.23. Curvas de fluencia en función de la temperatura, deformadas a diferentes temperaturas (950, 1000, 1050, 1100°C) y velocidades de deformación verdadera constante (0.001, 0.01, 0.1 s⁻¹), B3= Acero microaleado con 62 ppm de B y B4= Acero microaleado con 105 ppm de B.

3.6.2 Curvas de fluencia en función del contenido de boro.

En las Figuras 3.24-3.27, se encuentran agrupadas las curvas de fluencia en función del contenido de boro. En todos los casos analizados el acero con mayor contenido de boro (B4= 105 ppm) presenta siempre valores de esfuerzo y deformación pico menores que el acero de menor contenido de boro (B1= 29 ppm), lo cual indica que la adición de boro está produciendo un efecto de ablandamiento adicional al producido por el fenómeno de la recristalización dinámica en el acero. La recristalización dinámica aparece para las velocidades de 0.01 y 0.001 s⁻¹ cada vez a menor temperatura. También se observa que el boro adelanta el inicio de la recristalización dinámica, y esto es debido, como se ha reportado en estudios anteriores, [22,234-236] a que el boro como elemento intersticial puede segregarse promoviendo la actividad en los límites de grano austeníticos y facilitando el movimiento de las dislocaciones hacia el límite de grano durante la deformación a alta temperatura, lo cual facilita la aparición de la recristalización dinámica. Además, los átomos de boro pueden segregarse hacia el límite de grano de la austenita y ocupar los sitios de vacancias producidas por deformación evitando la formación y propagación de microgrietas aumentando la cohesión entre los granos y facilitando el flujo plástico y la deformación [177]. A velocidad de deformación de 0.1 s⁻¹, el fenómeno se observa menos, porque al ser un proceso rápido, no da tiempo a la reorganización de los átomos de boro y que éstos ocupen las vacantes producidas durante el proceso de deformación.

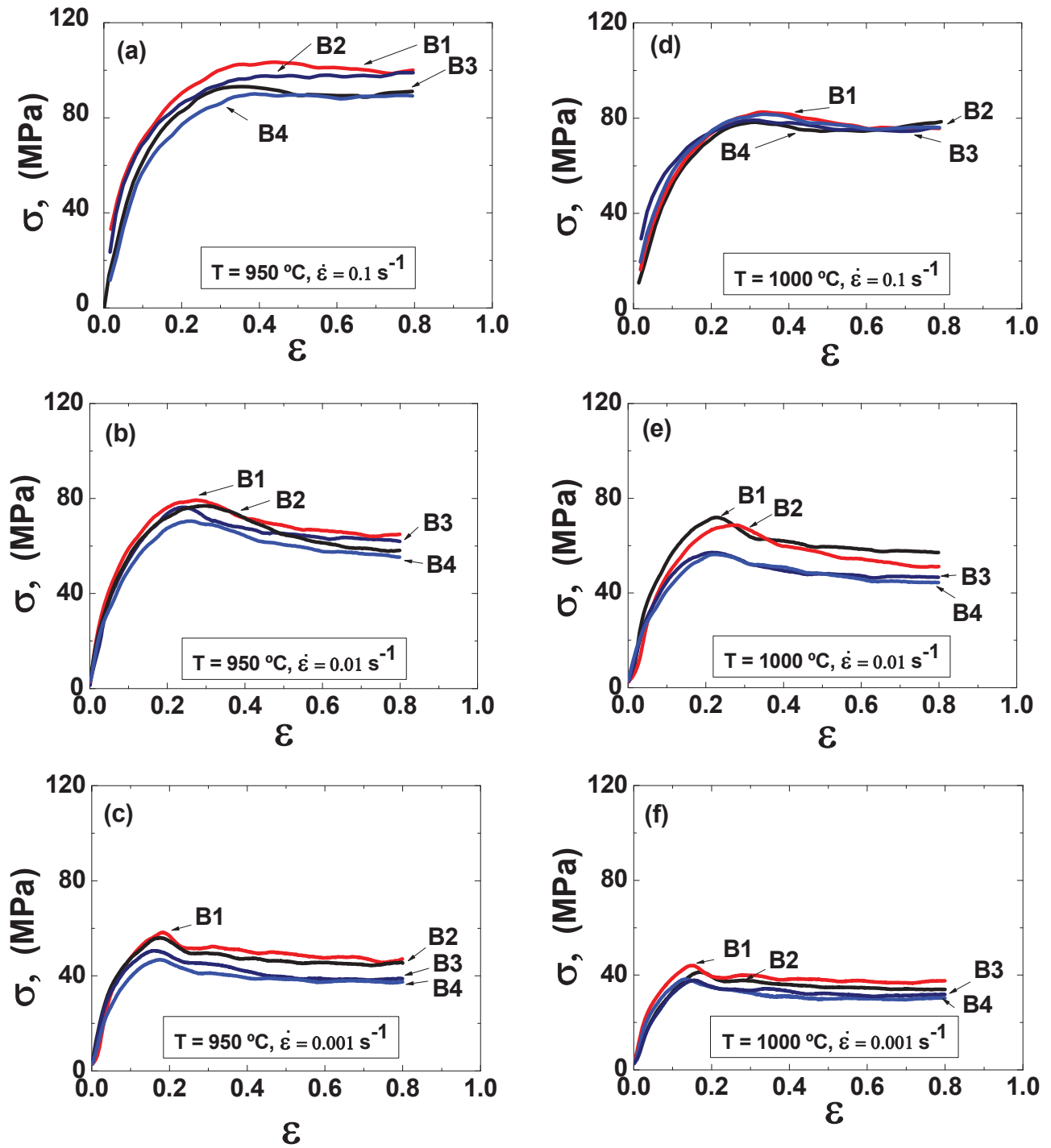


Figura 3.24. Curvas de fluencia en función del contenido de boro (B1= Acero con 29 ppm, B2= Acero con 49 ppm, B3= Acero con 62 ppm y B4= Acero con 105 ppm) deformadas a temperatura de 950 y 1000°C.

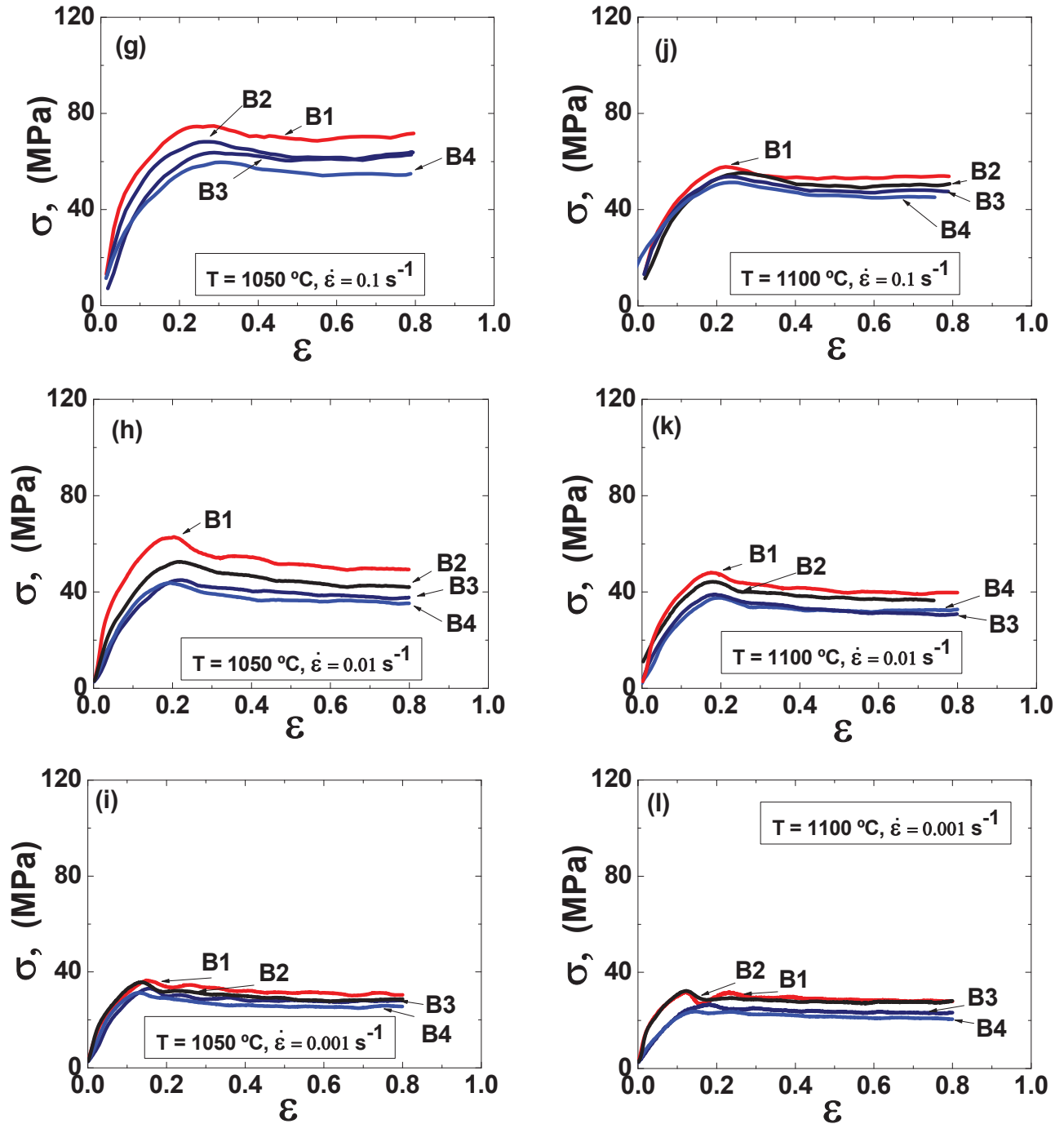


Figura 3.25. Curvas de fluencia en función del contenido de boro (B1= Acero con 29 ppm, B2= Acero con 49 ppm, B3= Acero con 62 ppm y B4= Acero con 105 ppm) deformadas a temperatura de 1050 y 1100°C.

3.6.3 Influencia de la velocidad de deformación sobre el esfuerzo y deformación pico a temperatura constante.

Las Figuras 3.26 y 3.27, muestran la influencia de la velocidad de deformación sobre el esfuerzo y deformación pico de los aceros microaleados al boro. En estas figuras se puede observar claramente que los valores de esfuerzo y deformación pico obtenidos son inferiores en todos los casos analizados en el acero con mayor contenido de boro (B4). Así, en términos generales, el acero de alto contenido de boro (B4) necesita una deformación menor para iniciar el proceso de recristalización dinámica que el acero de bajo contenido de boro (B1). Al aumentar el contenido de boro se presenta una morfología de la curva de fluencia diferente, debido a que para cada una de las temperaturas y velocidades de deformación utilizadas el esfuerzo y la deformación necesarios para el inicio de la recristalización dinámica disminuyen, y esto es un claro indicativo de que el boro está adelantando su inicio (ver Figura 3.26 y Figura 3.27). En estudios de fluencia en caliente en aceros realizados anteriormente con el elemento intersticial carbono [25] se encontró que éste también adelanta el inicio de la recristalización dinámica y, por el contrario, estudios realizados con elementos sustitucionales como el silicio [237] y fósforo [238] lo retrasan. El ablandamiento presentado en el acero es un hecho contrario a lo que cabría esperarse, ya que un aumento en el contenido de boro normalmente aumenta la dureza del acero a baja temperatura [15], y en este estudio se observa que cuando se deforma el acero a alta temperatura, a mayor contenido en boro, más blando es el acero y por otro lado, la presencia del boro retarda el proceso de la recristalización dinámica. Este resultado está acorde con estudios realizados anteriormente en aceros microaleados con niobio y boro [238,240,241]. El ablandamiento extra debido al mayor contenido de boro puede ser atribuido a la difusión [238] y segregación de los átomos de boro hacia los límites de grano de la austenita ocupando las vacancias generadas por la deformación aplicada [177], y a su vez modificando y reforzando la cohesión de los límites de grano austeníticos [242] y permitiendo un flujo plástico fácil en la red austenítica [177]. También ha sido observado que la segregación del boro es más intensa en los límites de grano de la austenita recristalizada [238]. Asimismo, puede deberse también a la diferencia presentada en relación con el efecto del mayor contenido de boro sobre el tamaño y evolución del grano austenítico durante el proceso de deformación plástica en caliente, ya que un grano fino facilita la aparición de la recristalización dinámica. En este sentido Lagerquist y Langerborg [237] encontraron que la adición de boro puede reducir el deslizamiento en los límites de grano y mejorar la ductilidad y fluencia en caliente.

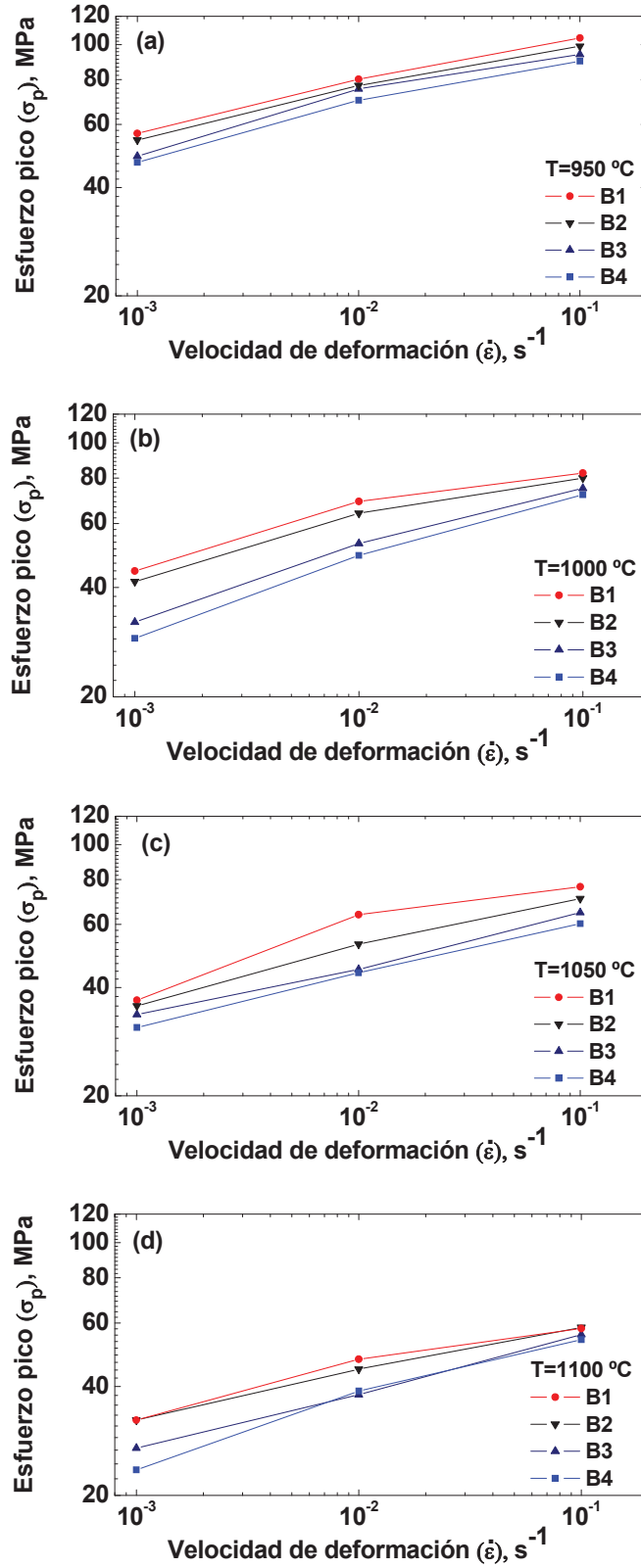


Figura 3.26. Influencia del esfuerzo pico sobre la velocidad de deformación a temperatura constante.

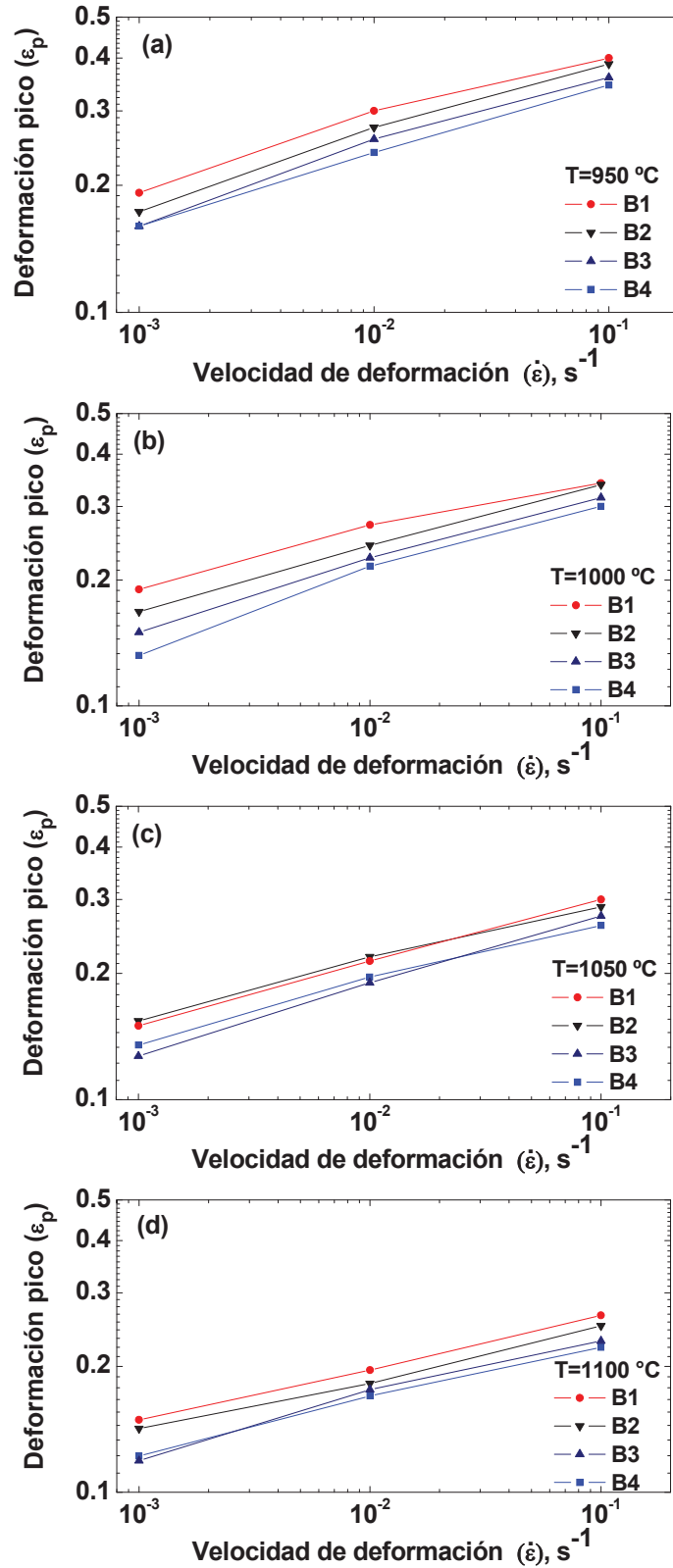


Figura 3.27. Influencia de la deformación pico sobre la velocidad de deformación a temperatura constante.

Las formas presentadas de las curvas experimentales de las Figuras 3.26 y 3.27, son similares a las que se presentan cuando hay ausencia de precipitación (ver Figura 1.24), por lo cual el efecto del boro en la cinética de la recristalización dinámica es solo del tipo de arrastre de soluto.

3.6.4 Efecto del contenido de boro sobre el tamaño del grano austenítico después de la compresión en caliente.

La Figura 3.28 presenta el tamaño de grano austenítico obtenido durante la compresión en caliente para los aceros microaleados con 29 y 105 ppm de boro a temperaturas de 950, 1000 y 1050°C con velocidad de deformación verdadera constante de 0.01 s^{-1} . En estas microestructuras se observa claramente que el acero con menor contenido de boro (B1) presenta un tamaño de grano austenítico mayor que el acero con mayor contenido de boro (B4). Esta diferencia en tamaño de grano austenítico está directamente relacionado con las curvas de fluencia obtenidas ya que el comportamiento de pico múltiple es mucho más notorio en el acero de bajo contenido de boro (B1) que en el de alto contenido (B4), o en otras palabras, la recristalización cíclica está más favorecida en el acero B1, lo cual indicaría un crecimiento de grano austenítico mayor [234], tal y como se observa en la Figura 3.28. Es bien sabido que el pico único está asociado a una desincronización del proceso de recristalización en diferentes regiones del material. Los picos múltiples son, por ende, debidos a la alta sincronización en el proceso de recristalización en diferentes regiones del material. El primer caso (pico simple) es considerado a causa del refinamiento de grano, mientras que el segundo caso (pico múltiple) es debido al ensanchamiento o crecimiento del grano, aunque la evidencia de la evolución del tamaño de grano muestra la posibilidad de múltiples picos con algunos granos refinados [234]. En el acero con mayor contenido de boro (B4) se observan zonas con granos más finos recristalizados totalmente. La recristalización dinámica presentada y aunada al efecto del mayor contenido de boro produjo un tamaño de grano austenítico más fino en el acero, sin descartar la posible presencia de partículas de segunda fase.

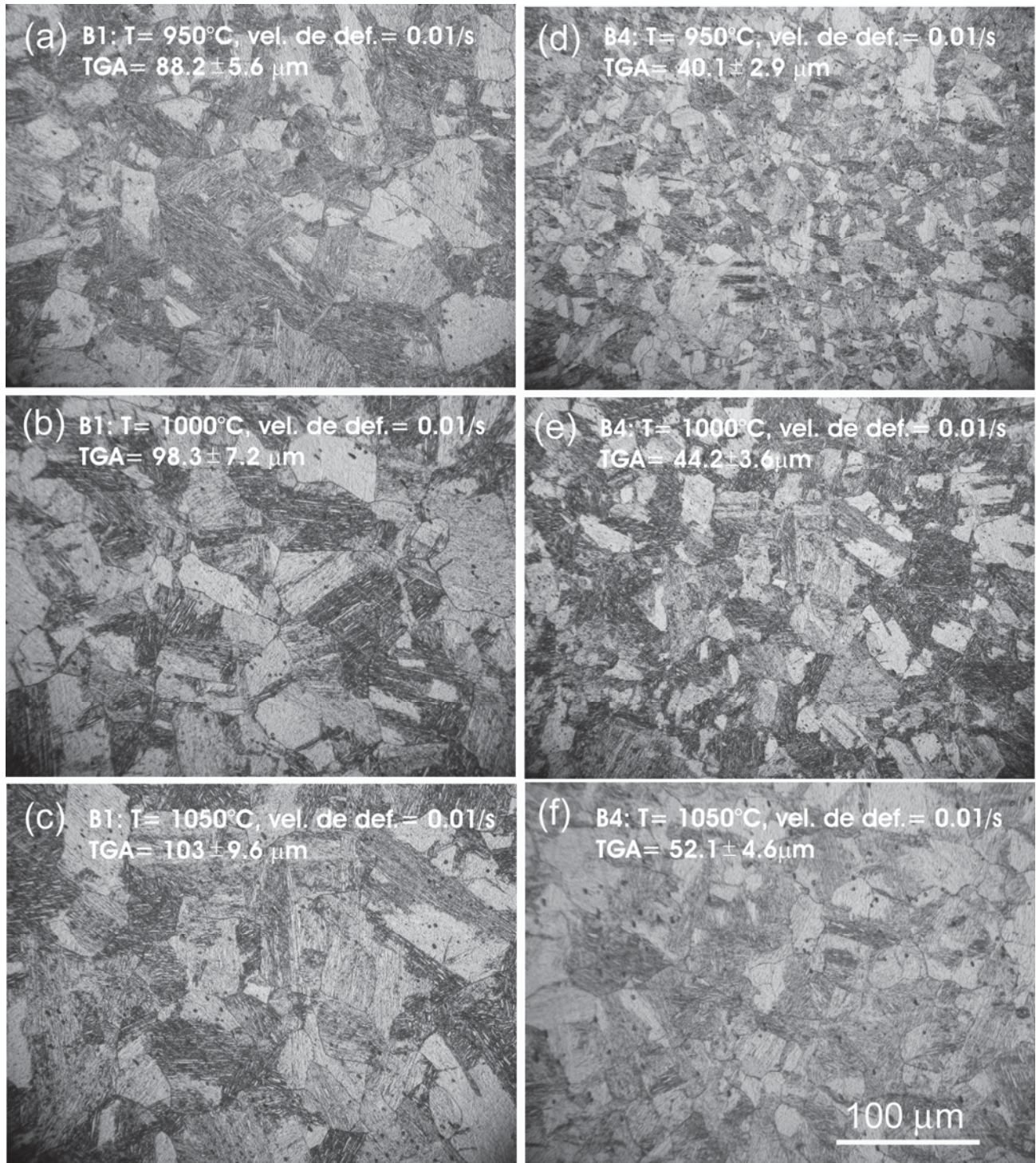


Figura 3.28. Microestructuras obtenidas después de la compresión en caliente B1= acero con 29 ppm de boro; B4= acero con 105 ppm de boro, (TGA= Tamaño de grano austenítico).

3.7 Modelación de curvas de fluencia.

3.7.1 Efecto del boro en el inicio de la recrystalización dinámica.

Uno de los puntos más característicos en la curva de fluencia en caliente es la llamada deformación de pico, ϵ_p , para el inicio de la recrystalización dinámica. Tradicionalmente, esta deformación está asociada con el esfuerzo máximo, también llamado esfuerzo pico, σ_p , en la curva de fluencia. A partir de las curvas experimentales de fluencia, las deformaciones asociadas con el esfuerzo pico o el primer máximo en el esfuerzo en el caso de curvas cíclicas, fueron determinadas y representadas como velocidad de deformación verdadera constante contra el parámetro de Zener Hollomon (Z), tal y como es mostrado en la Figura 3.29. Como es de esperarse, es necesario de una mayor deformación para el inicio de la recrystalización dinámica al incrementar las velocidades de deformación. El análisis comparativo realizado para los cuatro aceros microaleados con boro, indica que para todas las temperaturas y velocidades de deformación evaluadas, el acero con menor contenido de boro (B1) necesita una deformación mayor que el acero con más alto contenido de boro (B4) para el inicio de la recrystalización dinámica (ver Figura 3.29). Lo cual es un claro indicativo de que el mayor contenido de boro en el acero (105 ppm) está acelerando el inicio de la recrystalización dinámica. Al respecto, varios autores [39,40,238] han reportado que durante la deformación en caliente el boro segrega hacia los límites de grano de la austenita promoviendo el desorden y como consecuencia un incremento en la movilidad de las dislocaciones en el límite de grano, que facilita la aparición o inicio de la recrystalización dinámica. Como ya fue mencionado en la introducción, la segregación del boro y su efecto sobre los límites de grano de la austenita juegan un papel muy importante durante la deformación a alta temperatura y la recrystalización dinámica. Desde este punto de vista se puede concluir que los límites de grano pueden actuar como sitios potenciales para la nucleación de la recrystalización dinámica cuando el boro está presente. Información reportada en aceros indica que los átomos sustitucionales tienden a incrementar la energía de activación para la deformación de la austenita y consecuentemente retrasar el inicio de la recrystalización dinámica [240-242,244], mientras átomos intersticiales como es el caso del boro promueven una disminución de la energía de activación y como consecuencia aceleran el inicio de la recrystalización dinámica. Asimismo en la Figura 3.29 se encuentran graficados los valores de la deformación de pico en función del parámetro de Zener-Hollomon, Z , tomando como energía de activación la de autodifusión de la austenita (270 kJ/mol). Los exponentes que afectan el parámetro

de Zener-Hollomon son los mismos que usualmente han sido reportados en la literatura para aceros al carbono (≈ 0.15). Como se puede observar una vez más en la Figura 3.29, el exponente m_ϵ tiende a disminuir significativamente cuando el contenido de boro es aumentado. De igual forma, pequeños valores de K_I son observados cuando incrementa el contenido de boro. Estas diferencias pueden ser explicadas por el efecto del boro como un elemento de aleación intersticial sobre la aceleración de el inicio de la recristalización dinámica [244].

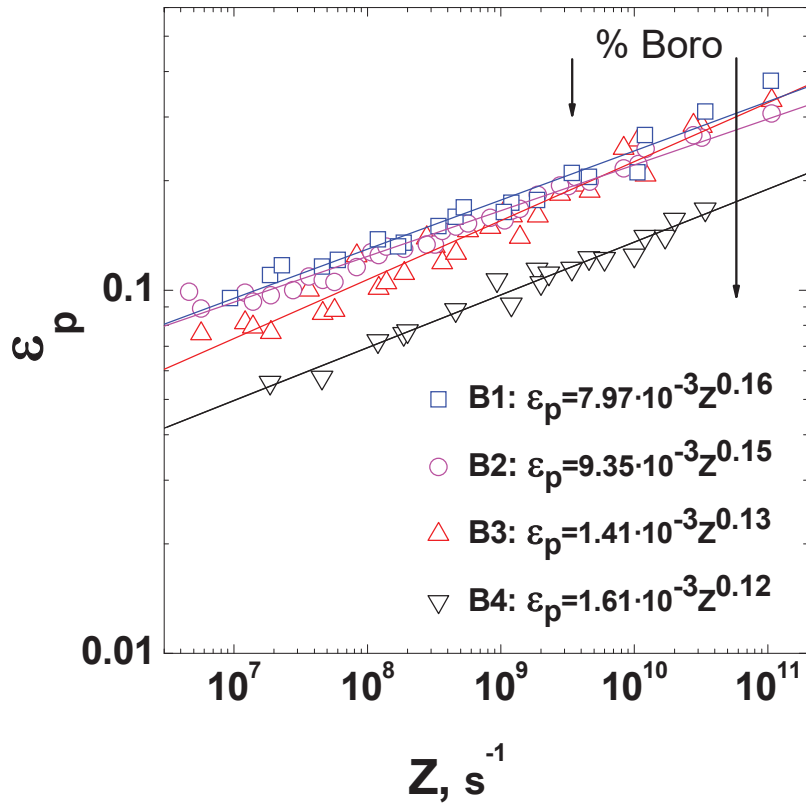


Figura 3.29. Dependencia de la deformación pico sobre el parámetro de Zener-Hollomon.

3.7.2 Efecto del boro en la cinética de la recristalización dinámica.

En la Figura 3.30, se muestran los gráficos de la fracción de volumen recristalizado versus tiempo para las curvas $\sigma - \epsilon$ obtenidas para el acero con menor y mayor contenido de boro. Solo la porción de la curva de fluencia desde el esfuerzo pico al esfuerzo de estado estable fue considerada en esta parte del estudio. A partir de esta figura se puede observar que en general los datos tienden a ajustarse linealmente. El exponente k de Avrami también fue determinado para cada curva de fluencia. Un valor de 1.3 fue obtenido para el acero con menor contenido de boro (B1), mientras que

para el acero con mayor contenido de boro (B4) se obtuvo un valor de 1.6. Estos valores son consistentes con valores reportados en la literatura [28], que están en el rango de entre 1 y 4. Ha sido demostrado que k debe caer en valores entre 1 y 4, dependiendo del tipo de los sitios de nucleación involucrados y si la saturación de estos sitios de nucleación ha sido alcanzada. De acuerdo con esta teoría, valores de $k= 1$ son esperados cuando la nucleación toma lugar en los límites de grano, $k= 2$ para nucleación en los bordes, y $k= 3$ para nucleación en las esquinas. Los valores anteriores son validos cuando los sitios de nucleación están saturados. Los presentes resultados ($k \approx 1$ a 2) apoyan la evidencia experimental para la aparición de la nucleación en los límites de grano o en los bordes en aceros microaleados con boro.

En la Tabla 3.5 se muestran los valores de las constantes obtenidos para el $t_{50\%}$ de recristalización en los cuatro aceros microaleados al boro. Aquí es importante mencionar que las diferencias más significativas presentes en todos los aceros son localizadas en la energía de activación, Q_t , y en la constante K_2 . La constante K_2 es considerablemente mayor (hasta dos órdenes de magnitud) en el acero con mayor contenido de boro (B4) que en los de menor contenido (B1). En otras palabras, la cinética de la recristalización dinámica es notablemente mucho más lenta en el acero (B4) que en el (B1). En este caso es evidente que las adiciones de boro promueven un retraso en la recristalización dinámica durante la deformación en caliente del acero. Este efecto de retraso en la recristalización dinámica ya ha sido reportado por otros autores en estudios realizados en aceros microaleados con Nb y B [243-248].

Tabla 3.5. Constantes para el $t_{50\%}$ [Ecuación (2.6)].

Acero	K_2	m_t	Q_t (kJ/mol)
B1	8.410^{-7}	-0.85	126
B2	2.610^{-6}	-0.82	116
B3	9.910^{-6}	-0.78	108
B4	2.210^{-5}	-0.75	102

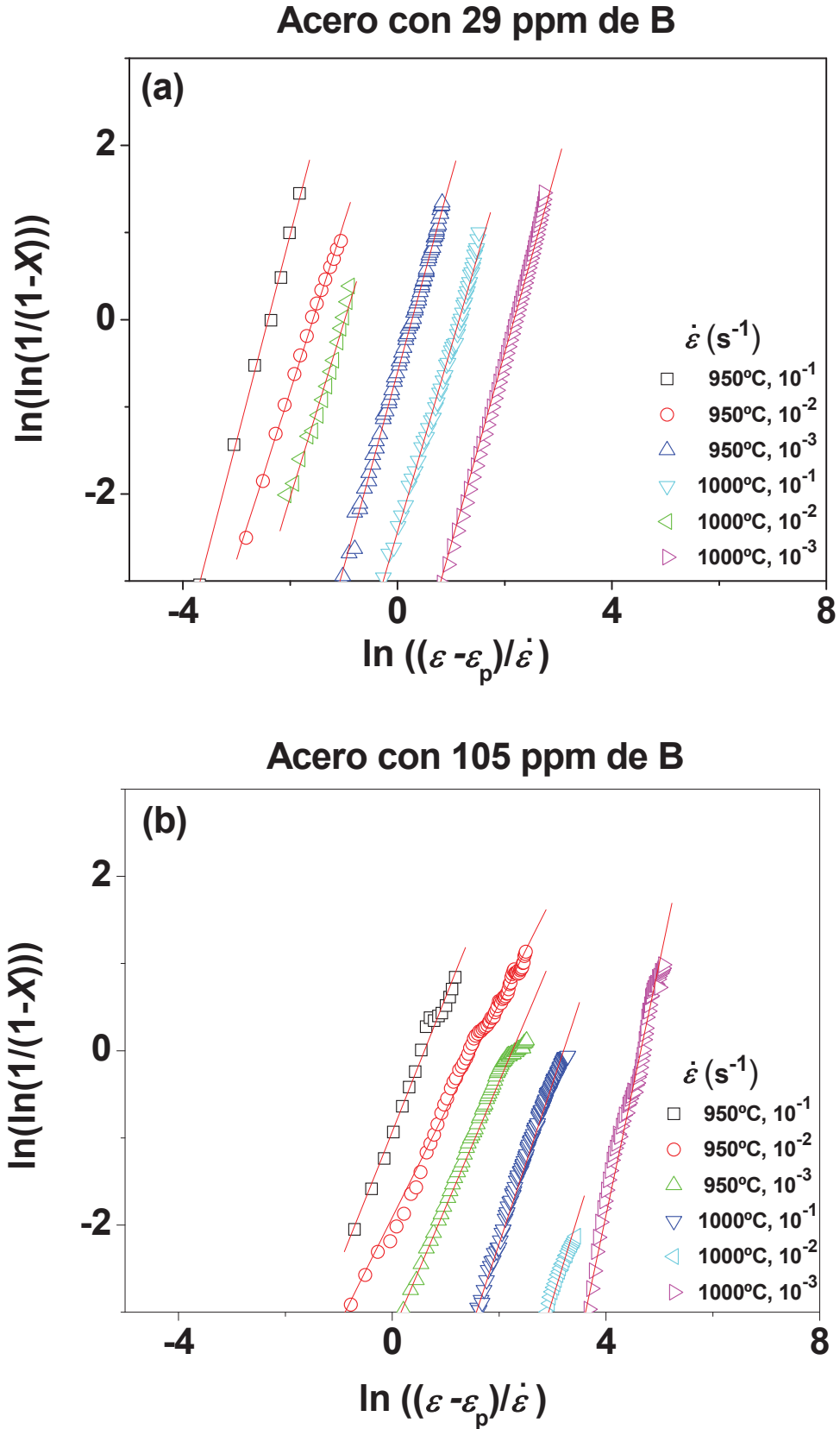


Figura 3.30. Gráficos de la fracción de volumen recristalizado versus tiempo; (a) Acero con 29 ppm de B, (b) Acero con 105 ppm de B.

3.7.3 Efecto del boro sobre los valores de esfuerzo.

El ajuste de los valores experimentales del esfuerzo pico para cada acero y condición de ensayo a la ecuación (2.7) se muestran en la Figura 3.31, junto con los valores de A y α que también fueron obtenidos para cada acero microaleado con boro. En primer lugar cabe destacar la excelente correlación de los esfuerzos a la expresión (2.7). Las líneas de ajuste despliegan valores de esfuerzo mayores en el acero con menor contenido de boro (B1) que en el acero con mayor contenido de boro (B4). La constante A es sistemáticamente mayor en el acero B4 que en el B1. Respecto a los valores del parámetro α , en el acero B4 se obtuvieron valores menores. Estas diferencias indican que el esfuerzo pico está fuertemente influenciado por las adiciones de boro al acero. De acuerdo con algunos modelos [203], la constante A es una especie de factor de estructura, relacionada con el vector de Burgers, la frecuencia de vibración atómica, distancia media entre jogs, etc. Asimismo, el buen ajuste de los datos experimentales a la ecuación (2.7), 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.

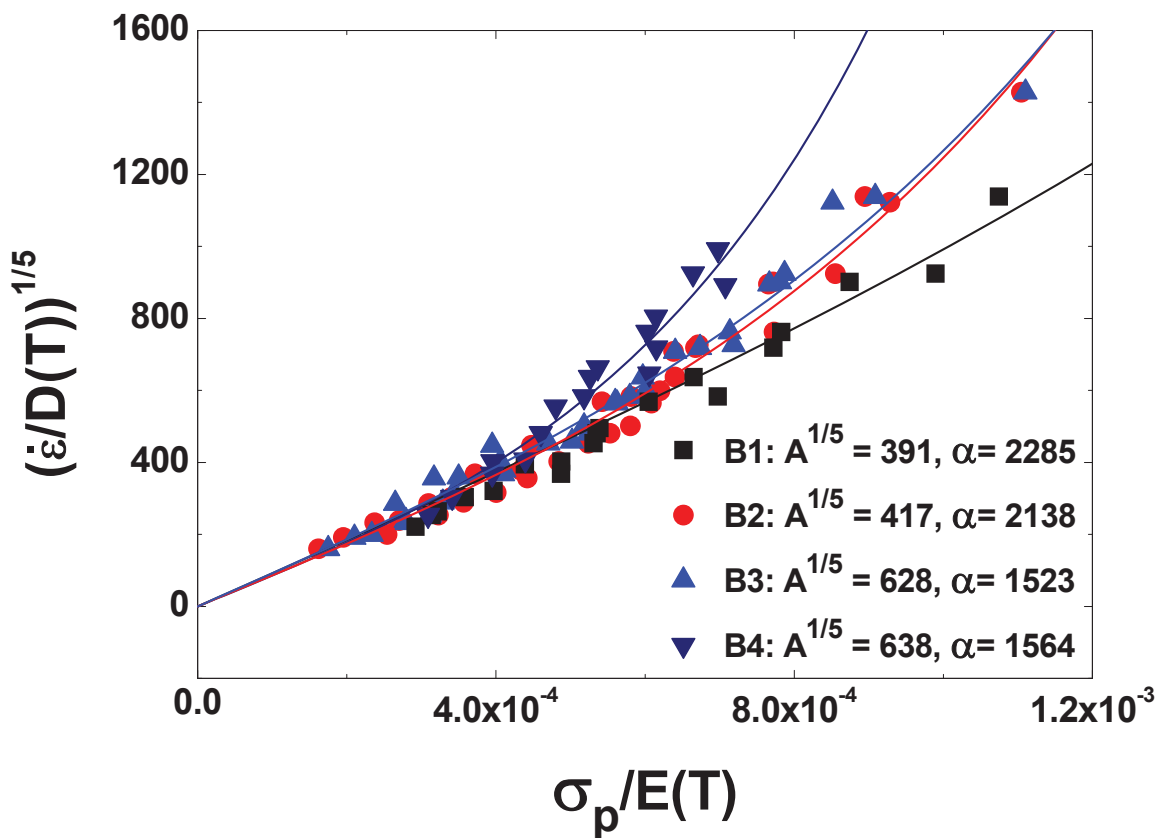


Figura 3.31. Ajuste de los valores del esfuerzo pico a la ecuación (2.7) para todos los aceros microaleados con boro.

3.7.4 Ecuaciones cinéticas para los términos de endurecimiento por deformación y de restauración dinámica.

En este trabajo el acero con menor contenido de boro (B1) presenta valores de endurecimiento mayores ($U(\alpha'b)^2$) que el acero con mayor contenido de boro (B4), como puede ser visto en la Figura 3.32. En esta figura se aprecia que el exponente m_U y la constante K_U son mayores en el acero B1 que en el B4. Además, estos valores están acordes con los reportados en la literatura para aceros al carbono [206]. En relación al término de ablandamiento Ω , es posible considerarlo como dependiente de la velocidad de deformación y de la temperatura, ya que la restauración dinámica es un fenómeno activado térmicamente.

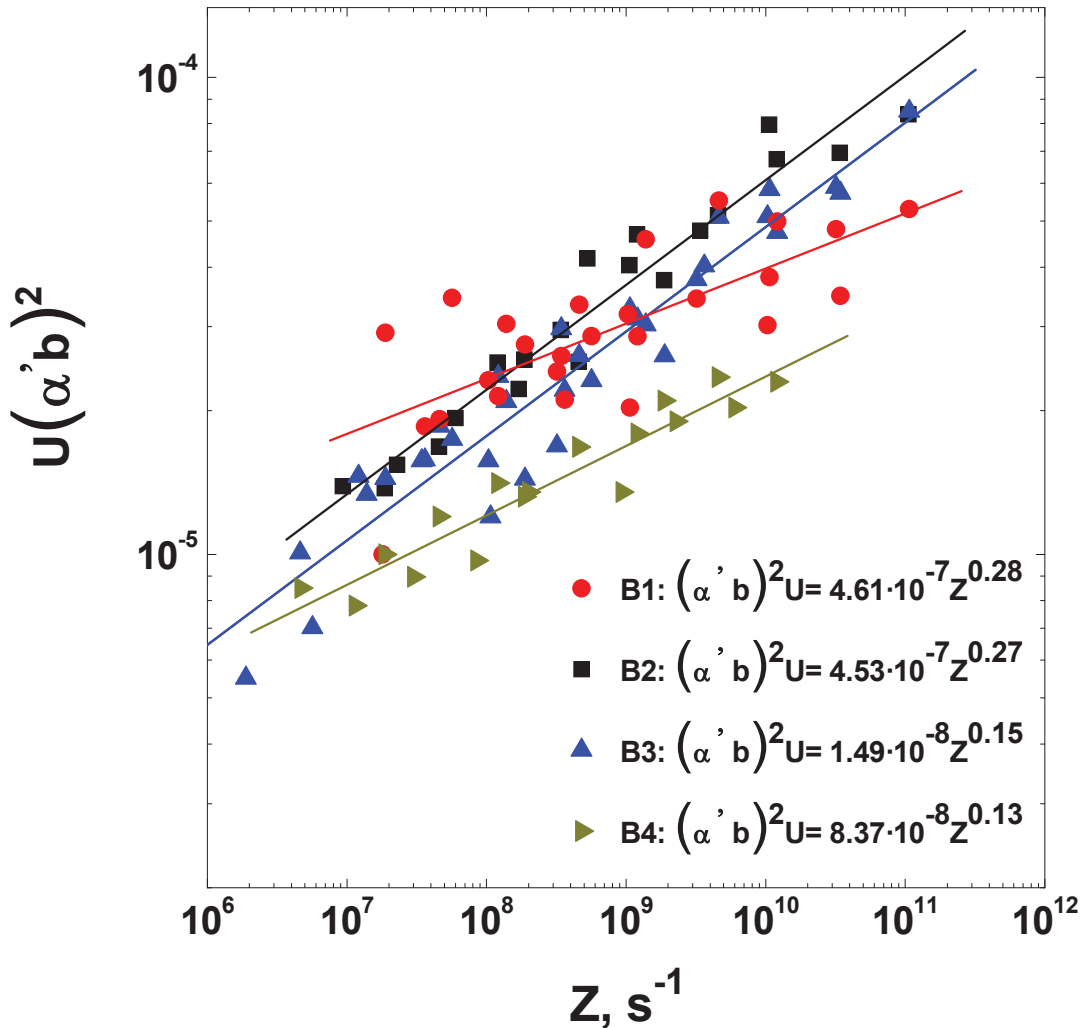


Figura 3.32. Dependencia de los parámetros de endurecimiento (U) sobre el parámetro de Zener-Hollomon (Z).

En la Figura 3.33 se muestra la dependencia de los parámetros de ablandamiento (Ω) sobre el parámetro de Zener-Hollomon (Z) para los cuatro aceros microaleados al boro. Todos los aceros despliegan un comportamiento similar respecto al parámetro de ablandamiento (Ω), pero los valores mayores se presentan en el acero B4. Como consecuencia, este efecto deberá promover niveles de esfuerzo menores en el acero B4 cuando es deformado en caliente, tal y como fue observado en todas las curvas de fluencia en caliente experimentales.

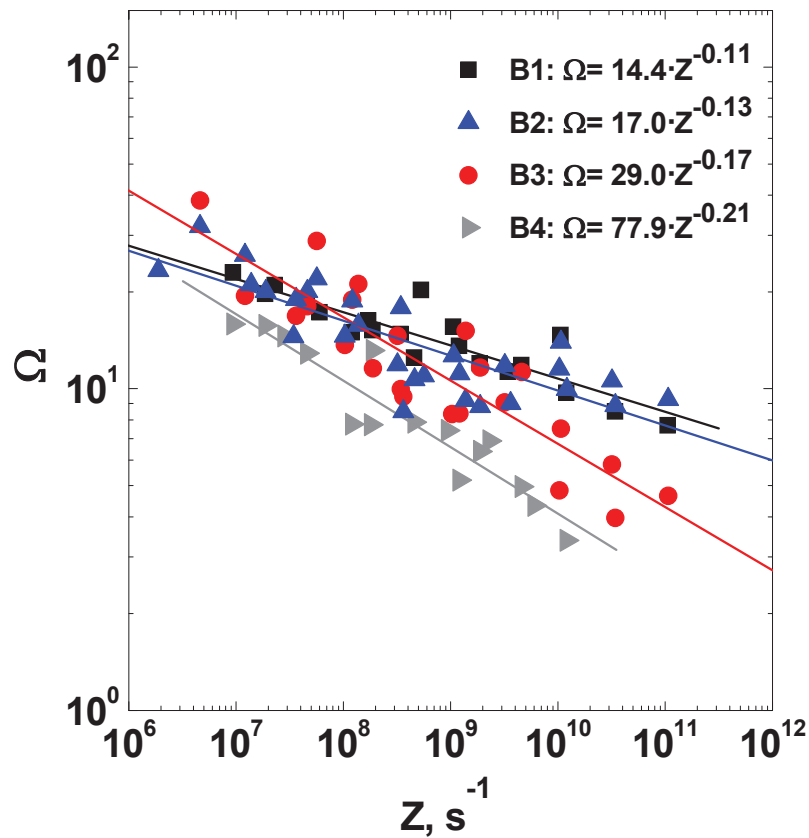


Figura 3.33. Dependencia de los parámetros de ablandamiento (Ω) sobre el parámetro de Zener-Hollomon (Z).

Por consiguiente, cabe indicar que el modelo aquí desarrollado (válido únicamente para modelar la recristalización dinámica de pico simple), predice con notable precisión ($R^2 = 0.98$) el comportamiento experimental observado, tal y como se muestra en las Figuras 3.34-3.37 en las que se comparan las curvas de fluencia experimentales con el comportamiento teórico previsto. 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 microaleado al boro.

Tabla 3.6. Parámetros característicos de las ecuaciones constitutivas obtenidas para cada etapa de deformación de la curva de fluencia en caliente.

Parámetro	Acero B1	Acero B2	Acero B3	Acero B4
$A_p^{1/5} \text{ (m}^{-2}\text{)}$	391	417	628	638
α_p	2285	2138	1523	1564
$A_{ss}^{1/5} \text{ (m}^{-2}\text{)}$	786	809	1896	1473
α_{ss}	1541	1496	667	200
K_ε	7.97 E-3	9.35 E-3	1.41 E-3	1.61 E-3
m_ε	0.16	0.15	0.13	0.12
K_Ω	14.4	17	29	77.9
m_Ω	-0.11	-0.13	-0.17	-0.21
K_2	8.4 E-7	2.6 E-6	9.9 E-6	6.87 E-5
m_t	-0.85	-0.82	-0.78	-0.75
K_{Avrami}	1.3	1.4	1.6	1.6
$Q_t \text{ (KJmol}^{-1}\text{)}$	126	116	118	102
K_U	4.16 E-7	4.53 E-7	1.49 E-8	8.37 E-8
m_U	0.28	0.27	0.15	0.13

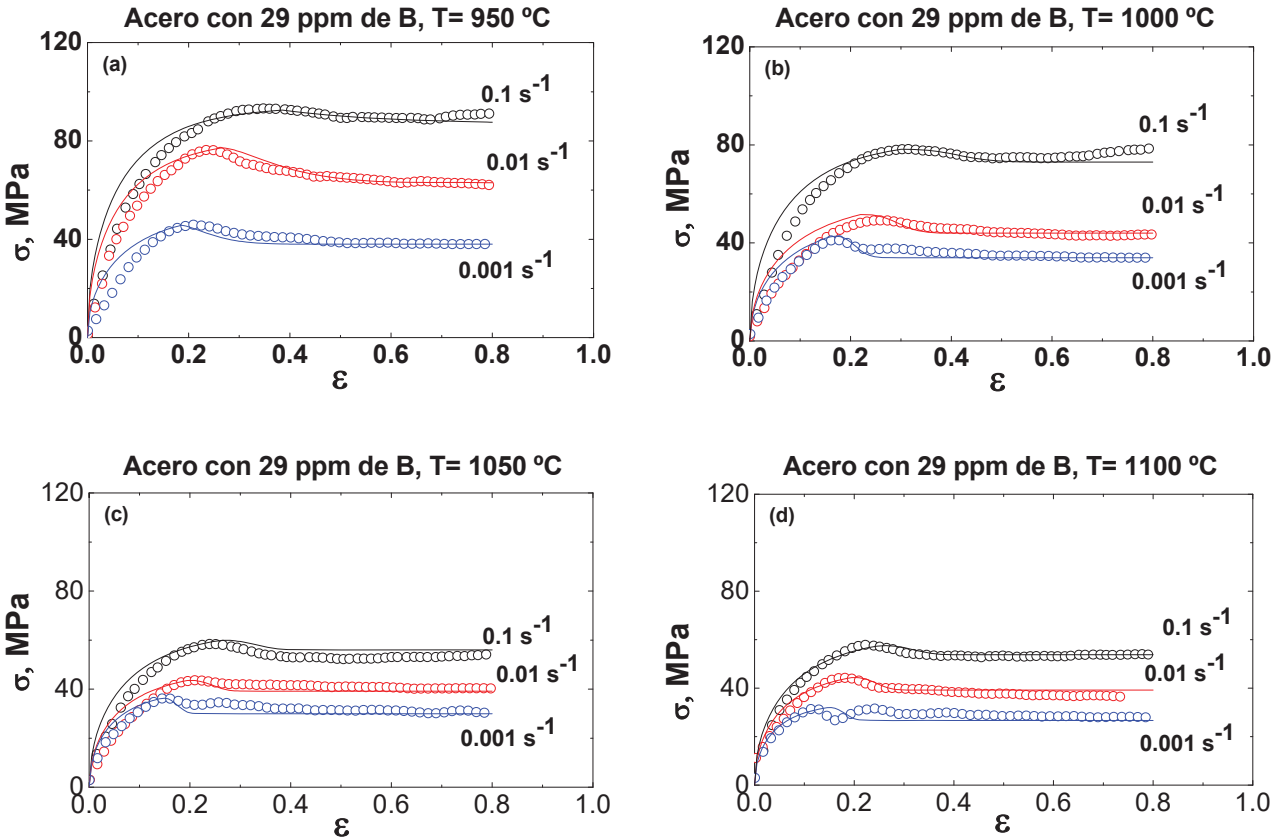


Figura 3.34. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 29 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.

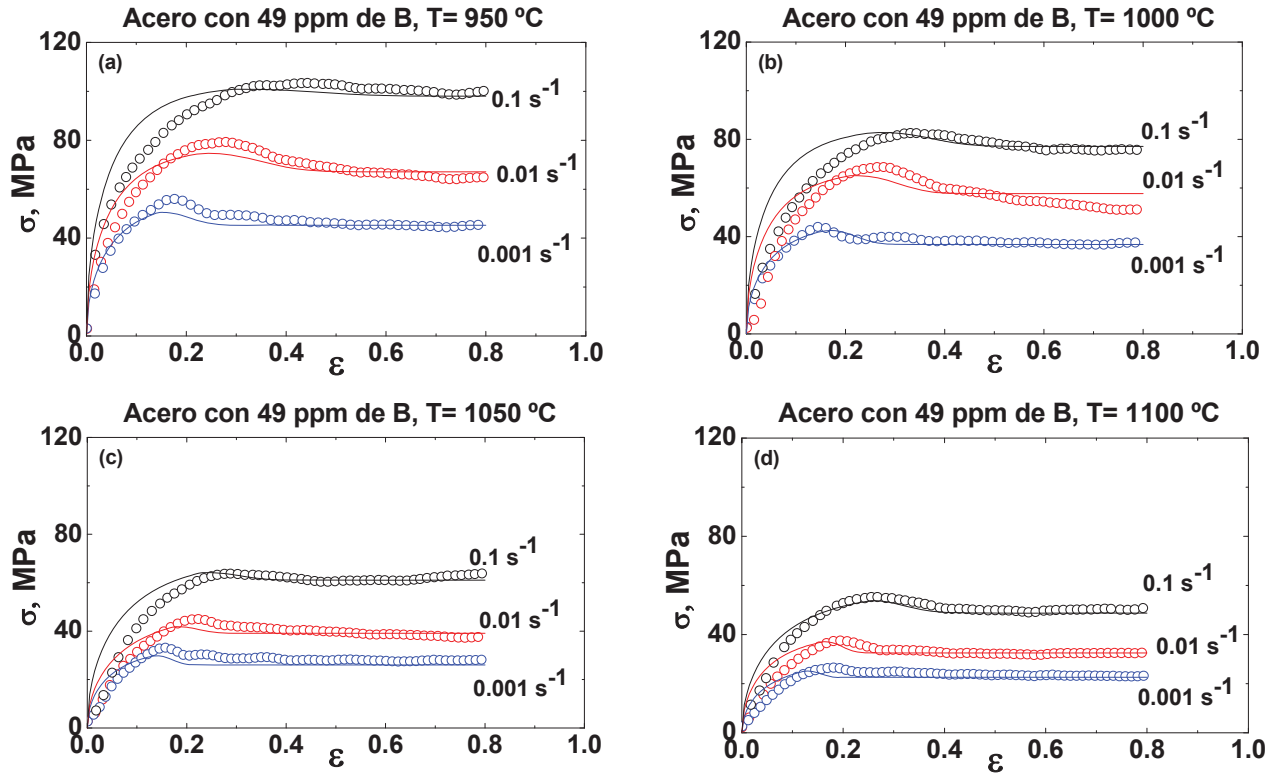


Figura 3.35. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 49 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.

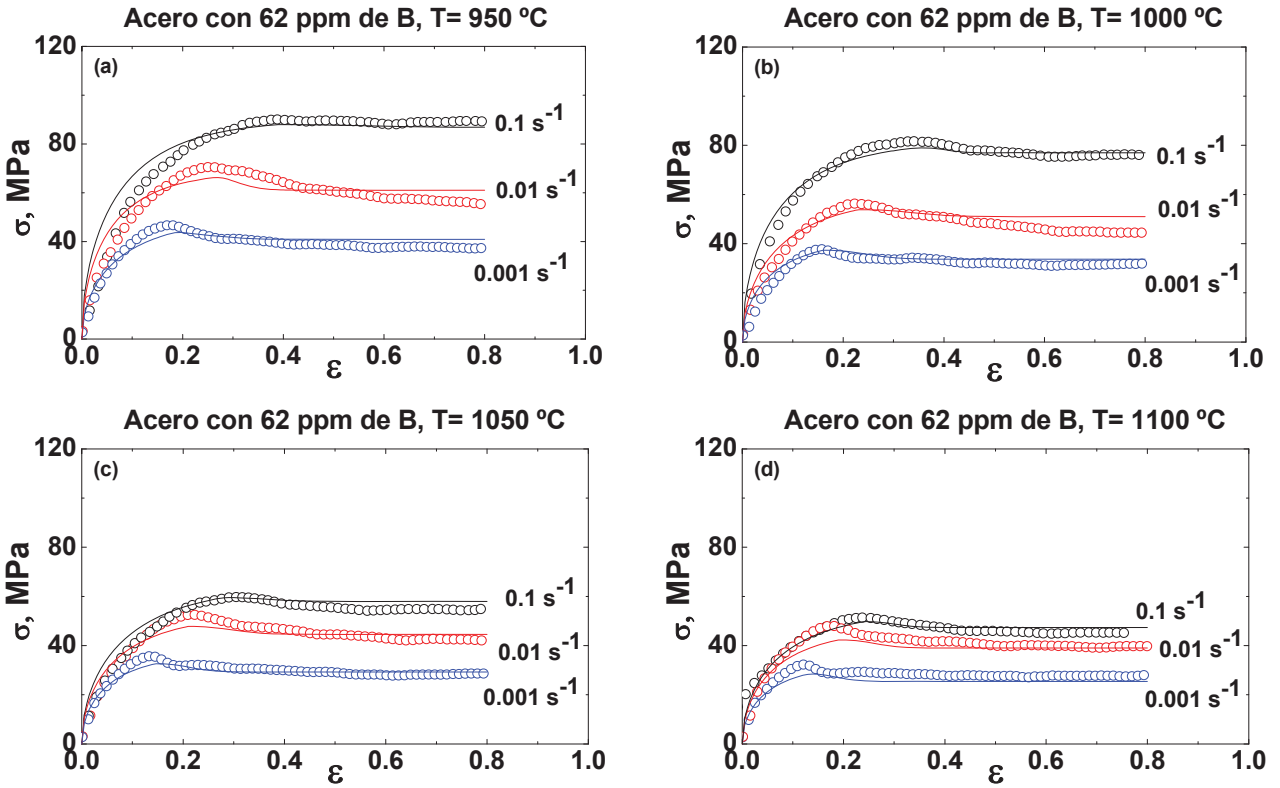


Figura 3.36. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 62 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.

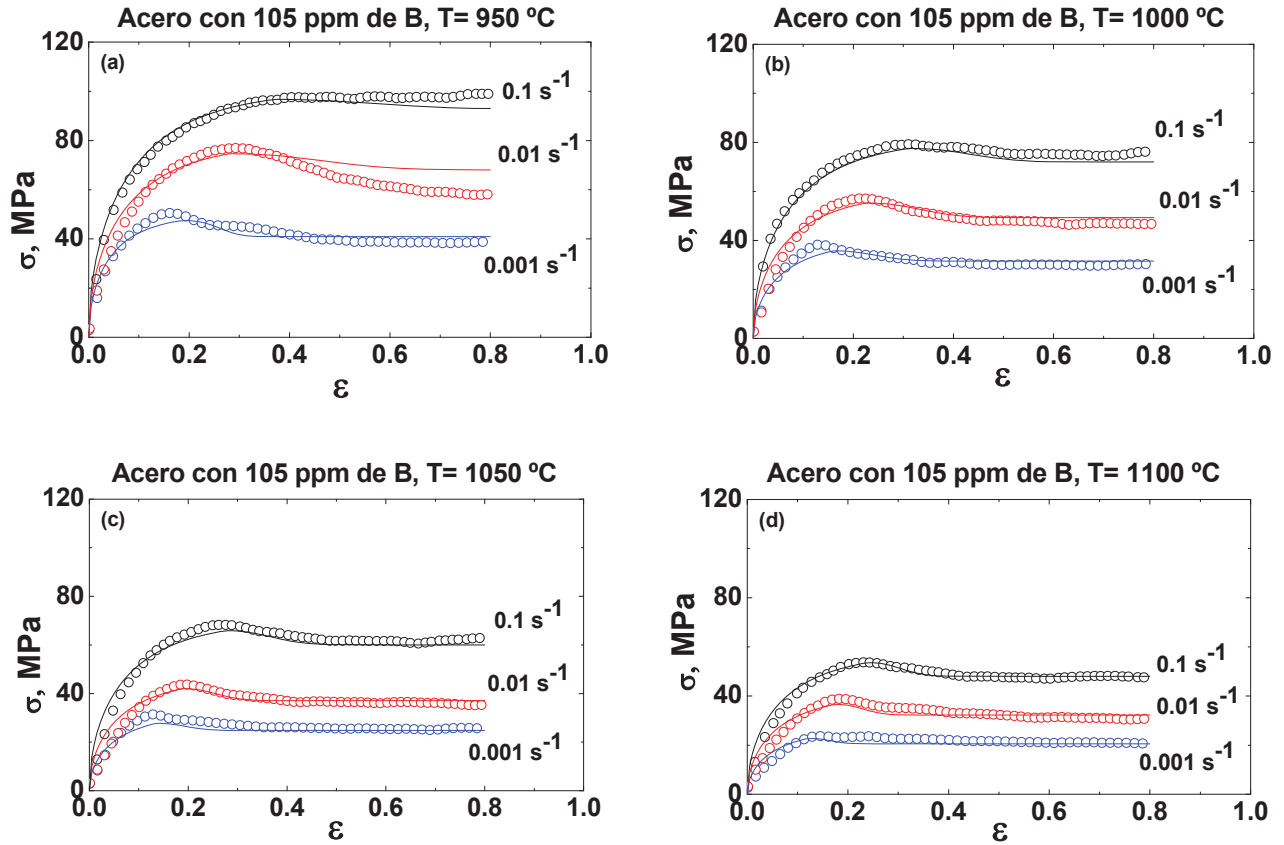


Figura 3.37. Curvas de fluencia experimentales (símbolo) y modeladas (línea continua) del acero microaleados con 105 ppm de boro a diferentes temperaturas y velocidades de deformación verdadera constante.

3.8 Determinación de las condiciones críticas asociadas con el inicio y cinética de la recristalización dinámica.

La Figura 3.38 presenta las graficas de velocidad de endurecimiento por deformación contra esfuerzo verdadero, θ - σ , para el acero con menor (B1) y mayor (B4) contenido de boro a temperatura de 950°C y velocidad de deformación verdadera constante de 0.001, 0.01 y 0.1 s⁻¹. En esta figura se muestran los valores de esfuerzo pico de 59, 80 y 105 MPa para el acero B1 y 47, 70 y 90 MPa para el acero B4. En esta misma figura se aprecia claramente que los valores del esfuerzo pico son mayores para el acero B1 que para el acero B4, tal como se reporta en las secciones 3.6.3 y 3.7.3.

La Figura 3.39, muestra que el esfuerzo crítico para el acero B1 a 950°C y 0.001 s⁻¹ es 47.5 MPa, mientras que para el acero B4 es 40.5 MPa, lo cual indica una aceleración en el inicio de la recristalización dinámica en el acero debido a las adiciones de boro.

En la Figura 3.40 se presentan las curvas de esfuerzo-deformación verdaderas a 950°C y 0.1 s⁻¹ con el esfuerzo pico y crítico identificados para el inicio de la recristalización dinámica en los aceros B1 (29 ppm de B) y B4 (105 ppm de B). La deformación crítica aquí para el acero B1 es 0.353 y la deformación pico es 0.442 mientras que para el acero B4 la deformación crítica es 0.258 y la deformación pico es 0.323.

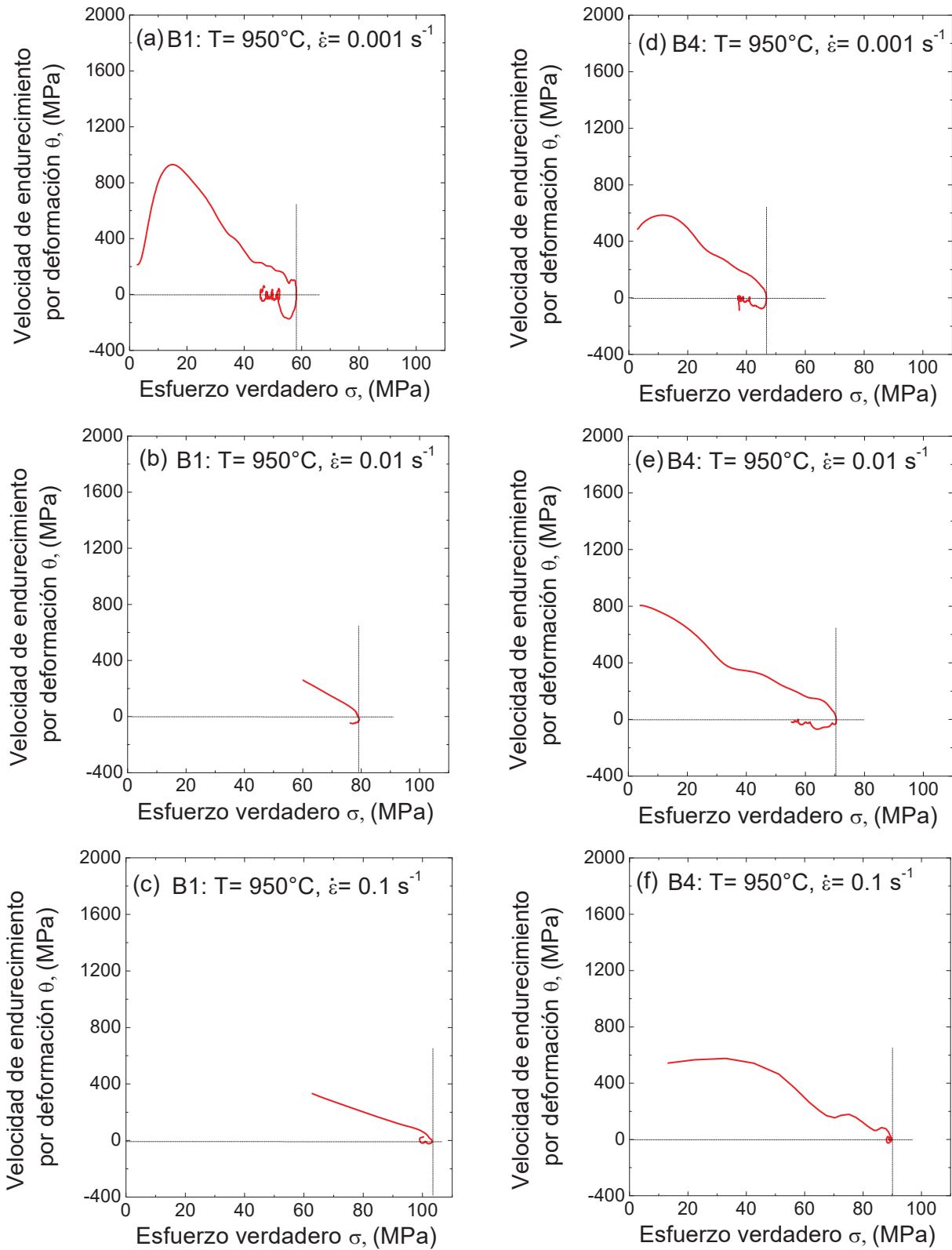


Figura 3.38. Velocidad de endurecimiento por deformación contra esfuerzo verdadero a 950°C y $0.001, 0.01, 0.1 \text{ s}^{-1}$, para los aceros B1 (29 ppm de B) y B4 (105 ppm de B).

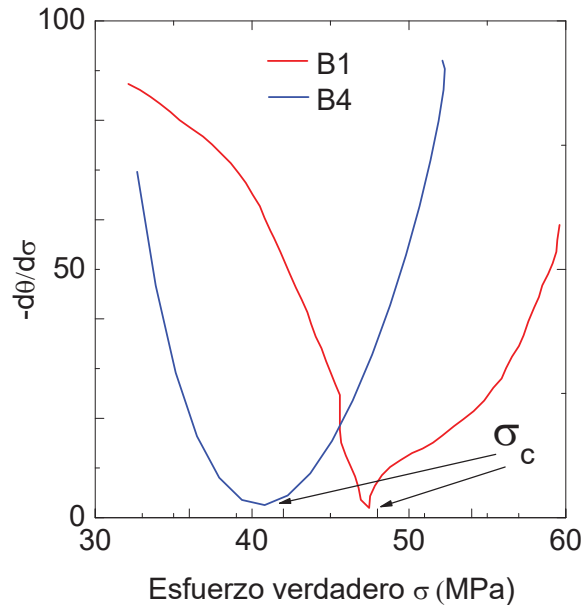


Figura 3.39. Derivada de la velocidad de endurecimiento por deformación (θ) con respecto al esfuerzo verdadero (σ) centrada en el punto de inflexión para el acero B1 y B4 a 950°C y 0.001 s^{-1} . El punto mínimo en $d\theta/d\sigma$ representa el punto del esfuerzo crítico.

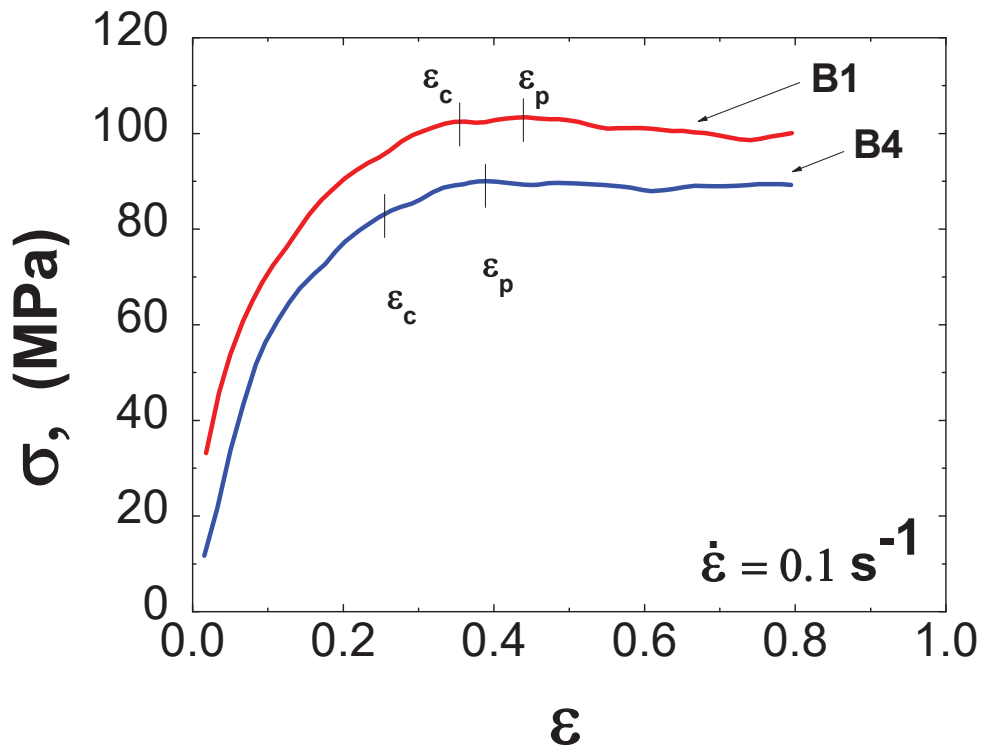


Figura 3.40 Curvas de esfuerzo-deformación verdaderas a 950°C y 0.1 s^{-1} con el esfuerzo pico y crítico identificados para el inicio de la recristalización dinámica en los aceros B1 (29 ppm de B) y B4 (105 ppm de B).

Usando el método de Poliak y Jonas, en la Figura 3.41 se muestra la influencia de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante sobre el esfuerzo (σ_p) y deformación pico (ϵ_p) para los aceros microaleados al boro. En esta figura se puede observar una clara disminución de los esfuerzos pico al aumentar la temperatura, y por el contrario como era de esperarse, los valores de los esfuerzos pico a cualquier temperatura dada se elevan cuando incrementa la velocidad de deformación. En todos los casos analizados los valores más altos del esfuerzo pico se presentan en el acero con menor contenido de boro (B1), lo cual significa que en el acero con mayor contenido de boro predominan los mecanismos de ablandamiento. Estos mecanismos propician una disminución del esfuerzo pico de 20 MPa a 1050°C con velocidad de deformación de 0.01 s⁻¹, como puede ser visto en la Figura 3.41 (c). Como en el caso de los esfuerzos pico, para todas las condiciones analizadas el acero B4, presenta valores de deformación pico menores que el acero B1, como puede ser observado en la Figura 3.41 (e-h).

La Figura 3.42 presenta los valores del esfuerzo y deformación críticos de los aceros microaleados al boro determinados por el método de Poliak y Jonas. En esta figura se puede observar la influencia del esfuerzo (σ_c) y deformación crítica (ϵ_c), sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. Para todas las condiciones analizadas el acero B4, presenta los valores de esfuerzo y deformación menores que el acero B1, como puede ser visto en la Figura 3.42. Se puede observar también que el comportamiento del esfuerzo crítico es similar al que se presenta en el esfuerzo de estado estable (ver Figura 3.43) y el ablandamiento más allá del valor del esfuerzo pico es más pronunciado en el acero con mayor contenido de boro. El análisis comparativo realizado para los cuatro aceros microaleados con boro indica que a todas las temperaturas analizadas el acero con menor contenido de boro necesita más deformación que el acero con mayor contenido de boro para el inicio de la recristalización dinámica. Lo cual significa que las adiciones de boro generan un efecto de ablandamiento por solución sólida adicional al producido por la recristalización dinámica de una manera similar al comportamiento a la fluencia del elemento intersticial carbono en los aceros [248,249].

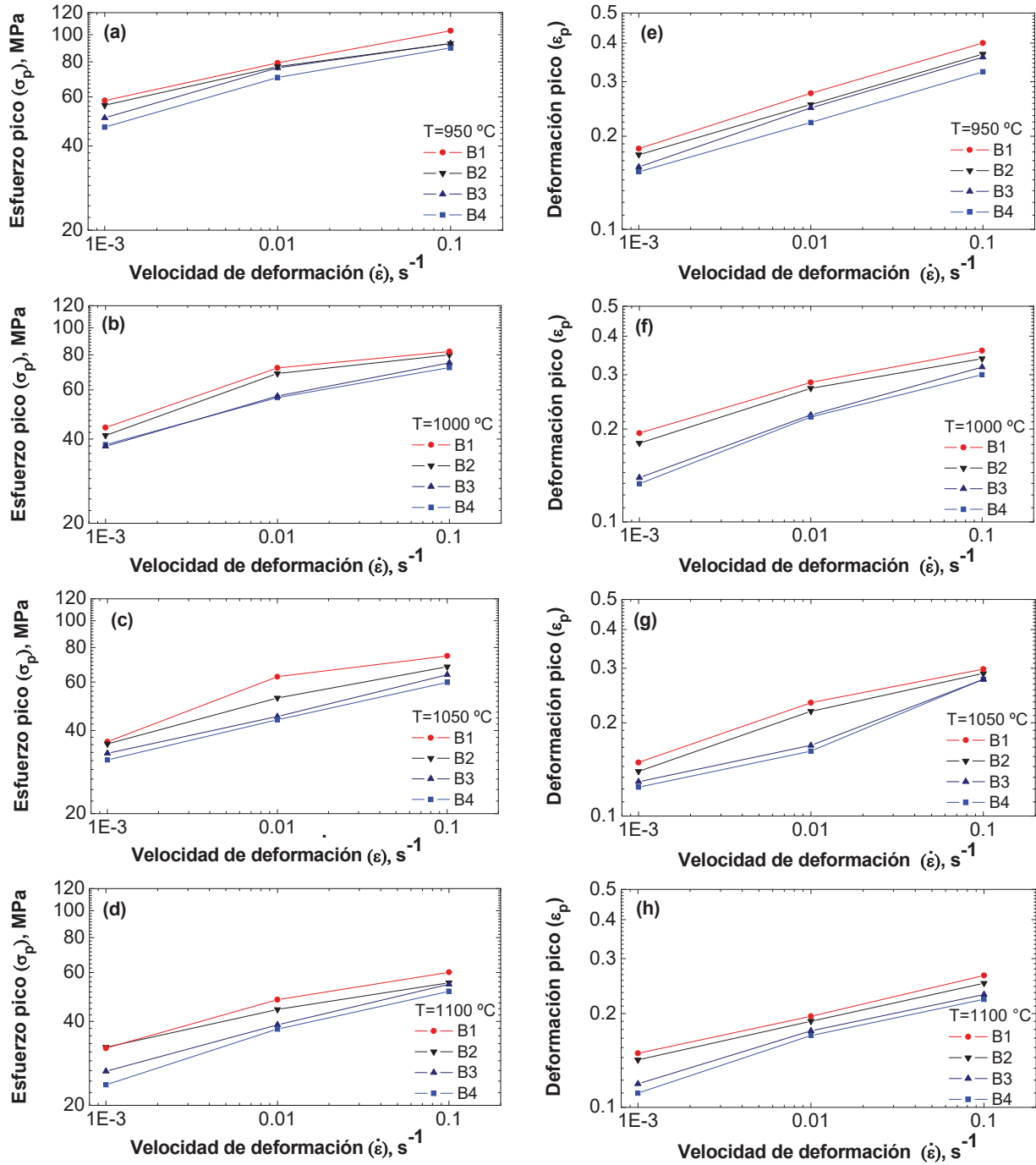


Figura 3.41. Influencia del esfuerzo (σ_p) y deformación pico (ϵ_p) sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. (Valores de σ_p y ϵ_p determinados por el método de Poliak y Jonas).

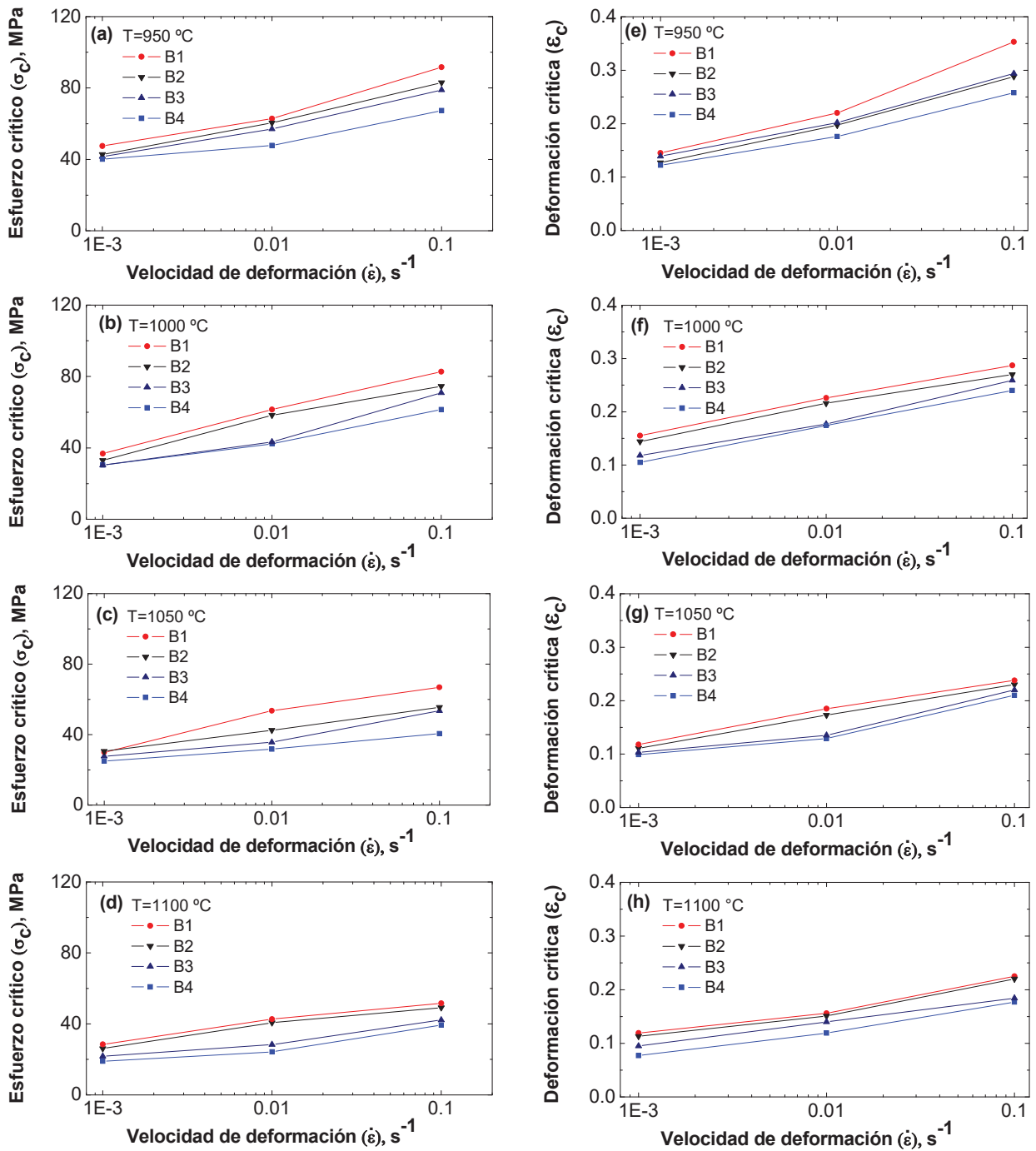


Figura 3.42. Influencia del esfuerzo (σ_c) y deformación crítica (ϵ_c) sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. (Valores de σ_c y ϵ_c determinados por el método de Poliak y Jonas).

En la Figura 3.43 esta representada la dependencia del esfuerzo (σ_{ss}) y deformación de estado estable (ϵ_{ss}), sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante para los aceros microaleados al boro. En esta figura un efecto adicional importante es detectado, retraso en la cinética de la recrystalización dinámica cuando aumenta el contenido de boro. Esto puede ser notado en el tiempo gastado en alcanzar el estado estable una vez que la recrystalización dinámica ha sido iniciada, o en otras palabras en la forma de la curva de fluencia después del inicio de la recrystalización dinámica. El retraso en la cinética de la recrystalización dinámica usualmente esta asociado con el efecto de arrastre de soluto [28]. En este estudio es evidente que las adiciones de boro producen ablandamiento, aceleración en el inicio y también retraso de la recrystalización dinámica durante la deformación en caliente del acero, lo cual puede ser visto en la Figura 3.43 (e)-(h). Este efecto de retraso en la cinética de la recrystalización dinámica ya ha sido reportado por otros investigadores en estudios de aceros microaleados con Nb-B y principalmente [179,245-247] y ha sido atribuido a un efecto de arrastre de soluto tal y como sucede en este estudio donde el boro ejerce este efecto sobre los límites de grano de la austenita.

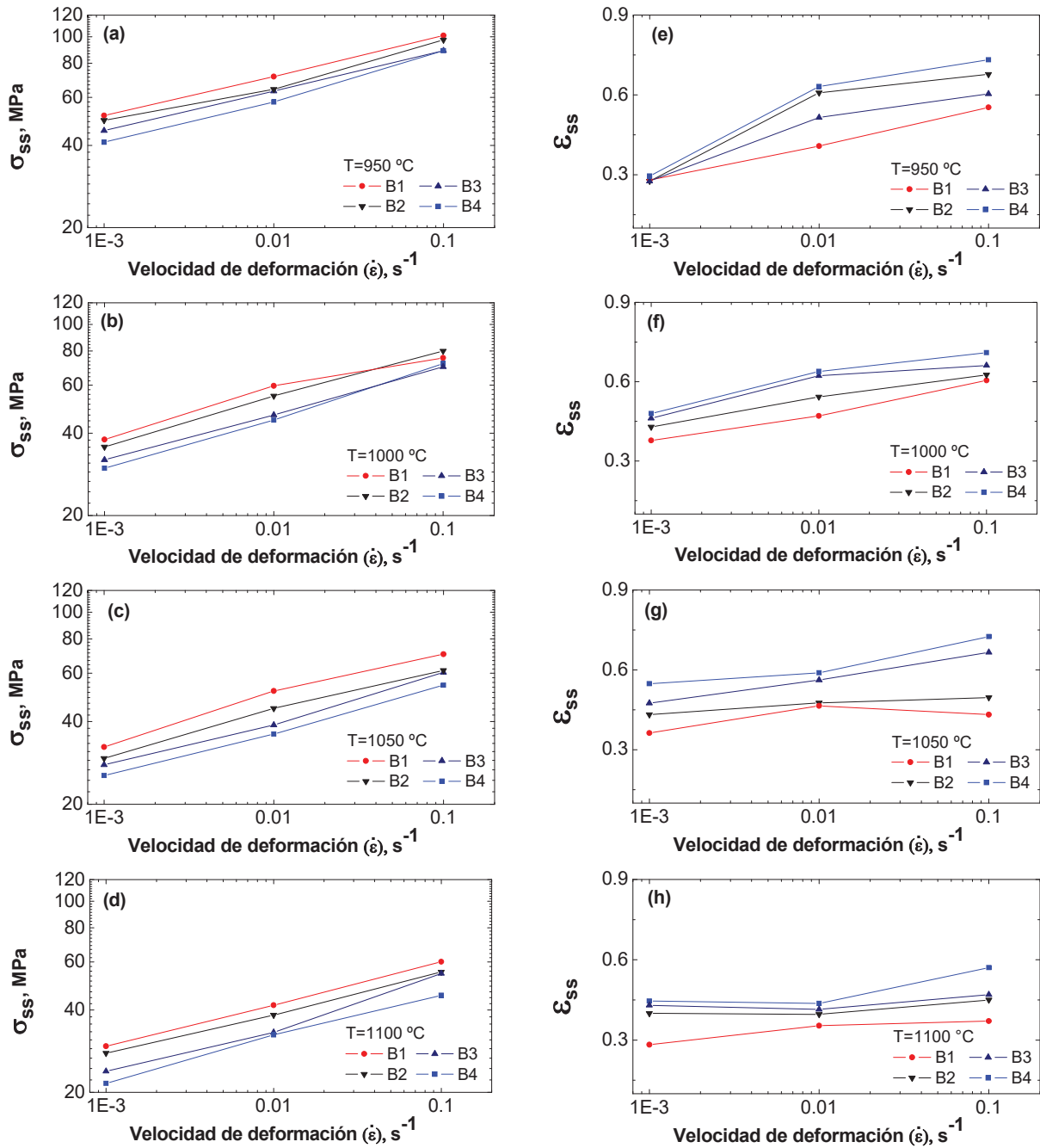


Figura 3.43. Dependencia del esfuerzo (σ_{ss}) y deformación de estado estable (ϵ_{ss}), sobre la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) a temperatura constante. (Valores de σ_{ss} y ϵ_{ss} determinados por el método de Poliak y Jonas).

Finalmente, en las Tablas 3.6 y 3.7, se presentan todos los valores de esfuerzos y deformaciones pico, crítico y de estado estable calculados con el método desarrollado por Poliak y Jonas para los aceros microaleados al boro. En esta tabla se observa que para todo el rango de temperatura y velocidad de deformación estudiada los aceros microaleados al boro mantienen un valor en la relación del esfuerzo crítico (σ_c/σ_p) constante de 0.8, este valor esta acorde el reportado normalmente para los aceros C-Mn [250,251]. Por el contrario, para el caso de la relación de deformación crítica (ϵ_c/ϵ_p) se obtuvieron valores más altos (≈ 0.8) de los reportados normalmente de 0.6 [32,36,37], lo cual corrobora que el inicio de la recristalización dinámica es acelerado debido a las adiciones de boro en el acero. Por otro lado, este valor alto en deformación (> 0.6) está acorde con los valores calculados (ver apartado 3.7.2 de modelización de curvas de fluencia) para las energías de activación que indican una aceleración en el inicio de la recristalización dinámica debido a las adiciones de boro en el acero.

Por otro lado, en el caso de la relación crítica de ϵ_c/ϵ_{ss} , que está directamente relacionada con la cinética de la recristalización dinámica, se obtuvieron valores menores a los reportados comúnmente de 0.5 en aceros microaleados [32,242] lo cual coincide con el efecto de retraso en el proceso de la recristalización dinámica debido a las adiciones de boro en el acero. En este caso tiende a disminuir de 0.6 a 0.2 conforme aumenta el contenido de boro. Los valores altos (>0.6) presentados en la relación crítica de ϵ_c/ϵ_p para el inicio de la recristalización dinámica confirman el efecto de aceleración, mientras que, los valores bajos (<0.5) obtenidos en la relación de ϵ_c/ϵ_{ss} muestran un retraso en la cinética de la recristalización dinámica debido a las adiciones de boro.

3.8 Resultados de microscopia electrónica de barrido (MEB).

La Figura 3.44, muestra las imágenes de microscopia electrónica de barrido (SEM) obtenidas utilizando la técnica de extracción de precipitados por réplica de carbono. En estas imágenes se puede observar claramente la presencia de partículas producto de la segregación del boro hacia los límites de grano, formadas principalmente durante el enfriamiento rápido del temple en agua aplicado al acero con mayor contenido de boro (B4). Las partículas en su mayoría son grandes de aproximadamente $1\mu\text{m}$ de diámetro promedio y se presentan principalmente en los límites de grano austenítico. Estas partículas precipitadas ejercen el efecto de refinamiento de grano en el acero al obstaculizar e impedir su crecimiento durante el curso del tratamiento térmico y el mejoramiento en la templabilidad, debido a que retrasan la transformación de austenita a ferrita impidiendo la nucleación de la ferrita proeutectoide en los límites de grano de la austenita promoviendo la formación de estructuras completamente bainítico-martensíticas.

En la literatura [14-19] se encuentra reportado ampliamente la presencia de este tipo de partículas precipitadas, en particular en aceros con bajo contenido de carbono microaleados con Nb, V, Ti y con contenidos similares de boro a los aceros empleados en este trabajo. Estas partículas han sido localizadas generalmente en los límites de grano, y están compuestas principalmente de Fe, B. C. R. W. Fountain [252] encontró que la concentración del boro en solución sólida en el acero es muy baja y que la mayoría del boro segrega hacia los límites de grano de la austenita durante el enfriamiento y disminuye la energía de los límites de grano produciendo el reforzamiento entre ellos. Se ha reportado [253] que existe una cantidad óptima de boro efectivo en solución sólida para el mejoramiento de la templabilidad. La cantidad de boro efectivo es afectada por la precipitación de BN y $M_{23}(C,B)_6$. Los precipitados finos de $M_{23}(C,B)_6$ que se localizan sobre el límite de grano de la austenita durante el temple y que reducen la energía interfacial causan la supresión de la transformación de austenita a ferrita debido a la fuerte interacción entre los átomos de boro y los defectos de la red tales como dislocaciones y vacancias. La segregación de átomos de boro hacia los límites de grano austeníticos, así como la precipitación del BN es debido al exceso de boro que no se encuentra en solución sólida. La segregación del boro ocurre en ciertas áreas particulares de microestructura tales como límites de grano ó precipitados [254].

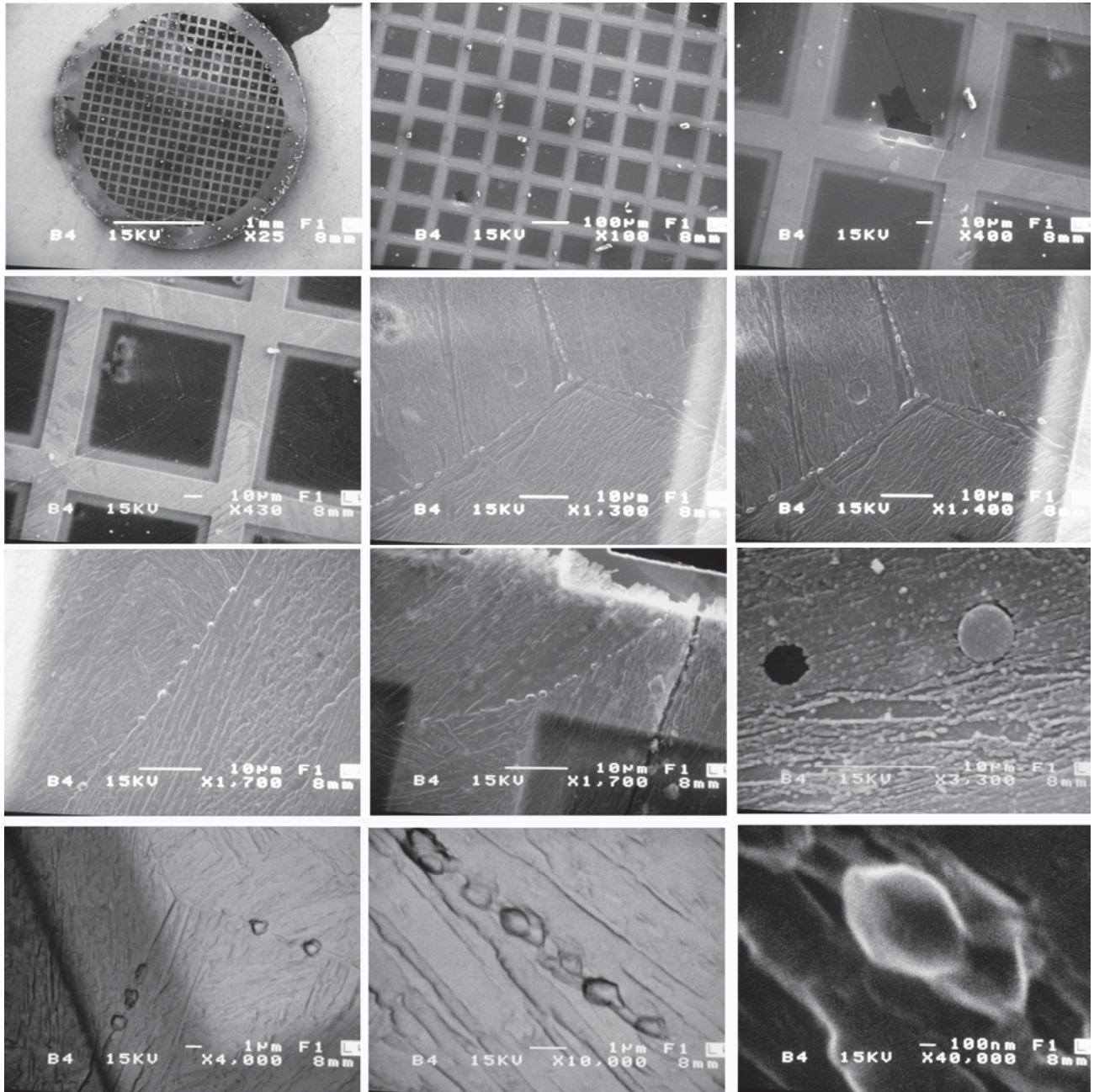


Figura 3.44. Imágenes obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido a diferentes aumentos en condición de temple en agua (B4= Acero con 105 ppm de boro).

Cabe señalar que la detección del boro en los aceros por microanálisis con rayos-X ó con microscopia electrónica de transmisión es muy difícil, porque es un elemento ligero y debido a las pequeñísimas cantidades de boro involucradas. J.A. Islas y colaboradores [255,256] encontraron que la precipitación continua de componentes del tipo $Fe_{23}(C,B)_6$ se encontraban principalmente a lo largo de los límites de grano de la austenita y también en los granos de ferrita. Este tipo de

precipitados tienen una distancia interplanar de 0.204 nm y una estructura FCC. De igual forma encontraron que estos precipitados tienen una fuerte interacción con las dislocaciones y vacancias en la matriz, lo cual eleva la cantidad de dislocaciones ancladas. H. Tamehiro y colaboradores [257] en aceros microaleados con 12 ppm de boro, encontraron una precipitación continua del tipo $\text{Fe}_{23}(\text{C},\text{B})_6$ a lo largo de los límites de grano austeníticos. Por otro lado, L. Lanier y colaboradores [258] encontraron que la disolución de los borocarburos $\text{Fe}_{23}(\text{C},\text{B})_6$ en la austenita es completa a 1100°C y su precipitación a lo largo de los límites de grano ocurre después del temple en agua durante la etapa de enfriamiento rápido desde la temperatura de austenización, por consiguiente, los precipitados de boro con un diámetro promedio de 0.95 μm precipitados a lo largo de los límites de grano de la austenita se forman antes de la nucleación de la ferrita y de la perlita dando lugar a la formación de estructuras completamente bainítico-martensíticas, como es el caso de este estudio.

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES.

El análisis de resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación del comportamiento de fluencia en caliente de aceros microaleados al boro, permite llegar a conclusiones importantes; las cuales se listan a continuación:

I.- Conclusiones derivadas de la condición de colada y tratamiento térmico.

1. Las adiciones de boro en los aceros bajo estudio, influyen de manera importante en la morfología de la fase mayoritaria ferrita presente en condición de colada. En el acero con menor contenido de boro (B1= 29 ppm), predomina la ferrita alotriomorfa, mientras que en el acero con mayor contenido de boro (B4= 105 ppm) la ferrita acicular.
2. Las adiciones de boro desplazan hacia la derecha la nariz de la curva TTT aumentando de forma considerable la templabilidad del acero.
3. Bajo condición de tratamiento térmico de normalizado las adiciones de boro en los aceros propician refinamiento de grano.
4. El acero con menor contenido de boro (B1= 29 ppm) en condición tratamiento térmico de temple en agua, presenta zonas con ferrita alotriomorfa, mientras que, el acero con mayor contenido de boro (B4= 105 ppm), presenta una estructura completamente bainítico-martensítica.
5. La dureza del acero en condición de colada aumentó considerablemente al aplicar el tratamiento térmico de normalizado y de temple en agua, lo cual confirma la buena templabilidad de los aceros microaleados al boro y al mismo tiempo concuerda con las microestructuras bainítico-martensíticas obtenidas. Además se corrobora una disminución de la dureza con el tamaño de grano producido durante el tiempo de permanencia en la etapa de austenización. Las adiciones de boro en el acero retrasan el crecimiento del grano austenítico bajo condición isotérmica.

II.- Conclusiones derivadas del ensayo de tracción en caliente.

6. Las adiciones de boro en los aceros estudiados generan un aumento de la ductilidad en caliente de hasta 25%. Se presenta una pérdida en la ductilidad a 800°C la cual tiende a disminuir conforme aumenta el contenido de boro.
7. A 900 y 1000°C se presenta recristalización dinámica teniendo una substancial contribución a la alta ductilidad en los aceros estudiados. Las adiciones de boro aceleran el inicio de la recristalización dinámica. Este efecto es más marcado a 900°C. A 700°C, donde no hay recristalización dinámica, la alta ductilidad presentada se debe al aumento de la fracción de volumen de la ferrita, ya que al no estar rodeando los límites de grano austeníticos no concentra la deformación. La mayor cantidad de ferrita presente y su alta energía de falla de apilamiento, favorece el fenómeno de ablandamiento por recuperación dinámica, lo que favorece el aumento de la ductilidad.
8. A 700, 900 y 1000°C se presentó fractura dúctil excepto a 800°C (temperatura en la cual se presentó la caída de ductilidad) donde la fractura resultó de una combinación de fractura dúctil con características de frágil.

III.- Conclusiones derivadas del ensayo de compresión uniaxial en caliente.

9. Las adiciones de boro aceleran el inicio de la recristalización dinámica y retrasan su cinética generando un efecto de ablandamiento por solución sólida adicional en el acero, el cual genera una disminución de los valores de esfuerzo y deformación pico en las curvas de fluencia.
10. El acero con mayor contenido de boro (105 ppm) presenta recristalización dinámica de pico simple, mientras que la recristalización cíclica se ve más favorecida en el acero con menor contenido de boro (29 ppm), lo cual se refleja en un crecimiento de grano austenítico mayor contrario a lo que sucede con el acero de mayor contenido de boro (105 ppm) en donde se presenta refinamiento de grano.

IV.- Conclusiones derivadas de la modelización de las curvas de fluencia en caliente.

11. Las ecuaciones constitutivas desarrolladas a partir de las ecuaciones clásicas para modelizar el comportamiento de fluencia en caliente proporcionan una descripción buena de las curvas de fluencia experimentales obteniéndose un excelente ajuste entre los modelos teóricos utilizados y los datos experimentales obtenidos para todos los aceros microaleados con boro estudiados en el rango austenítico.

12. El exponente m_ϵ y la constante K_1 tienden a decrecer con el incremento del contenido de boro, lo cual indica que las adiciones de boro producen un efecto de aceleración en el inicio de la recristalización dinámica.
13. La constante K_2 es mayor en el acero con más alto contenido de boro (B4) en relación al acero con menor contenido de boro (B1), lo cual indica que las adiciones de boro promueven un efecto de ablandamiento por solución sólida, que es adicional al producido por la recristalización dinámica.
14. El parámetro A es más grande en el acero con mayor contenido de boro (B4) que en el acero con menor contenido de boro (B1), mientras que el parámetro α es menor, lo cual indica que los valores del esfuerzo pico están fuertemente influenciados por las adiciones de boro y, por lo tanto, el acero B4 presenta valores de esfuerzo pico menores.
15. Los parámetros de endurecimiento representados por el exponente m_U y la constante K_U son mayores en el acero con menor contenido de boro (B1) mientras que el parámetro de ablandamiento, Ω , es mayor en el acero con mayor contenido de boro (B4), lo cual indica que las adiciones de boro tienen un efecto mayor en los mecanismos de ablandamiento que en los de endurecimiento a alta temperatura.

V.- Conclusiones derivadas del cálculo de las condiciones críticas para el inicio y cinética de la recristalización dinámica.

16. Las curvas de fluencia de los aceros microaleados al boro presentes muestran que tanto esfuerzo como deformación crítica tienden a disminuir cuando el contenido de boro es aumentado a 105 ppm de B, lo cual indica que las adiciones de boro generan un efecto de ablandamiento por solución sólida de manera similar al comportamiento a la fluencia en caliente de otros elementos intersticiales como el carbono.
17. Los valores altos (≈ 0.8) presentados en la relación crítica de ϵ_c/ϵ_p para el inicio de la recristalización dinámica confirman el efecto de aceleración, mientras que los valores bajos (< 0.6) obtenidos en la relación de ϵ_c/ϵ_{ss} muestran el retraso en la cinética de la recristalización dinámica debido a las adiciones de boro.

VI.- Conclusiones derivadas del estudio de microscopía electrónica de barrido (MEB).

18. En el acero con mayor contenido de boro (B4) en condición de colada, se encontraron partículas precipitadas compuestas principalmente de N y B (con un diámetro promedio de $1\mu\text{m}$) producto de la segregación del boro durante la solidificación.
19. En el acero con mayor contenido de boro (B4) en condición de temple en agua, se encontraron partículas precipitadas (en la etapa de enfriamiento rápido) producto de la segregación de no-equilibrio del boro, localizadas principalmente en los límites de grano de la austenita con un diámetro promedio de $1\mu\text{m}$.

RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJO FUTURO.

1. Se recomienda realizar un estudio enfocado a la precipitación dinámica en aceros microaleados al boro. Para realizar este estudio se deben variar parámetros como la velocidad de deformación, temperatura y velocidad de enfriamiento, ya que de estos parámetros depende la formación de precipitados con boro.
2. De igual manera, se sugiere realizar un estudio sobre la segregación de equilibrio y de no-equilibrio, mediante SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) que ayude a aclarar los mecanismos de difusión del boro en este tipo de aceros.
3. Realizar un estudio de microscopia electrónica de transmisión (MET) para determinar la composición química y naturaleza de los precipitados formados en la región adyacente al límite de grano así como en el interior. Para lo cual se puede usar técnicas de alta resolución HRTEM y EELS.
4. Realizar un estudio de nanoindentación que confirme la teoría de segregación de no-equilibrio propuestas por Aust y colaboradores para el caso específico de aceros microaleados al boro.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. J.M. Cabrera, A. Al Omar, J.M. Prado, Simulación de la fluencia en caliente de un acero microaleado con un contenido medio de carbono, *Rev. Metal Madrid*, 33, (3), (1997), pp. 50-52.
2. D.J. Taylor, *Iron Making Steelmaking*, 16, (4), (1989), pp. 246-252.
3. T. Gladman, *Proceedings of Information Day on Microalloyed Engineering Steels*, CECA, Düsseldorf, 1988, p. 3.
4. R.M. Nadraki, *Proceedings, National Symposium on Critical and Strategic Materials*, American Chemical Society, (1978), p. 108.
5. Dietrich H. Werner, *Boron and Boron Containing Steels*, 2nd revised and enlarged edition. Ed, Stahl Eisen, 1995.
6. R. Vogel, G. Tammann, *The Ternary System Iron-Boron-Carbon*, (1922), pp. 225-275.
7. B.M. Kapadia, R.L. Woodyatt, *How Manganese and Boron Affect*, *Metal Progress*, (1974), pp. 82-83.
8. J.E. Morral, T.B.Cameron, *The Influence of Nitrogen, Titanium and Zirconium on the Boron Hardenability Effect in Constructional Alloy Steels*, *Trans. Met. Soc. AIME*, vol. 242, (1968), pp. 1689-1694.
9. M.B.H. Verlag Stahleisen, H. Fabritius, *Verein Deutscher Eisenhüttenleute, Werkstoffkunde Stahl*, Vol. 2, (1956), pp. 250-252.
10. Gesellschaft für Electrometallurgy mbh, *Influence and Practical Application of Alloying Elements in Steel and Cast Iron*.
11. H.K.D.H. Bhadeshia, L.E. Svensson, *Model for boron effects Steel Welds*, *International conference on modeling and control of joining processes*, Orlando, Florida, (1993), ed. T. Zacharia, *American welding society*, pp. 153-160.
12. S.K. Banerji, Morral, *Boron in Steels*, Ed. TMS-AIME. *Conference Proceedings*, Warrendale. PA, USA, (1980), pp.1-215.
13. F.B. Pickering, *Physical Metallurgy and the Design of Steels*, UK, *Applied Science*, (1978), pp.105-463.
14. Ph. Maitrepierre, *Effect of niobium on the proeutectoid ferrite transformation in very low carbon steel*, *Proceedings of "Heat Treatment 76"*, Stratford upon Avon, (1976), *Metals Society ed.*, p.177.
15. Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, R. Tricot, *Influence of boron on the decomposition of austenite in low carbon alloyed steels*, *Metall. Trans.*, 6A, (1975), p.287-301.
16. R.A. Grange, J.B. Mitchell, *The distribution of boron in austenite*, *Trans. ASM*, 53, (1961), p. 157.
17. 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.
18. Y. Ohmori, *Effect of Carbon on Hot Ductility of As-cast Low Alloy Steels*, *Trans. I.S.I. Japan*, 11, (1971), p. 339.
19. Y. Ohmori, K. Yamanaka, *Hardenability of Boron-Treated Low Carbon Low Alloy Steels*, *Boron in Steel*, *The Metallurgical Society of AIME*, (1979), pp. 44-60.
20. O. Comineli, R. Abushosha, B. Mintz, *Influence of titanium and nitrogen on hot ductility of C-Mn-Nb-Al steels*, *Mater. Sci. Technol.*, 15, (9), (1999), p. 1058.
21. 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, (1), (1995), pp. 34-41.
22. F. Zarandi, S. Yue, *The Effect of Boron on Hot Ductility of Nb-microalloyed Steels*, *ISIJ Int.*, 46, No.4, (2006), pp. 591-598.
23. F.N.E. Hanner, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn*, 25, (1985), pp. 149-158.
24. A.M. Elwazri, *Master's Thesis*, McGill University, (1998).
25. M. Lagerquist, R. Langenborg, *Scand. J. Metall.*, 1, (1972), p.81.
26. S.K. Kim, J.S. Kim, N. J. Kim, *Metall. Mater. Trans. A*, 33, (2002), p.701.
27. H.-W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z.-J. Dang, *Mater. Sci. Technol.*, 17, (2001), pp. 843-846.

28. T. Sakai, J.J. Jonas, Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations, *Acta Metall.*, vol 32, (1984), pp. 189-209.
29. M.J. Luton, C.M. Sellars, Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation, *Acta Metall.*, 17, (1969), p.1033.
30. C.M. Sellars, Hot Working and Forming Processes, *Metals Forum*, 4, (1981), p.75.
31. J.P. Sah, G.J. Richardson, C.M. Sellars, Grain-Size Effects during Dynamic Recrystallization of Niquel, *Met. Sci.*, 8, (1974), pp. 325-331.
32. E.I. Poliak, J.J. Jonas, Initiation of dynamic recrystallization in constant strain rate hot deformation, *ISIJ Int.*, 43, (2003), pp. 684-691.
33. E.P. Busso, A continuum theory for dynamic recrystallization with microstructure-related length scales, *Int. J. Plast.*, 14, (1998), pp. 319-353.
34. R. Ding, Z.X. Guo, Coupled quantitative simulation of microstructural evolution and plastic flow during Dynamic recrystallisation, *Acta Mater.*, 49, (2001), pp. 3163-3175.
35. N.D. Ryan, H.J. McQueen, Dynamic softening mechanisms in 304 austenitic stainless steel, *Can. Metall. Q.*, 29, (1990), p.147.
36. E.I. Poliak, J.J. Jonas, Prediction of interpass softening from the strain of boron on original and moving austenite grain boundaries, *Acta Mater.*, 44, (1996), pp.127.
37. E.I. Poliak, J.J. Jonas, Critical strain for dynamic recrystallization in variable strain rate hot deformation, *ISIJ Int.*, 43, (2003), pp. 692-700.
38. Manonukul, F.P.E. Dunne, Multiaxial creep and cyclic plasticity in nickel-base superalloy C263, *Acta Mater.*, 47, (1999), p. 4339.
39. Baker, E.M. Schulson, The Effect of boron on the chemistry of grain boundaries in stoichiometric Ni₃Al, *Philosophical Magazine*, 57, (3), (1988), pp. 379-385.
40. E.M. Schulson, T. P. Weihs, I. Baker, H.J. Frost, J.A. Horton, Grain boundary accommodation of slip in Ni₃Al containing boron, *Acta Metall.*, 34, (7), (1986), pp. 1395-1399.
41. X.L He, M. Djahazi, J.J. Jonas, J. Jackman, The non-equilibrium segregation of boron during the recrystallization of Nb-treated HSLA Steels, *Acta Metall. Mater.*, 39, (10), (1991), pp. 2295-2308.
42. P.E. Busby, M.E. Warga, C. Wells, Calculation of Fe-C-B ternary phase diagram, *J. Metall.*, 5, (1954), p. 1463.
43. M. Djahazi, *Disertation Abstracts International, (USA)*, 53, (1), (1992), p. 298.
44. T. Mavropoulos, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, *Proceedings of the International Conference on HSLA Steels 1985*, J.M. Gray et al. (Eds), Beijing, China, TSM-ASM Metals Park, Ohio, (1986), p. 229.
45. M. Jahazi, J.J. Jonas, The non-equilibrium segregation of boron on original and moving austenite grain boundaries, *Mat. Sci. Eng. A*, 335, (2002), pp. 49-61.
46. Herrero, J.M. Cabrera, A. Mateo, *Tecnología de Materiales*, Ed. CPDA, ETSEIB-UPC, (2002).
47. J.M. Cabrera, J.J. Jonas, J.M. Prado, 4th Eur. Conf. on Advanced Materials and Processes, *EUROMAT'95*, Venice, Italy, (1995), p. 269.
48. J.M. Cabrera, A. Al Omar, J.M. Prado, J. J. Jonas, *Proc. ReX'96 3rd Int. Conf. on "Recrystallization and related phenomena"*, (Ed. T.R. McNelley), (1997), Monterey, CA, USA, Monterey Institute of Advanced Studies, p. 373.
49. S.K. Banerji, J.E. Morral, Boron in steel, *The Metallurgical Society of AIME*, Sep. 18, (1979).
50. S. Watanabe, H. Ohtani, T.K. Unitake, *Trans. ISIJ*, 23, (1983), pp. 120-127.
51. D.H. Werner, Boron and boron containig steels, 2nd edition, edited by: *Stahl Eisen*, Germany, (1989), pp. 19-20.
52. 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.
53. O. Kubaschewski, *Iron—binary phase diagrams*, Springer Verlag, Berlin, (1982).
54. T. Bjurströnm, H. Arnfelt, *Zeitschrift für physikalische Chemie*, vol. 4, (1929), pp. 469-474.
55. R. Kiessling, Formation of borides, *Acta Chem. Scand.*, 4, (1950), pp. 209-227.
56. G. Hannesen, *Zeitschrift für Anorganische Chemie*, 89, (1915), p. 257.
57. N. Tschischewski, A. Herat, *Iron Age* 98, *J. Russ. Met. Ges.*, (1915), p.396
58. M.E. Nicholson, *J. of Metals*, (1954), pp. 185-190.
59. P.E. Bushy, M.E. Warga, C. Wells, *J. of Metals*, (1953), pp. 1463-1468.
60. W.F, Jandeska, J.E. Morral, The distribution of boron in austenite, *Metall. Trans.*, (1972), pp. 2933-2937.

61. C.C. McBride, J.W. Spretnak, R. Speiser, *Trans. Amer. Soc. Met.*, A Study of the Fe-Fe₂B System, (1954), p. 46.
62. R.M. Goldhoff, J.W. Spretnak, *J. of Metals*, (1957), pp. 1278-1283.
63. P.E. Busby, M.E. Wurga, C. Wells, *J. of Metals*, (1953), pp. 1463-1468.
64. H.A. Brodowsky, H.J. Schaller, Thermodynamics of nonstoichiometric interstitial alloys Boron in palladium, *Trans. AIME* 245, (1969), pp. 1015-1020.
65. M.V. Zaharova, Ternary and quaternary systems, Metallurgizdat, Moscow, (1959).
66. R.L. O'Brien, *Welding Processes*, Welding handbook, American Welding Society, Eight Edition, Volume 2, (1991), pp. 552-553.
67. H.K.D.H. Bhadeshia, and Svensson, Model for boron effects in steel welds, *Proc. International Conference Proceedings on Modeling and Control of Joining Processes*, Ed. T. Zacharia, American Welding Society. (1993), pp. 4-6
68. 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.*, (1984), pp. 32-38.
69. R.A. Grange, W.B. Seens, W.S. Holt, T.M. Garvey, Effect of boron and kind of boron addition upon the properties of steels, *Transactions of the A.S.M.* 42, (1940), pp. 75-111.
70. H.K.D.H. Bhadeshia, Bainite in Steels, Institute of Materials, London, UK, (1992), pp. 105-110.
71. S.S. Babu, H.K.D.H. Bhadeshia, Direct study of grain boundary allotriomorphic ferrite crystallography, *Mater. Sci. Eng. A*, A142, (1991). pp. 209-219.
72. C.S. Smith, Grains, phases and interfaces, *Trans. AIMME* 175, (1948), pp. 15-51.
73. E. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, Butterworths, (1984), pp. 409-419.
74. W.C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*, McGraw-Hill International Book Company, USA, (1981), pp. 269-281.
75. B.M. Kapadia, Hardenability concepts with application to steel, A.I.M.E., Warrendale, USA, (1978), p. 448.
76. J.E. Morral, J.B. Cameron, Boron hardenability mechanisms in boron in steel, *The Metallurgical Society of the A.I.M.E.*, (1980).
77. R.C. Sharma, G.R. Purdy, Mechanism of Phase Transformations in Crystalline Solids, *Met. Trans.*, 5, (1974). p. 939.
78. S. Watanabe, H. Ohatni, T. Kunitake, *Trans. ISIJ Int.*, 23, (1983), pp. 31-37.
79. E.D. Hondros, M.P. Seah, Segregation in interfaces, *Int. Met. Rev.*, 22, (1977), p. 262.
80. X.M. Wang, X.L. He, Effect of boron addition on structure and properties of low carbon bainitic steels, *ISIJ International*, vol. 42, (2002), pp. 38-46.
81. ASM International Metals park Ohio, Properties and Selection, Vol. 1 Section HSLA, Ed. McGraw-Hill, (1989), pp. 389-423.
82. 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.
83. W.T. Lankford, Some considerations of strength and ductility in continuous-casting process, *Metall. Trans.*, 3, (1972), pp. 1331-1357.
84. J.D. Lee, W.J. Kim, Compressive behaviour capable of predicting hot tensile ductility behaviour in a 1-1%C-Mn steel, *Mater. Sci. Technol.*, 17, (2001), pp. 409-414.
85. B. Mintz, The influence of composition on the hot ductility of steels and to the problem of transverse cracking, *ISIJ Inter.*, 39, (1999) pp. 833-855.
86. S.S. Xie, J.D. Lee, U.S. Yoon, C.H. Yim, Compression test to reveal surface crack sensitivity between 700 and 1100 degrees c of Nb-bearing and high Ni continuous casting slabs, *ISIJ Inter.*, 42, (2002), pp. 708-716.
87. E. Hurtado-Delgado, J. Calvo, J.M. Cabrera, J.M. Prado, R.D.Morales, Mechanical evaluation of the high temperature ductility of a low carbon microalloyed steel by tensile and compression tests, *Steel Grips*, 2, (2004), pp. 212-216.
88. 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.
89. C. Farrando, Estudi de la ductilitat en calent d'un acer industrial C-Mn-Si, Proyecto Final de Carrera, ETSEIB, UPC, Barcelona, (2004).

90. B. Mintz, Importance of Ar-3 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.
91. B. Mintz, S. Yue, The hot tensile test for assessing the likelihood of transverse cracking during continuous casting of steel, *Continuous Casting Volume 8 - Transverse cracking in continuously cast products*, (1997), pp. 233-240.
92. Cowley, R. Abushosha, B. Mintz, Influence of Ar3 and Ae3 temperatures on hot ductility of steels, *Mater. Sci. Technol.*, 14, (1998), pp. 1145-1153.
93. Mintz, R. Abushosha, M. Shaker, Influence of deformation-induced ferrite, grain-boundary sliding, and dynamic recrystallization on hot ductility of 0.1-0.75 %C steels, *Mat. Sci. Technol.*, 9, (1993), pp. 907-914.
94. 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.
95. B. Mintz, R. Abushosha, J.J. Jonas, Influence of dynamic recrystallization on the tensile ductility of steels in the temperature range 700°C to 1150°C, *ISIJ Inter.*, 32, (1992), pp. 241-249.
96. D.N. Crowther, B. Mintz, Influence of carbon on hot ductility of steels, *Mater. Sci. Technol.*, 2, (1986), pp. 671-676.
97. 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.
98. J.M. Cabrera, F. Escobar, J.M. Prado, Influence of carbon content on high temperature response of plain carbon steels, *Ironmaking Steelmaking*, 32, (2005), pp. 309-313.
99. Y. Maehara, K. Yasumoto, Y. Sugitani, K. Gunji, Effect of carbon on hot ductility of as-cast low-alloy steels, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 25, (1985), pp. 1045-1052.
100. M. Wolf, W. Kurz, The Effect of carbon content on solidification of steel in the continuous casting mold, *Metallurgical Transactions B-Process Metallurgy*, 12, (1981), pp. 85-93.
101. E.T. Turkdogan, Causes and effects of nitride and carbonitride precipitation in HSLA steels in relation to continuous casting, *AIME Steelmaking Conference Proceedings*, (1987), pp. 399-416.
102. 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. and Technol.*, 5, (1989), pp. 1191-1199.
103. 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 Inter.*, 34, (1994), pp. 528-535.
104. 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.
105. 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.
106. P. Sricharoenchai, C. Nagasaki, J. Kihara, Hot ductility of high-purity steels containing niobium, *ISIJ Int.*, 32, (1992), pp. 1102-1109.
107. B. Mintz, Influence of nitrogen on hot ductility of steels and its relationship to problem of transverse cracking, *Ironmaking Steelmaking*, 27, (2000), pp. 343-347.
108. 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.
109. M.G. Akben, I. Weiss, J.J. Jonas, Dynamic precipitation and solute hardening in a V-microalloyed steel and 2 Nb steels containing high levels of Mn, *Acta Metall.*, 29, (1981), pp. 111-121.
110. Z. Mohamed, Hot ductility behavior of vanadium containing steels, *Mater. Sci. Eng. A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 326, (2002), pp. 255-260.
111. O.Y. España, Estudio de la ductilidad en caliente de un acero medio carbono desoxidado con aluminio y relación con el perfil de temperaturas presentes durante la colada continua, Tesis de maestría, Instituto Politécnico Nacional, México, (2002).
112. A.M. El Wazri, F. Hassani, S. Yue, E. Es-Sadiqi, L.E. Collins, K. Iqbal, The effect of thermal history on the hot ductility of microalloyed steels, *ISIJ Inter.*, 39, (1999), pp. 253-262.

113. A.M. El Wazri, F. Hassani, S.Yue, Es-Sadiqi, E., Collins, L. E. y Iqbal, K., Effects of reheat conditions on the hot ductility of Nb-Ti and Ti-B microalloyed steels, *Canadian Metall. Quarterly*, 39, (2000), pp. 55-63.
114. 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 Inter.*, 35, (1995), pp. 34-41.
115. H. J. Frost, M. F. Ashby, *Deformation-mechanism maps*, (1982), Oxford, Pergamon Press, Cap. 1-5.
116. J.J. Jonas, H.J. McQueen, Recovery and recrystallization during high temperature deformation, *Mise en forme de métaux et alliages*, cap. VII, Ed. CNRS, Paris, (1976), pp. 99-143
117. Robert E. Red – Hill, *Principios de Metalurgia Física*, segunda edición, CECOSA, México D. F., (1979).
118. B. Mintz, A. Tuling, A. Delgado, Influence of silicon, aluminium, phosphorus and boron on hot ductility of transformation induced plasticity Assisted steels, *Mater. Sci. Technol.*, 19, (2003), pp. 1721-1726.
119. S.H. Song, A.M. Guo, D.D. Shen, Z.X. Yuan, J. Liu, T.D. Xu, Effect of boron on the hot ductility of 2.25Cr1Mo steel, *Mater. Sci. Eng. A*, 360, (2003), pp. 96-100.
120. C.M. Sellars, *Semisolid forging of metals*, The Metals Society, Londres, (1980), pp. 518-525.
121. M.J. Luton, C.M. Sellars, Dynamic recrystallization in níkel and níkel iron alloys during high temperature deformation, *Acta Metall.*, vol 17, (1969), pp. 1033-1043
122. R. Sandström, R. Lagneborg, A model for hot working occurring by recrystallization, *Acta Metall.*, vol 23, (1975), pp. 387-398.
123. W. Roberts, B. Ahlblom, A nucleation criterion for dynamic recrystallization during hot working, *Acta Metall.*, vol. 26, (1978), pp. 801-813.
124. D.J. Srolovitz, G.S. Grest, M.P. Anderson, A.D. Rollet, Computer simulations of recrystallization.- II Heterogeneous nucleation and growth, *Acta Metall.*, no8, (1988), pp. 2115-2128.
125. Marthinsen, O. Lohne, E. Nes., The development of recrystallization microstructures studied experimentally and computer simulation, *Acta Metall.* Vol 37, no1, (1989), pp. 135-145.
126. H.W. Hesselbarth, I.R. Göbel, Simulation of recrystallization by cellular automata, *Acta Metall.*, vol 39, no.9, (1991), pp. 2135-2143.
127. S. Brown, J. Wlassich, Application of invariant set theory to dynamic recrystallization constitutive behavior, *Metall. Trans.* Vol. 23A, (1992), pp. 2091-2103.
128. R.A. Vandermeer, Modeling microstructural evolution during recrystallization, *Scr. Metall. Mater.*, vol. 27, (1992), pp 1563-1568.
129. D.J. Jensen, Modelling of microstructure development during recrystallization, *Scr. Metall. Mater.*, vol. 27, (1992), pp 1551-1556.
130. F.J. Humphreys, A network model for recovery and recrystallization, *Scr. Metall. Mater.*, vol. 27, (1992), pp 1557-1562.
131. B. Derby, M.F. Ashby, On dynamic recrystallization, *Scr. Metall.*, vol 21, (1987), pp. 879-884.
132. J.J. Jonas, I. Weiss, Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels, *Met. Sci.*, (1979), pp. 238-245.
133. B. Derby, Dynamic recrystallization: the steady state grain size, *Scr. Metall. Mater.*, vol. 27, (1992), pp. 1581-1586.
134. J.J. Jonas, T. Sakai, A new approach to dynamic recrystallization in deformation, processing and structure, cap. 5, Ed. Krauss, ASM (1982), pp. 185-242.
135. B. Derby, The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallization, *Acta Metall.*, vol 39, no5, (1991), pp. 955-962.
136. R.A.P. Djaic, J.J. Jonas, Recrystallization of high carbon steel between intervals of high temperature deformation, *Metall. Trans.*, vol. 4, (1973), pp. 621-624
137. W. Roberts, Dynamic changes that occur during hot working and their significance regarding microstructural development and hot workability, *Deformation, processing and structure*, cap. 4, ASM (1982), Ed. G. Krauss, pp. 109-184.

138. R.A. Petkovic, M.J. Luton, J.J. Jonas, Recovery and recrystallization of polycrystalline copper after hot working, *Acta Metall.*, vol 27, (1979), pp. 1633-1648.
139. 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.
140. 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.*, vol. 32, no4, (1984), pp. 591-601.
141. L.D. Cuddy, The effect of microalloy concentration on the recrystallization of austenite during hot deformation, *Thermomechanical processing of microalloyed austenite*, Eds. A.J. DeArdo, G.A. Ratz, P.J. Wray, Metallurgical Society of AIME, Pittsburg-Pennsylvania, (1981), pp. 129-139.
142. J.J. Jonas, M.G. Akben, Retardation of austenite recrystallization by solutes: a critical appraisal, *Metals Forum*, vol. 4, No.1 y 2, (1981), pp. 92-101.
143. Weiss, J.J. Jonas, Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels, *Metall. Trans. Vol. 10A*, (1979), pp. 831-840.
144. B. Dutta, C.M. Sellars, Effect of composition and process variables on Nb(C,N) precipitation in Nb microalloyed austenite, *Mater. Sci. Technol.*, vol.3, (1987), pp.197-206,
145. W.J Liu, J.J. Jonas, Nucleation kinetics of Ti carbonitride in microalloyed austenite, *Metall. Trans.*, vol 20A, (1989), pp. 689-697.
146. W.J. Liu, J.J. Jonas, A stress relaxation method for following carbonitride precipitation in austenite at hot working temperatures, *Metall. Trans.*, vol. 19A, (1988), pp. 1043-1413.
147. 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.*, vol. 31, (1983), pp. 161-174.
148. 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.*, vol. 12A, (1981), pp. 1999-2013.
149. J.G. Speer, S.S. Hansen, Austenite recrystallization and carbonitride precipitation in Nb microalloyed steels, *Metall. Trans.*, vol. 20A, (1989), pp. 25-38.
150. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, W.P. Sun, Nb(C,N) precipitation and austenite recrystallization in boron-containing high-strength low-alloy steels, *Metall. Trans.*, vol. 23A, (1992), pp. 2111-2120.
151. J.M. Silveira, R. Barbosa, Measurements of kinetics of Nb(C,N) precipitation using torsion testing, *Scr. Metall. Mater.*, vol. 29, (1993), pp. 881-884.
152. S.F. Medina, The influence of Nb on the static recrystallization of hot deformed austenite and on strain induced precipitation kinetics, *Scr. Metall. Mater.*, vol. 32, no1, (1995), pp. 43-48.
153. W.J. Liu, J.J. Jonas, Ti(C,N) precipitation in microalloyed austenite during stress relaxation, *Metall. Trans.* vol. 19A, (1988), pp. 1415-1424.
154. W.J. Liu, J.J. Jonas, Ti(C,N) precipitation in four Ti bearing HSLA steels, en: *Processing microstructure and properties of HSLA steels*, Ed. A.J. DeArdo, The Minerals, Metals and Materials Society, (1988), pp. 39-50.
155. J.P. Michel, J.J. Jonas, Precipitation kinetics and solute strengthening in high temperature austenites containing Al and N, *Acta Metall.*, vol 29, (1981), pp. 513-526.
156. H. Mecking, U.F. Kocks, Kinetics of flow and strain-hardening, *Acta Metall.*, vol. 29, (1981), pp. 1865-1875.
157. Y. Estrin, H. Mecking, A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models, *Acta Metall.*, vol. 32, no1, (1984), pp. 57-70.
158. F. Montheillet, Modeling the steady regime of discontinuous dynamic recrystallization, the fourth International Conference on Recrystallization and Related Phenomena, Ed. By Sakai T. y Suzuki H.G., The Japan Institute of Metals, (1999), pp. 651-658.
159. E. Nes, Modelling of work hardening and stress saturation in FCC metals, *Progress in Mater. Sci.*, vol. 41, (1998), pp. 129-193.
160. W. Roberts, *Deformation processing and structure*, ed. by G. Krauss, ASM Metals Park, Ohio, Cap. 4, (1982).

161. 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, *Mat. Sci. Eng.*, vol. 5, (1969), pp. 193-200.
162. 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.*, vol. 3, (1972), pp. 1951-1957.
163. Laasraoui, J.J. Jonas, Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rate, *Metall. Trans.*, vol. 22, (1991), pp. 1545-1558.
164. J.M. Cabrera, Caracterización mecanico-metalurgica de la conformación en caliente de un acero microaleado de medio carbono 38MnSiVS5, Tesis doctoral, Universidad Politecnica de Cataluña, (1995), pp. 40-74.
165. J.P. Sah, G.J. Richardson, C.M. Sellars, Quantitative correlation between high temperature strength and the kinetics of dynamic recrystallization, *Indian J. Technol.*, (1973), pp. 445-452.
166. F. Montheillet, Modelling discontinuous and continuous dynamic recrystallization, J.J. Jonas Symposium on Thermomechanical Processing of steel, Ed. S. Yue y E. Essadiqi, Ottawa, (2000), pp. 297-309.
167. H.P. Stüwe, B. Ortner, Recrystallization in hot working and creep, *Metal Sci.*, vol. 8, (1974), pp. 161-167.
168. W. Roberts, B. Ahlblom, A nucleation criterion for dynamic recrystallization during hot working, *Acta Metall.*, vol. 17, (1978), pp. 801-813.
169. W. Roberts, Deformation, processing and structure, cap.4, Ed. G. Krauss, ASM, (1982), pp. 109-184.
170. B. Mintz, J.J. Jonas, R. Abushosa, Influence of Vanadium on Hot Ductility of Steel, *Mater. Sci. Technol.*, 7, (1991), pp. 904-913.
171. F. Garofalo, An empirical relation defining the stress dependence of minimum creep rate in metals, *Transaction of AIME*, vol. 227, (1963), pp. 3351-3356.
172. 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, No.9, (1966), pp. 731-746.
173. Militzer, W.P. Sun, J.J. Jonas, Modelling the effect of deformation-induced vacancies on segregation and precipitation, *Acta Metall. Mater.*, vol. 42, (1994), pp. 133-141.
174. K.T. Aust, J.S. Armijo, E.F. Koch, J.H. Westbrook, *Trans. AMER. Soc. Met.*, vol. 60, (1967), p. 360.
175. D. McLean, Grain boundaries in metals, Clarendon Press, Oxford, (1957).
176. J.H. Westbrook, K.T. Aust, Solute hardening at interfaces in high-purity lead I Grain and twin boundaries, *Acta Metall.*, vol. 11, (1963), pp. 1151-1163.
177. T.R. Anthony, Solute segregation in vacancy gradients generated by sintering and temperature, *Changes, Acta Metall.*, vol. 17, (1969), p. 603.
178. R.G. Faulkner, Determination of Impurity-Point Defect Binding Energies in Alloys, *J. Mater. Sci.*, vol. 16, (1981), p. 373.
179. 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.*, vol 39, (1991), p. 2295.
180. H.Y. Cui, X.L. He, J. Ke, Study of recrystallization of boron-treated ultra low carbon bainitic steel by PTA technique, *J. Iron and Steel Research*, vol. 7, (1995), p. 58.
181. K.T. Aust, R.E. Hanneman, P. Niesssen, J.H. Westbrook, Solute-induced hardening near grain boundaries in zone-refined metals, *Acta Metall.*, vol. 16, (1968), p. 291.
182. S.C. Li, S.K. Lui, Multicomponent segregation along boundary and thermodynamical analysis of Fe-C-Si-Mn alloy, *Acta Metall. Sinica*, vol. 27, (1991), p. 161.
183. K.A. Taylor, Grain-Boundary Segregation and Precipitation of Boron in 0.2 percent Carbon Steels, *Metall. Trans. A*, vol. 23A, (1992), p. 107.
184. E. Orowan, Internal Stresses in Metals and Alloys, Institute of Metals, London, 1948, p.451.
185. T. Gladman, D. Dulieu, L.D. Mcivor, Proceedings of the International Symposium: "Microalloying 75", Ed. M. Korchynsky, Nueva York: Union Carbide Corporation, 1997, p. 25.
186. E.L. Brow, A.J. Deardo, J.H. Bucher, Hot deformation of austenite, Edited by J. Balance, T. M.S. – AIME, Warrendale, Pa, (1977), p. 250.

187. Weiss, J.J. Jonas, Dynamic precipitation and coarsening of niobium carbonitrides during the hot compression of HSLA steels, *Metall. Trans. A*, 10, (1979), p. 831.
188. L.M. Brown, R.W. Ham, *Strengthening methods in crystals*, Ed. A.Kelly y R.B. Nicholson, (1971), Elsevier, p. 9.
189. H.C. Chang, N.J. Grant, *Trans. AIME*, 206, (1956), p. 544.
190. R.G. Gifkins, Cavitation and cavity-induced fracture during superplastic deformation, *Acta Metall.*, 4, (1956), p. 98.
191. C. Ouchi, K. Matsumoto, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 22, (1982), p. 181.
192. V. Leroy, J.C. Herman, *Proc. of Microalloyed HSLA Steels*, ASM. Chicago, (1988), p. 489.
193. Kwon, A.J. Deardo, *HSLA steels: metallurgy and applications*, editado por: J.M. Gray, T. Ko, Z. Shouhua, B. Wu, y X. Xie, Am. Soc. Metals, Metals Park, Ohio (1986), pp. 529-538.
194. G. Vander Voort, *Metallography Principles and Practice*, Ed. Mc Graw Hill, ASM International Materials Park, OH. (1999), pp. 453-454.
195. S.S. Babu, *Acicular ferrite and bainite in steels*, Ph.D Thesis, University of Cambridge, UK, 1992.
196. N.Yurioka, NIPPON STEEL Weldability Calculation, "Calculation of carbon equivalents and transformation temperatures", Version 1.5 Prototype TYPE NSC-Y05-April, 2007.
197. J.C. Russ, *Practical Stereology*, Plenum press, New York, (1986), Caps. 3, 4, 6 y 7.
198. E. Underwood, *Quantitative Stereology*, Addison-Wesley, Massachusetts, (1970), Caps. 1-7.
199. ASM, *Metals handbook. properties and selection: nonferrous alloys*, (2005).
200. ASTM, *Standard test methods for elevated tension tests of metallic materials*, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 21-92.
201. ASTM, *Standard test methods for tension testing of metallic materials*, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 8-00M.
202. ASTM, *Standard test methods for testing at high temperature of metallic materials*, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 8-00M.
203. J.J. Jonas, C.M. Sellars, W.J.McG. Tegart, *Recrystallization of metals during hot deformation*, *Metall. Rev.*, 14, (1969), pp. 1-12.
204. C.M. Sellars, *Modelling microstructural development during hot rolling*, *Mater. Sci. Technol.*, 6, (1990), pp. 1072-1081.
205. C. Devadas, I.V. Samarasekera, E.B. Hawbolt, *The thermal and metallurgical state of Microstructural Evolution*, *Metall. Trans.*, 22A, (1991), pp. 335-349.
206. 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. Trans.*, 28A, (1997), pp. 2233-2244.
207. J.M. Cabrera, J.J. Jonas, J.M. Prado, *Flow behaviour of a medium carbon microalloyed steel under hot working conditions*, *Mater. Sci. Technol.*, vol 12, (1996), pp. 579-585.
208. J.M. Cabrera, J.J. Jonas, J.M. Prado, *Microalloying in Steels*, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 284-286, Ed. J.M. Rodríguez-Ibabe, I. Gutiérrez y B. López, Trans Tech Publications, (1998), pp. 127-134.
209. C.A. Hernández, S.F. Medina, J. Ruiz, *Modelling austenite flow curves in low alloy and microalloyed steels*, *Acta Metall. Mater.*, 44, (1996), pp. 155-163.
210. J.C. Herman, B. Thomas, U. Lotter, *ECSC Report EUR No. 16795, EC, Luxembourg*, (1997).
211. A.Yoshie, H. Morikawa, Y. Onoe, K. Itoh, *Formulation of static recrystallization of austenite in hot rolling process of steel plate*, *Trans. ISIJ*, 27, (1987), pp. 425-431.
212. *Catálogo XIII de Electrón Microscopy Sciences, A galaxy of products for microscopy and histology*, p. 416.
213. K. Yamamoto, T. Hasegawa, J. Takamura, *Effect of boron on Intra-granular ferrite Formation in Ti-Oxide Bearing Steels*, *ISIJ Int.*, vol. 36, (1996), pp. 80-86
214. S.C. Wang, P.W. Kao, *The effect of alloying elements on the structure and mechanical properties of ultra low carbon bainitic steels*, *Journal of Materials Science*, vol. 28, (1993), pp. 5169-5175.

215. T.G. Digges, C.R. Irish, N.L. Carwile, Effect of boron on the hardenability of high-purity alloys and commercial steels, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, vol. 41, (1948), pp. 80-86.
216. K.N. Kim, L.M. Pan, J.P. Lin, Y.L. Wang, Z. Lin, G.L. Chen, The effect of boron content on the processing for Fe-6.5wt% Si electrical steel sheets, *Journal of magnetism and magnetic materials*, vol. 277, (2004), pp. 331-336.
217. 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 Journal*, (1997), pp. 76-77.
218. R.K. Guseinov, Properties of structural steel doped with boron, *Metallovedenie I Termicheskaya Obrabotka Metallov*, vol. 7, (1991), pp. 35-37.
219. 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*, vol. 422, (2006), pp. 157-162.
220. M. Babbit, P. Valette, G. Riguat, Processing, microstructure and properties of microalloyed and other modern HSLA steels, ed. A.J. de Ardo, Warrendale, PA, ISS, (1991). pp. 281-288.
221. P.E. Bushy, C. Wells, *Trans. AIME JOM*, Sept., (1953), p. 972.
222. Tsuji, Y. Matsubara, T. Sakai, Y. Saito, Effect of boron addition on the microstructure of hot-deformed Ti-added interstitial free steel, *ISIJ Inter.*, vol. 37, No. 8, (1997), pp. 797-806.
223. T. Nishizawa, Grain growth in single and dual phase steels, *Tetsu-to-Hagané*, vol. 70, (1984), p. 1984.
224. R.A. Grange, T.M. Garvey, Factors affecting the hardenability of boron treated steels, *Trans. Am. Soc. Metals*, vol. 37, (1946), p. 136.
225. C.J. McMahon, The role of solute segregation in promoting the hardenability of steel, *Metall. Trans.*, vol. 11A, (1980), p. 91.
226. E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, Effect of the solidification and heat treatment conditions on the development of microstructures and properties of boron microalloyed steels, submitted for publication (research work).
227. C.T. Liu, C.L. White, J.A. Horton, Effect of boron on grain-boundaries in Ni3Al, *Acta Metall.*, Vol. 33, (1985), p. 213.
228. T.T. Cheng, *Intermetallics*, Vol. 8 (2000), p. 29.
229. M. Hansen, *Constitution of Binary Alloys*, 2nd ed., McGraw-Hill, New York, (1958), p. 249.
230. T. Maki, the 143rd and the 144th Nishiyama Memorial Lecture, *ISIJ*, Tokyo, (1992), p. 51.
231. J.N. Tarboton, L.M. Matthews, A. Sutcliffe, C.M.P. Frost, J.P. Wessels, *Mater. Sci. Forum*, 318, 3, (1999), p. 777.
232. B. Mintz, R. Abushosha, *Mater. Sci. Technol.*, 8, (1992), p. 171.
233. C. Shang, X. Wang, X. He, S. Yang, Y. Yuan, *J. Univ. Sci. and Techn. Beijing (English Edition)*, 8, (2001), p. 224.
234. J.E. Morral, J.B. Cameron, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Boron Hardenability Mechanisms, Boron in Steels*, Proc. of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, Wisconsin, USA, (1979), p. 19.
235. M.K. Miller, P.J. Pareige, K.F. Rusell, Seeing and catching atoms, an Oak Ridge National Laboratory report, TN, 2001.
236. K.T. Aust, J.H. Westbrook, *Lattice defects in quenched metals*, Academic Press, New York, (1965), p. 771.
237. M. Laguerquist, R. Langerborg, *Scand. J. Metall.*, 1, (1972), p. 81.
238. E.M. Schulson, T.P. Weihs, D.V. Viens, I. Baker, Discussion of "the role of boron in ductilizing Ni3Al", *Acta Metall.*, 33, (1985), p. 1587.
239. Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, J. Roves-Vernis, D. Rousseau, R. Tricot, in: D.V. Doane, J.S. Kirkaldy (Eds.), *Hardenability concepts with application to steel*, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA, USA, (1978), p. 421.
240. 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.
241. S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri, An investigation of the silicon role on austenite recrystallization, *Materials Letters*, 56, (2002), pp. 984-989.

242. 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.
243. J.W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys*, third ed., Pergamon Press, Oxford, (1981).
244. E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, Hot flow behavior of boron microalloyed steel, *Mater. Sci. Eng. A*, doi:10.1016/j.msea.2007.06.067, (2007), (In Press).
245. M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, L. Collins, in: T. Chandra (Ed.), *Recrystallization '90*, TMS-AIME, (1990), p. 681.
246. M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, *Proc. Int. Conf. on Phys. Metall. of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals*, I. Tamura (Ed.), Tokyo, Japan, Thermec-88, (1), (1988), p. 246.
247. M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, in: A.J. Deardo (Ed.), *Proceedings of the International Symposium on Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels*, Pittsburgh, Pennsylvania, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1988), pp. 69-78.
248. T. Sakai, Z. Xu, G.R. Zhang, *Tetsu-to-Hagané*, 80, (1994), p. 557.
249. 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.
250. W.P. Sun, E.B. Hawbolt, Comparison between static and metadynamic recrystallization-an application to the hot rolling of steels, *ISIJ Int.*, 37, (1997), pp. 1000-1009.
251. L.P. Karjalainen, T.M. Maccagno, J.J. Jonas, Softening and flow stress behaviour of Nb microalloyed steels during hot rolling simulation, *ISIJ Int.*, 35, (1995), pp. 1523-1531.
252. R.W. Fountain, J. Chipman, Solubility and Precipitation of Vanadium Nitride in a and g Iron *Trans. Met. Soc. AIME*, vol. 224, (1962), p. 599.
253. G.F. Melloy, P.R. Slimmom, P.P. Podgursky, *Met. Trans.*, vol. 4, (1973), p. 2279.
254. Brown, J.D. Garnish, R.W.K. Honeycombe, *Metals. Sci.*, 8, (1979), p.317.
255. R. Perez, A. Garcia, J.A. Juarez, On the structural characteristics of precipitates in boron microalloyed steels, *Scr. Metall. Mater.*, 28, (1993), pp. 931-936.
256. J.A. Juarez-Islas, R. Perez, J.L. Albarran, O. Flores, L. Martinez, SEM and HREM characterization of precipitation in a boron microalloyed steel, *Materials Letters*, 28, (1994), pp. 197-202.
257. H. Tamehiro, M. Murata, R. Habu, Optimum chemical composition and thermomechanical processing condition for niobium-boron steel, *Trans. ISIJ*, vol. 27, (1987), pp. 120-129.
258. L. Lanier, G. Metauner, M. Moukassi, Microprecipitation in boron-containing high-carbon steels, *Mikrochimica acta*, 114/115, (1994), pp. 353-361.

Anexos.

ARTÍCULOS PUBLICADOS INTERNACIONALMENTE.

ANEXO A: 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.

ANEXO B: 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.

ANEXO C: I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J. M. Cabrera, Physical modeling of the hot flow behavior of boron microalloyed steels under uniaxial hot-compression conditions, *International Journal of Materials Research*, (Under Review).

ANEXO D: I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, Austenite grain growth behavior of boron microalloyed steels, *Mater. Sci. Forum*, (Under Review).

ANEXO E: I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, Investigation on the boron effect on the high temperature behaviour of a 0.04C-1.5Mn-0.3Si steel, *Proceedings of Steel Conference 2008, New Developments on metallurgy and applications of high strength steels*, Buenos Aires, Argentina.

PRESENTACIONES EN CONGRESOS.

ANEXO G: Simulación de compresión en caliente de un acero microaleado al boro mediante el método del elemento finito, 2do Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales, ISBN 970-9798-01-4, Vol. 2 (2005), pp. 273-278.

ANEXO H: Simulación del ensayo de tracción en campo austenítico de un acero microaleado al boro mediante el método del elemento finito, 3er Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales, ISBN 970-9798-02-2, Vol. 3 (2006), pp. 220-225.

ANEXO I: Ductilidad y tipo de fractura en caliente de aceros microaleados al boro, *International Congress: Materia 2007*, Morelia, México, Oct., 2007.

ANEXO J: Austenite grain growth behavior of boron microalloyed steels, *Internacional Materials Research Congress*, Cancun, México, Oct. de 2007.

Hot ductility behavior of boron microalloyed steels

E. López-Chipres^a, I. Mejía^{a,*}, C. Maldonado^a, A. Bedolla-Jacuinde^a, J.M. Cabrera^{b,c}

^a Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio “U”, Ciudad Universitaria, 58066 Morelia, Michoacán, Mexico

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

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

Received 11 November 2006; received in revised form 17 January 2007; accepted 25 January 2007

Abstract

The current study analyses the influence of boron contents (between 29 and 105 ppm) on the hot ductility of boron microalloyed steels. For this purpose, hot tensile tests were carried out at different temperatures (700, 800, 900 and 1000 °C) at a constant true strain rate of 0.001 s⁻¹. In general, results revealed an improvement of the hot ductility of steels at increasing boron content. At 700, 900 and 1000 °C the ductility is higher than at 800 °C, where boron microalloyed steels exhibit a region of ductility loss (trough region). Likewise, dynamic recrystallization only occurred at 900 and 1000 °C. The fracture surfaces of the tested steels at temperatures giving the high temperature ductility regime show that the fracture mode is a result of ductile failure, whereas it is ductile–brittle failure in the trough region. Results are discussed in terms of dynamic recrystallization and boron segregation towards austenite grain boundaries, which may retard the formation of pro-eutectoid ferrite and increase grain boundary cohesion.

© 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.

Keywords: Hot ductility; Hot-working; Boron microalloyed steel; Dynamic recrystallization; Boron segregation; Fractography

1. Introduction

Researchers have been paying attention to the boron effect in steels for a long time [1–7] due to its potential to increase the steel hardenability. However, the mechanism by which boron increases the hardenability is not completely clear. Due to the development of modern metallurgical technology, the technique of controlling trace boron tends to be mature and boron steels are being extensively applied to the engineering machinery, sea platforms and oil pipelines fabrication [8–12]. It has been found that addition of elements such as Ti [13], Ca [14], Zr and Y [15] can improve the hot ductility of steel. Boron has been considered as another possible element likely to enhance the hot ductility in a similar grade. At relatively low temperatures, where austenite and ferrite phases coexist, such beneficial effect of boron has been suggested to be due to the precipitation of Fe₂₃(B, C)₆ in the matrix [16]. These precipitates act as preferential sites for

the intragranular nucleation of ferrite. In this way, less ferrite is available to form at grain boundaries. This 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. The final result is an improvement in the hot ductility. On the other hand, the effect of boron on the ductility at temperatures higher than the inter-critical ones, i.e. in the single austenitic phase, has been rarely studied. Indeed it is not clear if boron addition can be also beneficial to the hot ductility in this thermal region in the absence of ferrite phase [7]. However, some production statistics clearly pointed out the beneficial influence of boron on hot ductility [18–19]. This improvement can be ascribed by several factors such as preferential BN precipitation, retardation of the austenite/ferrite transformation, which presumably avoids ferrite film formation at austenite grain boundaries, and increasing resistance to grain boundary sliding during straightening operation, which results in better creep ductility [18]. Besides these speculations, the best case in which boron improves deformability may be the one observed in Ni₃Al which is extremely brittle at room temperature but addition of as little as 200 ppm B to this alloy turned it into a ductile compound [20]. It was suggested

* Corresponding author. Tel.: +52 443 322 3500x4020;

fax: +52 443 322 3500x4010.

E-mail address: imejia@zeus.umich.mx (I. Mejía).

Table 1
Chemical composition of the examined boron microalloyed steels (wt%)

Steel	C	Mn	Si	P	S	Al	V	B	N
B1	0.038	1.466	0.354	0.0152	0.0187	0.0029	0.0037	0.0029	0.0087
B2	0.042	1.469	0.342	0.0153	0.0191	0.0029	0.0040	0.0049	0.0078
B3	0.036	1.464	0.311	0.014	0.0159	0.0025	0.0039	0.0062	0.0080
B4	0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	0.0105	0.0084

that B atoms act as a type of “glue”, preventing the alloy from failing [21].

As mentioned previously, the boron segregation and its effect on austenitic grain boundary play an important role during high temperature deformation and dynamic recrystallization. He et al. [22] reported on a HSLA steel a strong abnormal boron segregation on moving new grain boundaries and consequently a delay on the nucleation and growing of new grains. This kind of segregation mainly appears at boundaries between new growing (recrystallized) grains and deformed original grains. This effect will persist and disappear until the new grains impinge and their motion is halted. Due to the solute drag force, the migration of the new grains is hindered so the recrystallization is also hindered. Additionally, Nb and B shown a strong synergistic effect as a result of the formation of (Nb, B) complexes whose presence at the new boundaries increases the solute drag force of the Nb atoms, decreases the boundary moving velocity and slows down the recrystallization kinetics of Nb–B steels. Likewise, Hondros and Seah [23] reported that the segregated boron on austenite grain boundaries changes the thermodynamic characteristics of these boundaries and this may have some effect on the softening behavior of austenite during hot working. Laha et al. [24] assumed that boron is concentrated on the grain boundaries where it enters into the precipitates and alters the character of the grain boundary/precipitates interface or matrix/precipitates in such a way that suppress the microcavity formation. They noticed that boron addition in the steel decreased the cavity growth rate almost by an order of magnitude.

At present, there are just a few studies strictly focused on the boron effect on the hot ductility of steels [16,25–27]. Therefore, the aim of this paper is to study the effect of boron content on the hot ductility of four boron microalloyed steels.

2. Experimental procedure

The steels were prepared in the Foundry Laboratory of the Metallurgical Research Institute-UMSNH by using high purity raw materials in a 25 kg capacity induction furnace and cast into 70 mm × 70 mm cross section ingots. The chemical compositions of the four steels examined in this study are listed in Table 1. The chemical composition seems to be homogeneous enough to undertake an accurate study on the solely effect of boron content on these steels.

Cylindrical hot tensile specimens of 6 mm in diameter and 30 mm in gauge length were machined from the as cast condition steel ingots. Isothermal hot tensile tests were performed at different temperatures and at a constant true strain rate using an Instron tensile testing machine, equipped with a radiant cylindrical fur-

nace. All the tests were performed in an argon atmosphere in order to protect the molybdenum-based tools from oxidation as well as to prevent oxidation of the samples. First, the specimens were heated to 1100 °C and held for 900 s in order to homogenize the microstructure, and to obtain a similar initial grain size. Then specimens were cooled down to the test temperatures (700, 800, 900 and 1000 °C) and held again for 300 s. Specimens were strained until failure at a constant true strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Immediately after rupture, the broken specimens were quenched by an Ar stream and finally the fractures surfaces were examined by scanning electron microscopy (SEM). Hot ductility was quantified by reduction in area (RA) at fracture.

3. Results and discussion

3.1. Hot ductility evaluation

The effect of deformation temperature on the tensile behavior of the four boron microalloyed steels selected is shown in Fig. 1. As expected, the strength decreases as temperature increases for all steels. It must be noticed that there are fluctuations in the flow curves at 900 and 1000 °C which are evidence of dynamic recrystallization of the single peak type [28]. However, no oscillations are observed at lower temperatures, i.e. at 800 and 700 °C. In terms of elongation, all flow curves at 800 °C displayed the lowest values regarding the boron content. These results are in agreement with those reported by Kim et al. [16].

The effect of boron content on the hot flow curves is shown in Fig. 2. In this case, no clear effect of the boron content on the elongation before fracture is observed. This is particularly true at 1000 °C, where all flow curves fall onto the same line. On the other hand, an important additional effect at 1000 °C and especially at 900 °C is readily apparent. The higher the boron content the lower the onset of dynamic recrystallization which has been measured as the strain associated to the peak stress of the flow curves. These asseverations are shown in Fig. 3, where a clear decreasing of peak stress and peak strain with the increase of the boron content is observed. Present researchers in parallel investigations [29] in uniaxial hot compression tests have found a remarkable effect of boron on lowering the onset of dynamic recrystallization. The reason for this effect is not clear at present because most alloying element tends to delay the onset of dynamic recrystallization. Although further research must be still done, the reason could be related to the character of the alloying element: substitutional atoms should tend to increase the activation energy for austenite deformation and consequently to delay the onset of dynamic recrystallization while interstitial atoms should promote a diminution of the activation energy and

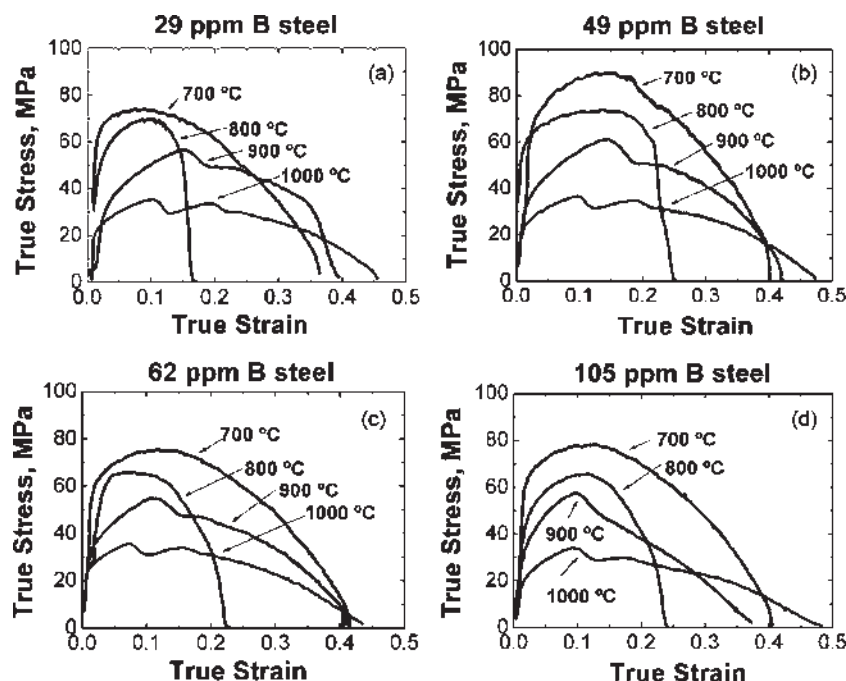


Fig. 1. True stress–true strain curves as a function of the temperature during tensile test of examined steels: (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

the therefore to accelerate the initiation of dynamic recrystallization. The occurrence of dynamic recrystallization at 900 and 1000 °C will have, as shown later, a substantial contribution to the high ductility observed in this range of temperatures. It must be pointed out that the initial austenitic grain size is similar for all present boron microalloyed steels. A previous study of the authors displayed an austenitic grain size at 1100 °C after 900 s ranging from 86 ± 2.0 to 80 ± 2.5 μm for steels containing 29 and 105 ppm of boron, respectively.

A more convenient way of measuring the hot ductility is through the reduction of area of the specimen once fractured. Accordingly, the dependence of the reduction of area (RA) on the deformation temperature for each steel is shown in Fig. 4 where one can notice a clear trough in every curve centered at 800 °C. According to some authors [27], the temperature range in which the RA is less than or equal to 60% is a crack sensitive range for continuous casting, which is called the hot brittle range. In terms of this rule, and in the present steels, when the boron

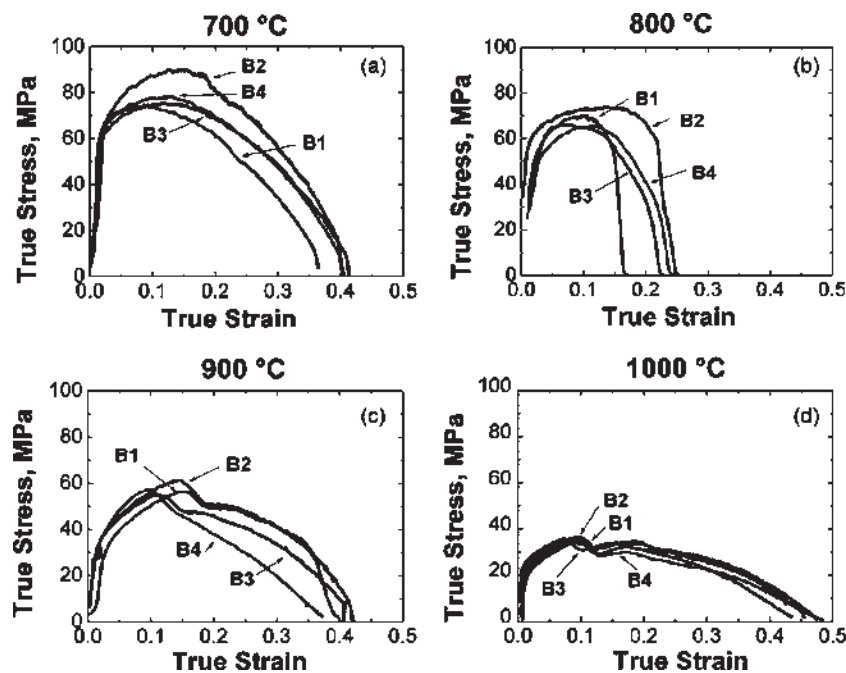


Fig. 2. True stress–true strain curves as a function of the boron content during tensile test of examined steels: (a) 700 °C, (b) 800 °C, (c) 900 °C and (d) 1000 °C.

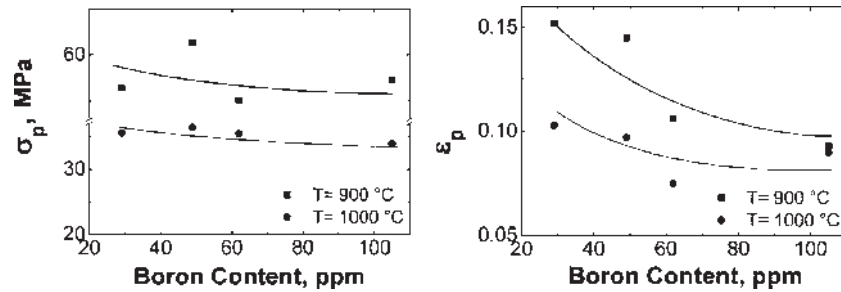


Fig. 3. Peak stress and peak strain as a function of the boron content at 900 and 1000 °C.

concentration is increased from 62 to 105 ppm, the hot brittle range tends to disappear leading to a further improvement in hot ductility. This would be also, as explained later, an indication that the transformation of pro-eutectoid ferrite is delayed by boron additions.

The high ductility observed at 900 and 1000 °C is associated to the thermal activation of two simultaneous phenomena, namely grain boundary sliding and dynamic recrystallization [17]. These two mechanism move grain boundaries away from microcracks, keeping them isolated and preventing in turn their coalescence [17]. Therefore, the higher hot ductility in the boron microalloyed steels is related to the stress accommodation by extensive plastic flow rather than cracking at grain boundaries [17].

There are certain temperatures for all the steel grades below which hot ductility decreases significantly. It is well known that ductility trough is mainly controlled by deformation induced

ferrite and grain boundary sliding [30–39]. The trough in the RA–temperature curves is promoted by the thin layer of ferrite induced at the austenite grain boundaries. When ferrite and austenite are present together, the ferrite, being the softer phase, tends to concentrate the strain during deformation. In the present boron microalloyed steels this temperature is centred at 800 °C, as shown in Fig. 4. It has been reported that the segregation of impurities to grain boundaries plays an important role in the loss of hot ductility in addition to the thin pro-eutectoid ferrite layer formation and the precipitation of carbides or nitrides of V, Ti, Nb, Al or B at austenite boundaries [30–38]. Moreover, soluble boron in steel can strongly segregate towards boundaries at high temperature and occupy the thickness of about several atom layers near boundaries [17]. Accordingly, Lagerquist and Langenborg [40] showed that the addition of boron to an alloy can reduce grain sliding and improve creep ductility. At low temperatures (700 °C) where recrystallization is absent, recovery of hot ductility is related to a high volume fraction of ferrite so that strain concentration does not occur [27].

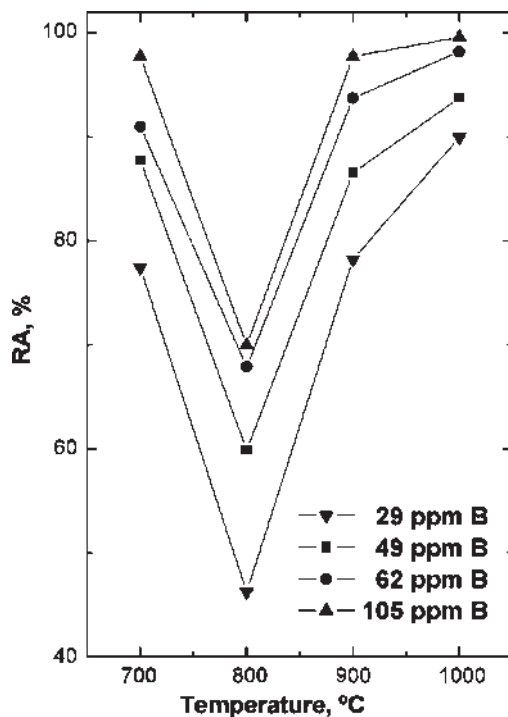


Fig. 4. Hot ductility curves for boron microalloyed steels (RA, reduction in area).

3.2. Fractography

The fracture surfaces of the boron microalloyed steels fractured at 700, 900 and 1000 °C are shown in Figs. 5–8. At these temperatures fracture seems to be ductile with small and large dimples and without apparent grain boundary facets. The fracture surface appearance is well coincident with the higher hot ductility reported by other authors [16,17]. Voids and small cracks may be formed at the ferrite–austenite interface, leading to low ductility by intergranular failure, as seen from fracture at 800 °C, (see Fig. 6).

Fig. 6 shows fracture aspects of the boron microalloyed steels when the specimens are fractured at 800 °C. In this case, the fracture was primarily the result of a ductile failure, with some brittle characteristics. The brittleness is principally characterized by intergranular separation. There are also some voids and cavities formed at grain boundaries. Nevertheless, no precipitates or inclusions were found within the voids. The intergranular separation seems more prominent at 800 °C than that at 700, 900 and 1000 °C. This intergranular decohesion is an indication of the ferrite induced by deformation. Because ferrite concentrates all the deformation in a thin layer, failure occurs by decohesion between the ferrite layer and the austenite grain. The shift

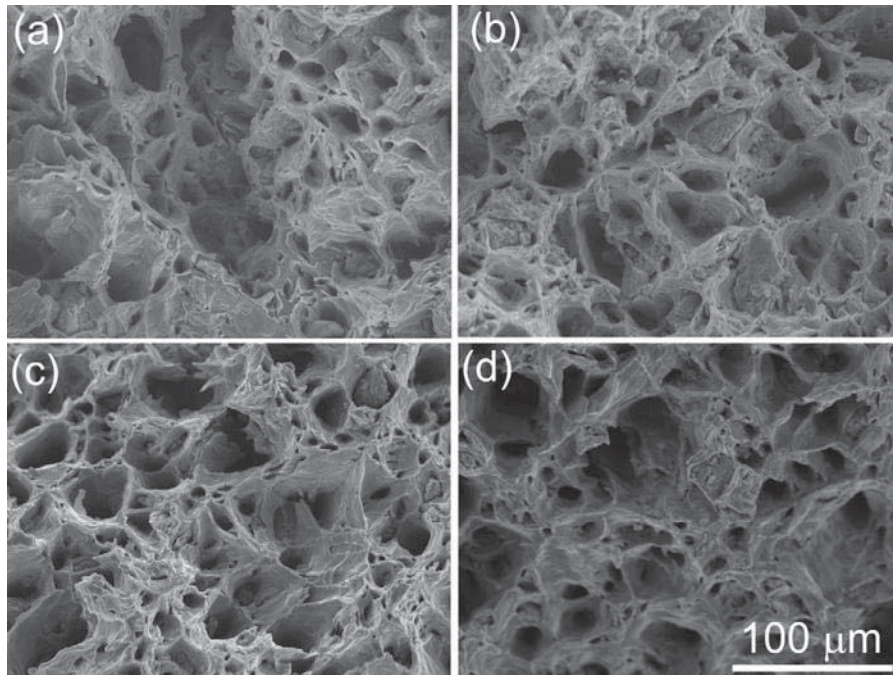


Fig. 5. SEM fractographs for the specimens tensile-tested at 700 °C: (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

of the ductility trough to lower temperatures by the addition of boron (see Fig. 4) is probably due to the decrease in the formation temperature of pro-eutectoid ferrite at austenite grain boundaries.

The large improvement in the hot ductility of the examined steels by the addition of boron should be due mainly to the increase in grain boundary cohesion, shallowing and narrowing the hot brittle range. This should arise from grain boundary segregation of boron [41–46], which could occupy proper nucle-

ation sites preferentially and lower austenite grain boundary energy, suppressing the decomposition of austenite and increasing grain boundary cohesion [47]. Additionally, it is known that the segregation of boron may retain segregation of impurities as phosphorus because the competition capability of boron for grain boundary sites is much larger than that of phosphorus [48]. Also, boron has a strong tendency to segregate to the grain boundaries but not to cavity (free) surfaces, enhancing grain boundary cohesion [49–51].

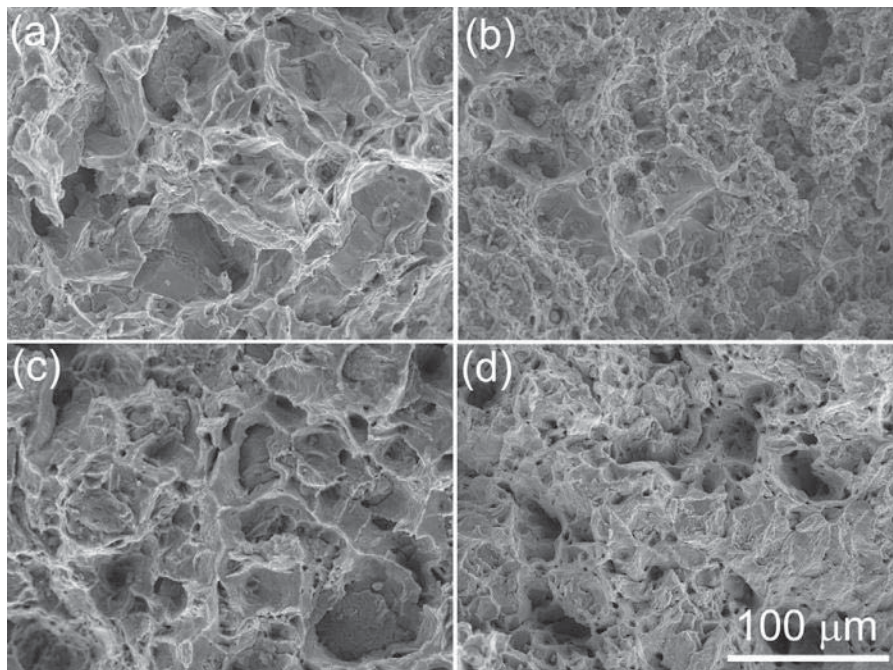


Fig. 6. SEM fractographs for the specimens tensile-tested at 800 °C: (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

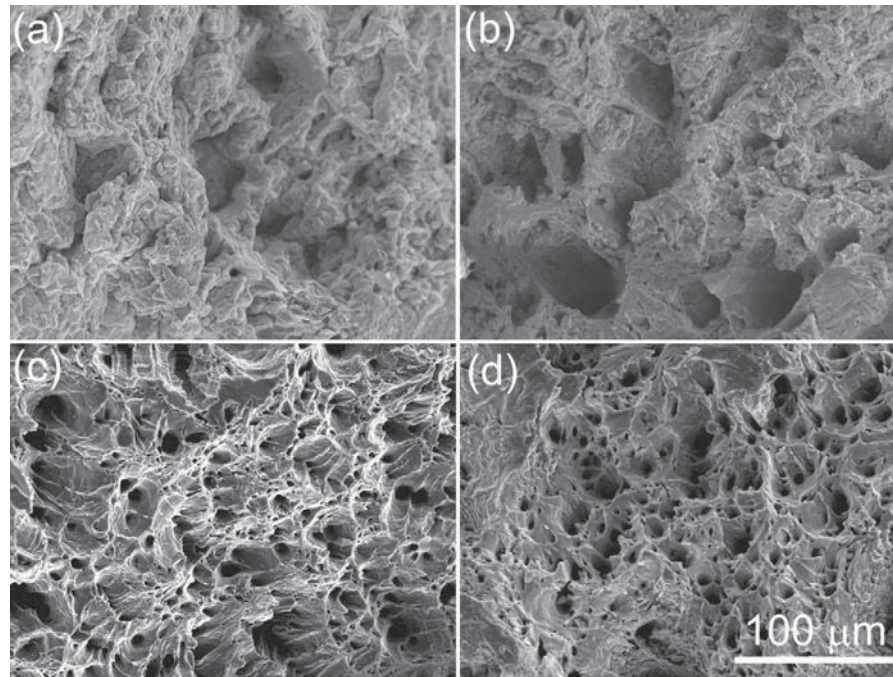


Fig. 7. SEM fractographs for the specimens tensile-tested at 900 °C: (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

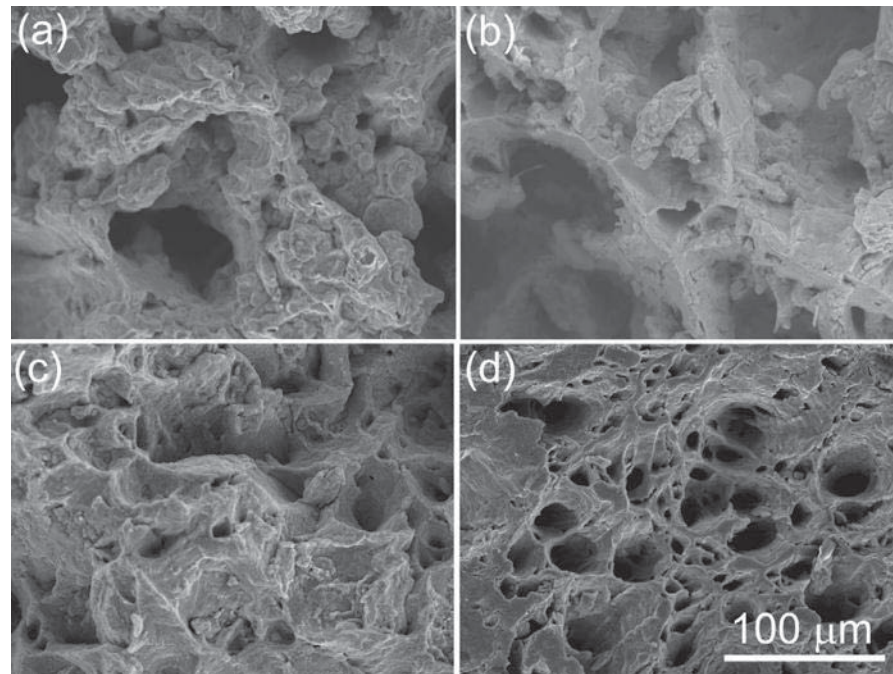


Fig. 8. SEM fractographs for the specimens tensile-tested at 1000 °C: (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

4. Conclusions

- (1) Boron additions to the present steels are beneficial to the hot ductility. The variation in the boron content from 29 to 105 ppm improved the hot ductility up to 25% in terms of RA. The improved ductility of the boron microalloyed steels is associated to the enhanced grain boundary cohesion and an easier flow in the austenite lattice, where grain boundary segregation and precipitation of boron have an important role.
- (2) At 700, 900 and 1000 °C the hot ductility is higher than at 800 °C, where boron microalloyed steels exhibited a region of hot ductility loss. Likewise, dynamic recrystallization only occurred at 900 and 1000 °C.
- (3) At 700 °C where there is no recrystallization, recovery of hot ductility is associated with the high volume frac-

tion of ferrite so that typical strain concentration cannot occur.

- (4) The fracture surfaces of the tested boron microalloyed steels at temperatures showing the higher hot ductility indicate that the fracture mode is a result of ductile failure, whereas in the region of hot ductility loss the fracture mode is ductile–brittle failure.

Acknowledgements

E. López-Chipres would like to thank CONACYT (México) for the scholarship support during this project. All the authors, also acknowledge Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica of the Universitat Politècnica de Catalunya (Spain), for the support and technical assistance in this research work, especially Dr. M. El Wahabi and Mrs. Montse Marsal. Funding was obtained through project CICYT-DPI 2005-09324-C02-01 (Spain) and Coordinación de la Investigación Científica of the UMSNH (México).

References

- [1] S. Wang, P. Kao, Chin. Steel Tech. Rep. 6 (1992) 1.
- [2] M. Krishnadev, G. Sojka, S. Banerji, Trans. ASME 103 (1981) 207.
- [3] H. Tameiro, M. Murata, R. Habu, M. Nagumo, Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 27 (1987) 120.
- [4] H. Tameiro, M. Murata, R. Habu, M. Nagumo, Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 27 (1987) 130.
- [5] J. Morral, T. Cameron, in: S. Banerji, J. Morral (Eds.), AIME, Warrendale, PA, 1979.
- [6] R. Habu, M. Miyata, S. Sekino, S. Goda, Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 18 (1978) 492.
- [7] D.H. Werner, Boron and Boron Containing Steels, Verlag Stahl Eisen, Germany, 1995.
- [8] S. Yang, S. Zhang, X. He, M. Chen, T. Ko, Microstruct. LCS'94 ISIJ Tokyo (1994) 39.
- [9] X. Wang, G. Zhou, S. Yang, X. He, J. Univ. Sci. Technol. Beijing 22 (2000) 70.
- [10] X. Wang, S. Yang, X. He, M. Wang, G. Zhou, J. Iron Steel Res. 22 (2000) 47.
- [11] C. Shang, X. Wang, X. He, S. Yang, Y. Yuan, J. Univ. Sci. Techn. Beijing 8 (2001) 224 (English edition).
- [12] S. Yang, C. Shang, X. He, X. Wang, Y. Yuan, J. Univ. Sci. Technol. Beijing 8 (2001) 119 (English edition).
- [13] O. Comineli, R. Abushosha, B. Mintz, Mater. Sci. Technol. 15 (1999) 1058.
- [14] B. Mintz, Z. Mohamed, R. Abushosha, Mater. Sci. Technol. 5 (1989) 682.
- [15] K. Suzuki, S. Miyagawa, Y. Saito, K. Shiotani, ISIJ Int. 35 (1995) 34.
- [16] S.K. Kim, J.S. Kim, N.J. Kim, Metall. Mater. Trans. 33A (2002) 701.
- [17] F. Zarandi, S. Yue, ISIJ Int. 46 (2006) 591.
- [18] N.E. Hannerz, Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 25 (1985) 149.
- [19] A.M. Elwazri, Master's Thesis, McGill University, 1998.
- [20] C. Krause, Nickel Aluminides, Breaking into the Marketplace, An Oak Ridge National Laboratory Report, TN, 1997.
- [21] M.K. Miller, P.J. Pareige, K.F. Russell, Seeing and Catching Atoms, An Oak Ridge National Laboratory Report, TN, 2001.
- [22] X. He, M. Djhazi, J.J. Jonas, Acta Metall. Mater. 39 (1991) 225.
- [23] E.D. Hondros, M.P. Seah, Int. Met. Rev. 22 (1977) 262.
- [24] K. Laha, J. Kyono, S. Kishimoto, N. Shinya, Scr. Mater. 52 (2005) 675.
- [25] H.-W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z.-J. Dang, Mater. Sci. Technol. 17 (2001) 843.
- [26] J.N. Tarboton, L.M. Matthews, A. Sutcliffe, C.M.P. Frost, J.P. Wessels, Mater. Sci. Forum 318–320 (1999) 777.
- [27] B. Mintz, R. Abushosha, Mater. Sci. Technol. 8 (1992) 171.
- [28] T. Sakai, J.J. Jonas, Acta Metall. 32 (2) (1984) 189.
- [29] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, Hot Flow Behavior of Boron Microalloyed Steel, to be submitted for publication (research work).
- [30] B. Mintz, S. Yue, J.J. Jonas, Int. Mater. Rev. 36 (1991) 187.
- [31] W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, J. Mater. Sci. 19 (1984) 2136.
- [32] Y. Maehara, K. Yasumoto, H. Tomono, T. Nagamichi, Y. Ohmori, Mater. Sci. Technol. 6 (1990) 793.
- [33] W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, Metall. Trans. 17A (1986) 1995.
- [34] W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, Metall. Trans. 19A (1988) 1305–1309.
- [35] R. Abushosha, R. Vipond, B. Mintz, Mater. Sci. Technol. 7 (1991) 1101.
- [36] H. Matsuoka, K. Osawa, M. Ono, M. Ohmura, ISIJ Int. 37 (1997) 255.
- [37] C. Nagasaki, J. Kihara, ISIJ Int. 37 (1997) 523.
- [38] S.-H. Song, A.-M. Guo, D.-D. Shen, Z.-X. Yuan, Jiu FT., D. Xu, Mater. Eng. A 360 (2003) 96.
- [39] B. Mintz, ISIJ Int. 39 (1999) 833.
- [40] M. Lagerquist, R. Langenborg, Scand. J. Metall. 1 (1972) 81.
- [41] T.-D. Xu, S.-H. Song, Z.-X. Yuan, Z.-S. Yu, J. Mater. Sci. 25 (1990) 1739.
- [42] S.-H. Song, T.-D. Xu, Z.-X. Yuan, Z.-S. Yu, Acta Metall. Mater. 39 (1991) 909.
- [43] T.-D. Xu, S.-H. Song, H.-Z. Shi, Z.-X. Yuan, W. Gust, Acta Metall. Mater. 39 (1991) 3119.
- [44] X.L. He, Y.Y. Chu, J.J. Jonas, Acta Metall. 37 (1989) 147.
- [45] B. Cao, X.-W. Wang, H.-Y. Cui, X.L. He, J. Univ. Sci. Technol. B9 (2002) 347.
- [46] Z.L. Zhang, Q.-Y. Lin, Z.-S. Yu, Mater. Sci. Technol. 16 (2000) 305.
- [47] M.P. Seah, Acta Metall. 28 (1980) 955.
- [48] S.-H. Song, R.G. Faulkner, P.E.J. Flewitt, J. Mater. Sci. 34 (1999) 5549.
- [49] C.T. Liu, C.L. White, J.A. Horton, Acta Metall. 33 (1985) 213.
- [50] T.B. Cameron, J.E. Morral, Metall. Trans. 17A (1986) 1481.
- [51] P.S. Khadkikar, K. Vedula, B.S. Shabel, Metall. Trans. 18A (1987) 425.

Hot flow behavior of boron microalloyed steels

E. López-Chipres^a, I. Mejía^{a,*}, C. Maldonado^a,
A. Bedolla-Jacuinde^a, M. El-Wahabi^b, J.M. Cabrera^{b,c}

^a Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo,
Edificio "U", Ciudad Universitaria, 58066 Morelia, Michoacán, Mexico

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

^c CTM Centre Tecnològic. Av. de las Bases de Manresa, 1, de Manresa, 08240 Manresa, Spain

Received 5 April 2007; received in revised form 23 June 2007; accepted 25 June 2007

Abstract

This research work studies the effect of boron contents on the hot flow behavior of boron microalloyed steels. For this purpose, uniaxial hot-compression tests were carried out in a low carbon steel microalloyed with four different amounts of boron 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). Experimental results revealed that both peak stress and peak strain tend to decrease as boron content increases, which indicates that boron additions have a solid solution softening effect. Likewise, the flow curves show a delaying effect on the kinetics of dynamic recrystallization (DRX) when increasing boron content. Deformed microstructures show a finer austenitic grain size in the steel with higher boron content (grain refinement effect). Results are discussed in terms of boron segregation towards austenitic grain boundaries during plastic deformation, which increases the movement of dislocations, enhances the grain boundary cohesion and modifies the grain boundary structure.

© 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.

Keywords: Hot flow behavior; Boron microalloyed steel; Dynamic recrystallization; Boron segregation; Solid solution softening; Austenitic grain size

1. Introduction

Nowadays is not overly surprising to find a strong interest in boron microalloyed steels, both on the part of steel makers and also on steel users, particularly at a time when materials availability and cost problem are as important as energy in our society. Present modern steel making practices also allow the production of boron alloyed steels with optimum boron content and consistent hardenability. Since the future of most alloying elements in steel is uncertain due to their increased cost, scarcity and their dependence on foreign sources; boron seems to be one of the best alloying elements in terms of cost, effect and quantity [1].

In boron treated steels, solute boron segregates to the austenite/ferrite grain boundaries and increases hardenability by suppressing the ferrite transformation through strong interaction with lattice defects such as dislocations and vacancies.

The delaying effect on the ferrite transformation promotes bainite formation in hot rolled microalloyed steels, where the high strength is derived from accumulative effects such as fine grain size, solid solution strengthening with additional interstitial hardening, precipitation hardening by carbide and nitride particles, transformation hardening and strain hardening [2]. Much can be learned from the hardenability studies on the behavior of boron in austenite [3–10], particularly its interaction with grain boundaries, which is relevant to hot working and recrystallization of austenite. Segregated boron to austenite grain boundaries changes the thermodynamic characteristics of these boundaries and this has important effects on the softening behavior of austenite during hot working [11]. Boron segregation to austenite grain boundaries retards their mobility and hence, the recrystallization kinetics during hot working [11]. Wang and He [12] have reported that segregated boron retards the mobility of austenite boundaries by a solute drag effect, thereby decreasing the rate of dynamic recrystallization (DRX) of deformed austenite.

On the other hand, in case of boron alloyed steels in a range of 10–100 ppm of B, the different forms of boron could be

* Corresponding author. Tel.: +52 443 322 3500x4020; fax: +52 443 322 3500x4010.

E-mail address: imejia@zeus.umich.mx (I. Mejía).

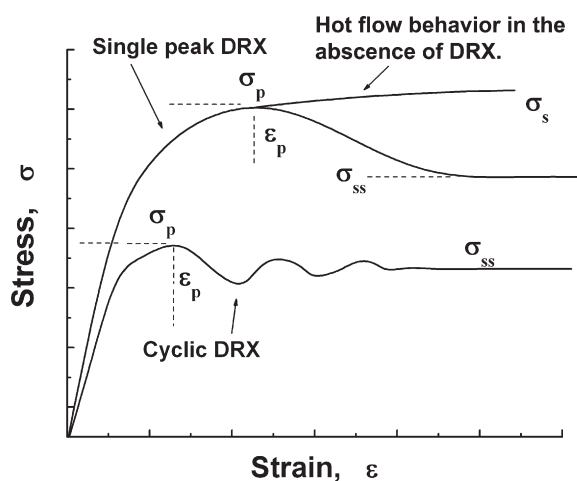


Fig. 1. Sketch of the plastic flow behavior of γ -Fe under high temperature deformation conditions.

summarized as: (i) boron precipitated as $M_{23}(B,C)_6$, (ii) linked to N as BN, (iii) solid solution as an interstitial element and (iv) as an oxide, but usually in low amounts. $M_{23}(B,C)_6$ (so-called borocarbide) is one of the most striking microstructural features of boron as a perceptible phase in low alloyed steels with 0.05–0.25% C and 0–130 ppm of B [9,13–16]. It has been reported [17] that only soluble B can segregate and then later precipitate as $M_{23}(B,C)_6$ at grain boundaries. This inter-granular particle of $M_{23}(B,C)_6$ precipitates with an epitaxial relationship between neighboring austenite grains [9,13,18]. These particles act like other interstitial alloying elements which are able to fill the unfavorable gaps on grain boundary and stabilize the grain boundary surfaces. Likewise, it has been shown that boron atoms tend to migrate to austenite grain boundaries (segregation), a fact that can be associated to B-vacancies interactions [18,19]. This feature can be related with the non-equilibrium grain-boundary segregation theory of solute atoms proposed by Aust et al. [20,21] and Anthony [22]. This theory suggests that the mechanism of segregation is based on an equilibrium in which a sufficient quantity of recombined solute atoms and vacancies exist, where solute atoms, vacancies and their recombined complexes (also called vacancy-impurity complexes) are in equilibrium with each other.

Dynamic recrystallization (DRX) is one of the main softening mechanisms of steels at high temperature because provides additional softening to that provided solely by dynamic recovery. DRX takes place after a critical strain has been attained. When the softening process is governed by dynamic recrystallization, the flow stress passes through a peak and then drops to a steady state regime [23], as can be seen from Fig. 1. From the

microstructural point of view, the hot flow curves can be divided into three successive stages which are dependent on strain rate and temperature. First, the work hardening and dynamic recovery stage at relatively low strains. This stage is characterized by the elongation of the grains forming a pancaked microstructure. At large deformation values, a steady state regime is reached and the final microstructure becomes equiaxed due to a recrystallization process. The two latter stages are separated by a transition zone characterized by a drop of the true stress, as mentioned above. DRX can take place in two different forms: (a) single peak type curves, at low temperatures and high strain rates, and (b) multiple peak curves at high temperatures and/or low strain rates. In the particular case of relatively large strain rates or very low temperatures, dynamic recrystallization can be inhibited, being dynamic recovery the only active softening mechanism [23].

Nowadays, there are just a few studies focused on the boron effect on the hot flow behavior of microalloyed steels. The aim of this research work is to study the effect of boron content on the hot flow behavior of four boron microalloyed steels by analysis of its influence on the high temperature flow curves.

2. Experimental procedure

Boron microalloyed steels were prepared in the Foundry Laboratory of the Metallurgical Research Institute of UMSNH by using high purity raw materials in a 25 kg capacity induction furnace and cast into 70 mm \times 70 mm cross-section ingots. The chemical compositions of the four steels examined in this study are given in Table 1. The chemical composition seems to be homogeneous enough to undertake an accurate study on the effect of boron content on these steels.

Cylindrical specimens of 7 mm in diameter and 11 mm in length were machined from the as cast condition steels ingots. Isothermal hot-compression tests were then performed at different temperatures and at a constant true strain rate using an Instron tensile testing machine, equipped with a radiant cylindrical furnace. All tests were performed under an argon atmosphere in order to protect the molybdenum-based tools from oxidation as well as to prevent oxidation of the compression samples. First, the specimens were heated to 1100 °C and held for 900 s in order to homogenize the microstructure, and to obtain a similar initial austenitic grain size. Then specimens were cooled down to the test temperature (950, 1000, 1050 and 1100 °C) and held again for 300 s. Specimens were strained until $\epsilon = 0.8$ at different constant true strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s $^{-1}$). This wide range of conditions provided a good description of the hot flow behavior of steels. The soaking conditions promoted an ini-

Table 1
Chemical composition of the examined boron microalloyed steels (wt%)

Steel	C	Mn	Si	P	S	Al	V	B	N
B1	0.038	1.466	0.354	0.0152	0.0187	0.0029	0.0037	0.0029	0.0087
B2	0.042	1.469	0.342	0.0153	0.0191	0.0029	0.0040	0.0049	0.0078
B3	0.036	1.464	0.311	0.014	0.0159	0.0025	0.0039	0.0062	0.0080
B4	0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	0.0105	0.0084

tial austenitic grain size ranging from $86 \pm 2.0 \mu\text{m}$ in steel B1 to $80 \pm 2.6 \mu\text{m}$ in steel B4. Therefore, in this work the initial austenitic grain size has been considered similar for all steels and it will be assumed that no influence of this microstructural parameter on the hot flow behavior must be expected. Specimens were quenched in water immediately after the compression tests and finally examined by light optical metallography (LOM). For this purpose samples for optical microscopy were prepared by typical metallographic procedures: grinding by SiC abrasive paper followed by polishing on nylon and wool cloths using diamond paste as abrasive. Finally, samples were chemically

etched with a saturated aqueous picric acid solution at 60°C to reveal the austenitic grain size which was measured by image analysis using digitalized pictures through Sigma Scan Pro 5[®] software.

3. Results and discussion

The flow curves of the hot-compression tests of the four boron microalloyed steels as a function of the boron content are shown in Fig. 2. These flow curves exhibit the expected behavior when dynamic recrystallization occurs [23–25]. All steels show

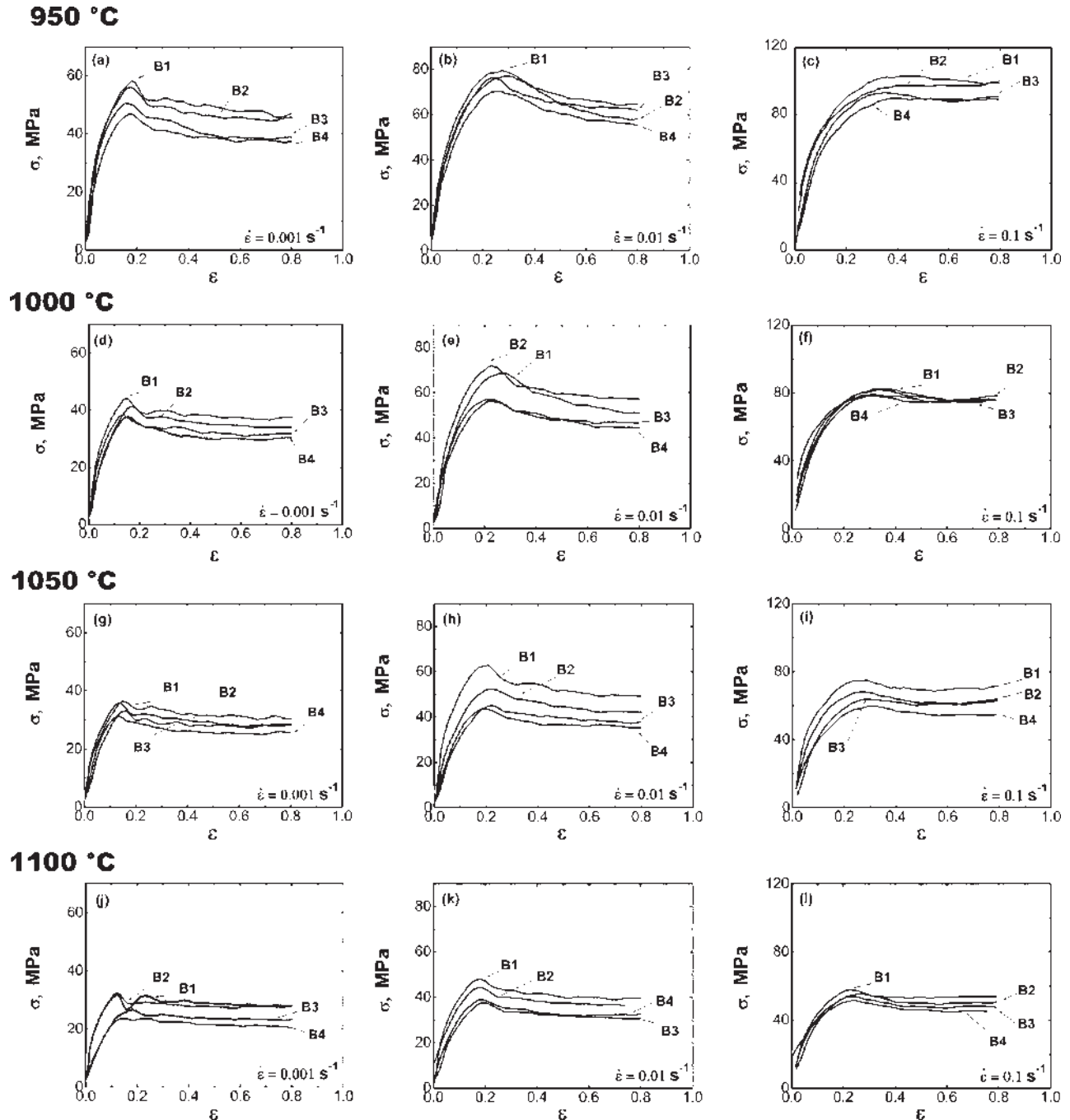


Fig. 2. Hot flow curves as a function of boron content (B1, B2, B3 and B4) at different temperatures (950, 1000, 1050, 1100 °C) and true strain rates (0.001, 0.01, 0.1 s⁻¹).

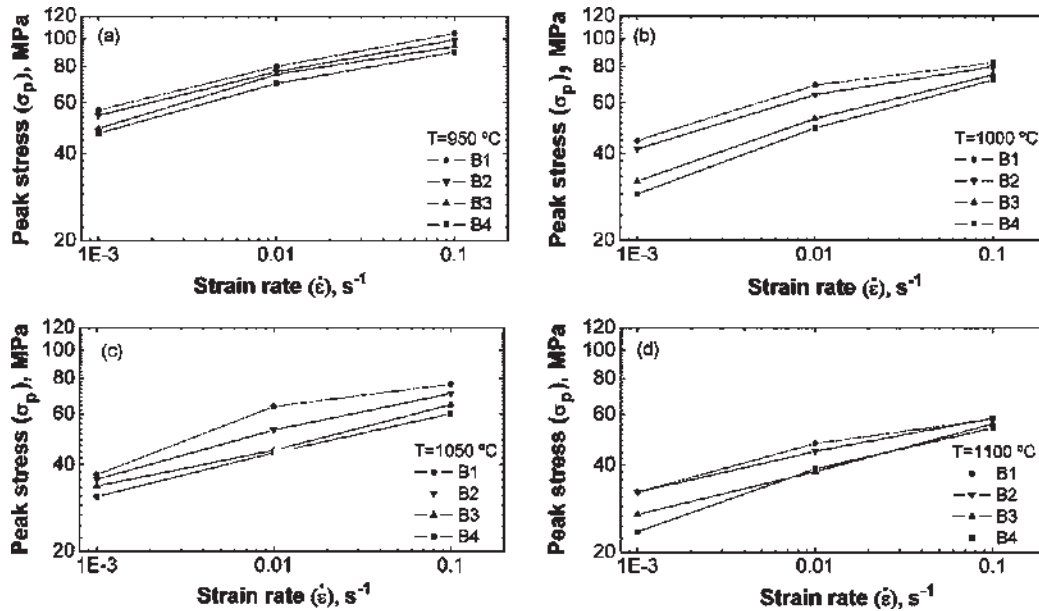


Fig. 3. Dependence of the peak stress (σ_p) on the strain rate ($\dot{\epsilon}$) at constant temperature.

a similar hot flow behavior, with the classic dependence of peak stress, σ_p , and peak strain, ϵ_p , on temperature and strain rate, that is, σ_p and ϵ_p tend to increase as strain rate increases and temperature decreases. In all cases the steel with higher boron content (B4) shows lower peak stress values than the steel with lower boron content (B1), as can be seen from Fig. 3. Similar remarks can be done regarding the steady state stresses. It is also observed that the softening beyond the peak stress value is more pronounced in the steel with higher boron content. The softening effect exhibited by the present boron microalloyed steels at high temperatures is opposite to that shown at low temperatures, where increasing the boron content increases the hardness of steel [8]. In this study is evident that boron addi-

tions produce softening and also delay of the DRX during the hot deformation of the steel (see Fig. 4, where ϵ_p is plotted versus strain rate for every steel). This delaying effect of the DRX has already been reported by other authors in previous studies [26–29]. The present authors consider that this feature indicates that boron additions could promote a solid solution softening effect additional to the DRX itself, in a similar way to the role played by other interstitial alloying elements such as carbon in steels [30–32]. According to Busby et al. [33] the diffusion rate of boron in austenite is similar to the carbon ones. The diffusivity of vacancies in austenite for iron–carbon alloys increases with rising boron content [34]. Likewise, boron has two characteristics which are applicable in the present instance

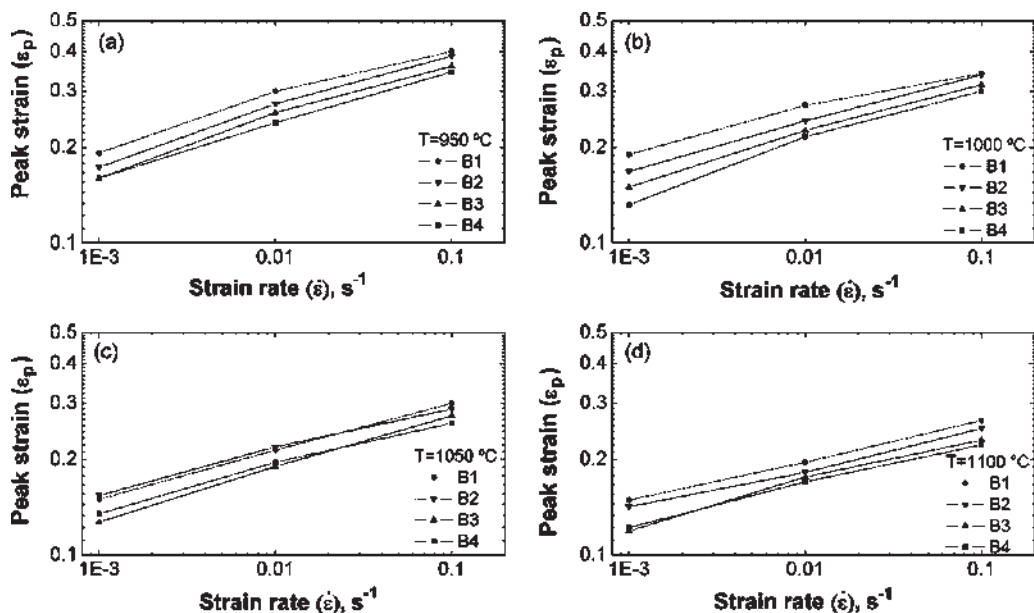


Fig. 4. Dependence of the peak strain (ϵ_p) on the strain rate ($\dot{\epsilon}$) at constant temperature.

and few other alloying elements can satisfy: (i) segregation to the grain boundaries at high temperatures and (ii) a rapidly diffusing capacity which allows B atoms to travel quick enough to keep up with the grain boundaries during recrystallization (segregating species with very high diffusion rate) [35,36]. On the other hand, depending on the dual nature of boron atoms in the austenite lattice and their environment, they can occupy either substitutional or interstitial sites. When it possesses sufficient energy, a boron atom can make the transition from its substitutional position to an interstitial one, and experiences accelerated diffusion in this way [36]. Consequently, dynamic recrystallization can, therefore, be accelerated by the addition of boron, leading to a solid solution softening for stresses at high strains. Additionally, this softening mechanism could be related to the occurrence of an additional channel of facilitated formation of dislocations kinks at impurity centers [37]. This effect is related to the kink mechanism of dislocation motion (decrease in kink energy with increasing solute content facilitates the dislocation mobility [38]). Likewise, this solid solution softening effect can be associated with diffusion and segregation of the boron atoms towards the austenitic grain boundaries where they occupy the vacancies generated by the applied deformation and modify and reinforce the cohesion of austenitic grain boundaries; this fact would allow an easier plastic flow in the austenitic lattice [26,39–42]. All these phenomena can also be explained on the basis of the non-equilibrium segregation theory proposed by Aust et al. [21] as an effect of mobile vacancy-solute atom complexes diffusing down vacancy gradients towards vacancy sinks (this gradient can be generated by cooling and/or by plastic deformation). They suggested that clusters of solute complexes could form near grain boundaries by the collision of complexes, provided that strong interactions exist between the solute atoms and the vacancies. In this case the grain boundary softening is due to the presence of solute clusters resulting from the decomposition of vacancy-solute complexes near the boundary sink [43,44]. Lagerquist and Langerborg [45] have shown that boron additions to an alloy can reduce grain sliding and improve creep ductility.

In order to reach the onset of DRX it is imperative to provide a critical strain to begin the recrystallization process. After the peak stress is attained, an additional softening is observed up to a point in which the steel achieves a steady state stress. This state can be obtained in two different ways. At relatively low strain rates and high temperatures, the flow curves exhibit a cyclic behavior [23] (repeated oscillation in the flow curve, as can be seen from Fig. 2 for the steel with 29 ppm B tested at 0.001 s^{-1} and $1100 \text{ }^\circ\text{C}$, while at high strain rates and low temperatures, only a single peak stress is observed (as can be seen from Fig. 2 for the steel with 105 ppm B tested at 0.1 s^{-1} and $950 \text{ }^\circ\text{C}$). In both cases the initial portion of the flow curves can be solely described in terms of dynamic recovery parameters, while the region beyond the peak stress must be described in terms of DRX. Sometimes, at high strain rates and low temperature some flow curves exhibit only softening by dynamic recovery but not DRX, because they do not exhibit the typical peak of DRX (as can be seen from Fig. 2 for steels with 29 and 49 ppm B tested at 0.1 s^{-1} and $950 \text{ }^\circ\text{C}$). Under these conditions, the deformation process occurs so fast that there is no time enough for recrystallization and boron atoms reorganization.

In consequence, the vacancies generated during the deformation process cannot be occupied by boron atoms and therefore, no heavy effect of boron atoms at high strain rate should be expected.

As mentioned above, the occurrence of dynamic recrystallization is traditionally identified by the presence of a peak stress in the flow curves. As illustrated in Fig. 2, DRX preferably appears at strain rates of 0.01 and 0.001 s^{-1} and at relatively high temperatures (1000 , 1050 and $1100 \text{ }^\circ\text{C}$). Under these conditions Schulson et al. [46] have reported that boron improves the mobility of grain boundary dislocations during hot deformation which in turns facilitates DRX. This would explain partially the present acceleration of the onset of DRX (diminution of ϵ_p) at increasing boron content. Several authors [47–50] have also reported that during hot deformation boron segregates towards austenitic grain boundaries and promotes some disordering and the consequent expected increase in grain boundary dislocations mobility, which facilitates the beginning of the DRX. Since strong interactions exist between boron atoms and vacancies and the boron atoms remain for appreciable times at grain boundaries, the probability of forming groups of solute complexes by collision, as suggested by Aust et al. [21], will obviously increase. As mentioned before, boron atoms can also segregate towards austenitic grain boundaries and occupy the sites of vacancies generated by deformation avoiding this way the formation and propagation of microcracks [31]; this increases the cohesion among the austenitic grains and facilitates the plastic flow and deformation by slip accommodation [42]. Thus, the boron segregation and its effect on austenitic grain boundaries play an important role during high temperature deformation and dynamic recrystallization. From this later asseveration, it is concluded that the activation of potential grain boundaries sites for DRX will actually become easier when boron is present.

Research works [30,31] carried out previously, have shown that other interstitial alloying elements like carbon can also accelerate the onset of the DRX and, on the contrary, substitutional alloying elements like silicon [51,52] and phosphorus [53] tend to delay it. Results obtained by the present authors [54] and reported information on steels [30,31,51–53] indicate that substitutional atoms are able to increase the activation energy for austenite deformation and consequently to delay the onset of DRX, while interstitial atoms promote a diminution of the activation energy and therefore to accelerate the initiation of DRX.

On the other hand, an additional important effect is detected in these flow curves: a delay of DRX kinetics at increasing boron content. This can be noted in the time spent in attaining the steady state stress once DRX has started, or in other words on the shape of the flow curve after the onset of DRX. The delay of the DRX kinetics is usually associated to a solute drag effect [23].

Finally, the cyclic peak behavior is more notorious in the steel with lower boron content (B1). The final grain size of this steel under most testing conditions was larger than the initial one, as can be seen from Fig. 5. It is well known that cyclic peaks are due to the high synchronization in the recrystallization process in different regions of the sample, whereas single peak has been attributed to unsynchronization of the recrystallization. Sakai

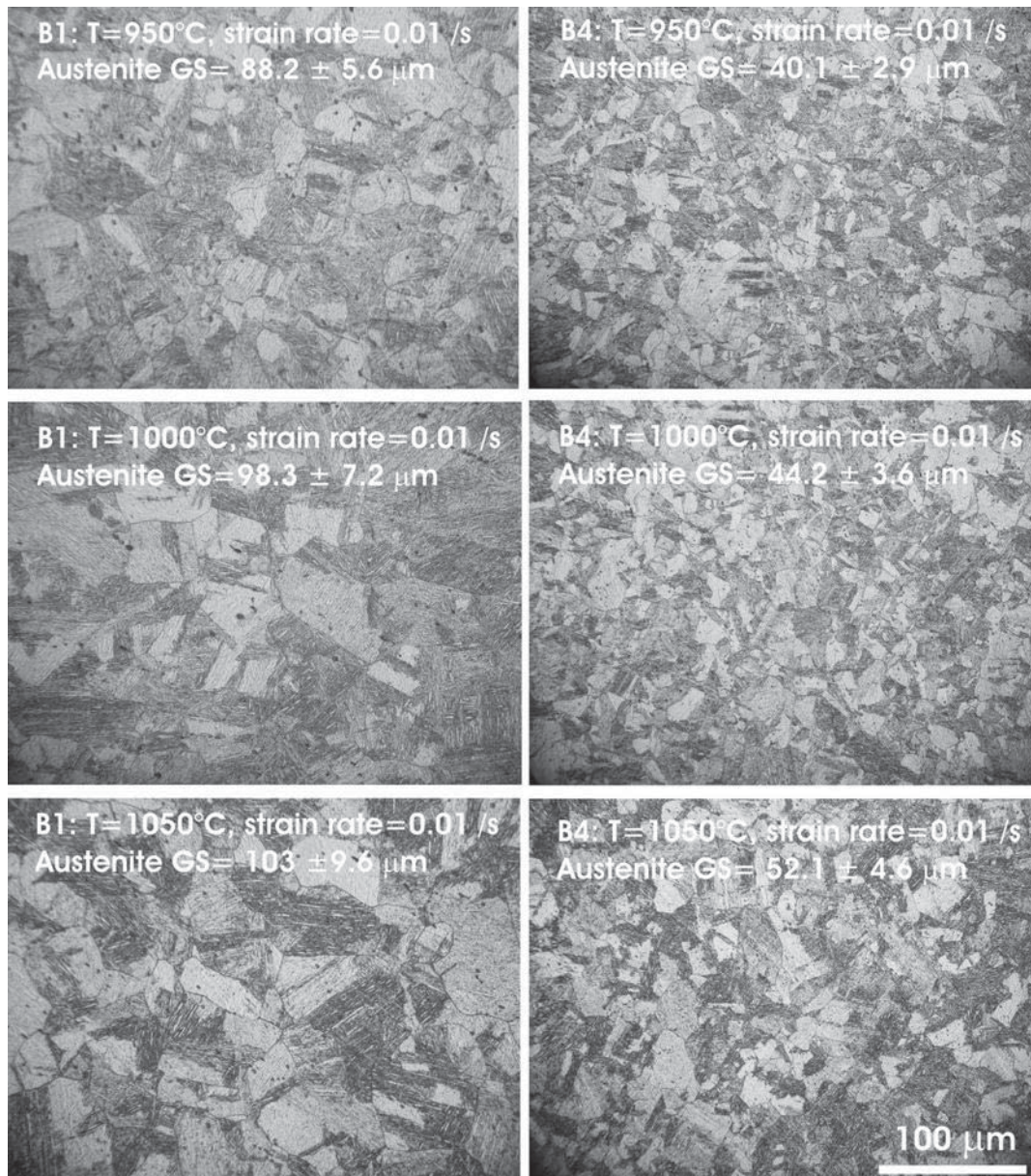


Fig. 5. Optical micrographs of the austenitic grain microstructures (GS = grain size, μm).

and Jonas [23,55] observed that, under single peak conditions, a grain refinement occurs whereas under multiple peak conditions, grain coarsening takes place [56,57]. From the present work, the steel with higher boron content (B4) displays the most refined and totally recrystallized austenitic grains. The refined austenitic grain size in the boron microalloyed steels is due to the occurrence of single peak DRX and the solute drag effect of boron on austenite grain boundaries [58–60].

4. Conclusions

- (1) Hot flow curves of present boron microalloyed steels show that both peak stress and peak strain tend to decrease as boron content increases, which indicates that boron additions generate a solid solution softening effect in a way similar to the hot flow behavior of other interstitial alloying elements like carbon.
- (2) Hot flow curves of boron microalloyed steels show an acceleration of the onset of dynamic recrystallization and a delay of the recrystallization kinetics at increasing boron content.
- (3) At relatively low strain rates and high temperatures, the flow curves display a cyclic behavior (steel with 29 ppm B at 0.001 s^{-1} and 1100°C), whereas at high strain rates and low temperatures, only single peak type curves are observed (steel with 105 ppm B at 0.1 s^{-1} and 950°C).
- (4) Boron additions to the present steel promote single peak dynamic recrystallization conditions and therefore an effect of grain refinement. The steel with higher boron content displays the most refined and totally recrystallized austenitic grain for all conditions of temperature and strain rate.

Acknowledgements

E. López-Chipres would like to thank CONACYT (México) for the scholarship support during this project. Funding was obtained through project CICYT-DPI 2005-09324-C02-01 (Spain) and Coordinación de la Investigación Científica of the UMSNH (México).

References

- [1] J.E. Morral, T.B. Cameron, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Boron in Steel*, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA, USA, 1979.
- [2] R.D.K. Misra, G.C. Weatherly, J.E. Hartmann, A.J. Boucek, *Mater. Sci. Technol.* 17 (2001) 1119.
- [3] K.E. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, 2nd ed., Butterworths, London, 1984.
- [4] W.C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*, McGraw-Hill, USA, 1981.
- [5] B.M. Kapadia, in: D.V. Doane, J.S. Kirkaldy (Eds.), *Hardenability Concepts with Application to Steel*, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA, USA, 1978, p. 448.
- [6] J.E. Morral, J.B. Cameron, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Boron Hardenability Mechanisms, Boron in Steels*, Proceedings of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, WI, USA, 1979, p. 19.
- [7] D.A. Mortimer, M.G. Nicholas, *Met. Sci.* 10 (1976) 326.
- [8] J.E. Morral, J.B. Cameron, *Met. Trans. A* 8 (1977) 1817.
- [9] Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, J. Roves-Vernis, D. Rousseau, R. Tricot, in: D.V. Doane, J.S. Kirkaldy (Eds.), *Hardenability Concepts with Application to Steel*, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA, USA, 1978, p. 421.
- [10] R.C. Sharma, G.R. Purdy, *Met. Trans. B* 5 (1974) 939.
- [11] E.D. Hondros, M.P. Seah, *Int. Met. Rev.* 22 (1977) 262.
- [12] X. Wang, X.L. He, *ISIJ Int.* 42 (Suppl.) (2002) 38.
- [13] Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, R. Tricot, *Met. Trans. B* 6A (1975) 287.
- [14] R.A. Grange, J.B. Mitchell, *Trans. ASM* 53 (1961) 157.
- [15] Y. Ohmori, *Trans. ISI Jpn.* 11 (1971) 339.
- [16] Ph. Maitrepierre, Proceedings of "Heat Treatment 76", Metals Society, Stratford upon Avon, 1976, p. 177.
- [17] Ph. Maitrepierre, J. Roves-Vernis, D. Thivellier, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Structure-Properties Relationships in Boron Steels, Boron in Steels*, Proceedings of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, WI, USA, 1979, p. 1.
- [18] Y. Ohmori, K. Yamanaka, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Hardenability of Boron-Treated Low Carbon Low Alloy Steels, Boron in Steel*, Proceedings of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, WI, USA, 1979, p. 44.
- [19] X.L. He, Y.Y. Chu, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 37 (1989) 2905.
- [20] K.T. Aust, S.J. Armijo, E.F. Koch, J.A. Westbrook, *Trans. Am. Soc. Metall.* 60 (1967) 360.
- [21] K.T. Aust, R.E. Hanneman, P. Niessen, J.H. Westbrook, *Acta Metall.* 16 (1968) 291.
- [22] T.R. Anthony, *Acta Metall.* 17 (1969) 603.
- [23] T. Sakai, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 32 (2) (1984) 189.
- [24] W. Roberts, in: G. Krauss (Ed.), *Deformation, Processing and Structure*, ASM, Metals Park, OH, 1982, p. 109.
- [25] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, Oxford, 1995.
- [26] X.L. He, M. Djahazi, J.J. Jonas, J. Jackman, *Acta Metall.* 39 (10) (1991) 2295.
- [27] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, L. Collins, in: T. Chandra (Ed.), *Recrystallization '90*, TMS-AIME, 1990, p. 681.
- [28] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, in: I. Tamura (Ed.), *Proceedings of the International Conference on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals*, Thermec-88, No. 1, Tokyo, Japan, 1988, p. 246.
- [29] M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, in: A.J. Deardo (Ed.), *Proceedings of the International Symposium on Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels*, Pittsburgh, PA, TMS-AIME, Warrendale, PA, 1988, p. 69.
- [30] T. Sakai, Z. Xu, G.R. Zhang, *Tetsu-to-Hagané* 80 (1994) 557.
- [31] Z. Xu, G.R. Zhang, T. Sakai, *ISIJ Int.* 35 (2) (1995) 210.
- [32] F. Escobar, J.M. Cabrera, J.M. Prado, *Mater. Sci. Technol.* 19 (8) (2003) 1137.
- [33] P.E. Busby, M.E. Wurga, C. Wells, *J. Metall.* 5 (1954) 1463.
- [34] M. Djahazi, *Disertation Abstr. Int. (USA)* 53 (1) (1992) 298.
- [35] T. Mavropoulos, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, in: J.M. Gray, et al. (Eds.), *Proceedings of the International Conference on HSLA Steels 1985*, Beijing, China, TSM-ASM, Metals Park, OH, 1986, p. 229.
- [36] M. Jahazi, J.J. Jonas, *Mater. Sci. Eng. A* 335 (2002) 49.
- [37] B.V. Petukhov, *Crystallogr. Rep.* 52 (1) (2007) 112.
- [38] K. Okazaki, *J. Mater. Sci.* 31 (4) (1996) 1087.
- [39] H.W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z.J. Dang, *Mater. Sci. Technol.* 17 (7) (2001) 843.
- [40] S.-H. Song, A.-M. Guo, D.-D. Shen, Z.-X. Yuan, J. Jiu, T.-D. Xu, *Mater. Sci. Eng. A* 360 (2003) 96.
- [41] M.K. Miller, P.J. Pareige, K.F. Rusell, *Seeing and Catching Atoms*, an Oak Ridge National Laboratory Report, TN, 2001.
- [42] F. Zarandi, S. Yue, *ISIJ Int.* 46 (4) (2006) 591.
- [43] J.H. Westbrook, K.T. Aust, *Acta Metall.* 11 (1963) 1151.
- [44] K.T. Aust, J.H. Westbrook, *Lattice Defects in Quenched Metals*, Academic Press, New York, 1965, p. 771.
- [45] M. Laguerquist, R. Languerborg, *Scand. J. Metall.* 1 (1972) 81.
- [46] E.M. Schulson, T.P. Weihs, D.V. Viens, I. Baker, *Acta Metall.* 33 (1985) 1587.
- [47] E.M. Schulson, I. Baker, H.J. Frost, *Metall. Trans. A* 18 (11) (1987) 1995.
- [48] I. Baker, E.M. Schulson, *Philos. Mag.* 57 (3) (1988) 379.
- [49] E.M. Schulson, T.P. Weihs, I. Baker, H.J. Frost, J.A. Horton, *Acta Metall.* 34 (7) (1986) 1395.
- [50] E.M. Schulson, T.P. Weihs, I. Baker, H.J. Frost, J.A. Horton, *Scr. Metall.* 19 (12) (1985) 1497.
- [51] S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri, *Mater. Des.* 23 (2002) 271.
- [52] S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri, *Mater. Lett.* 56 (2002) 984.
- [53] G.R. Stewart, J.J. Jonas, F. Montheillet, *ISIJ Int.* 44 (9) (2004) 1581.
- [54] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* 460–461 (2007) 464.
- [55] T. Sakai, M.G. Akben, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 31 (1983) 631.
- [56] N.D. Ryan, H.J. McQueen, *High Temp. Technol.* 8 (1990) 185.
- [57] H.J. McQueen, E. Evangelist, N.D. Ryan, in: T. Chandra (Ed.), *Recrystallization ('90) in Metals and Materials*, TMS-AIME, Warrendale, PA, 1990, p. 89.
- [58] N. Tsuji, Y. Matsuura, T. Sakai, Y. Saito, *ISIJ Int.* 37 (1997) 797.
- [59] Y. Hosoya, T. Hashimoto, A. Nishimoto, *Physical Metallurgy of IF Steels*, I.S.I. of Japan, Tokyo, 1993, p. 179.
- [60] K. Tanigawa, Y. Hosoya, A. Nishimoto, *Physical Metallurgy of IF Steels*, I.S.I. of Japan, Tokyo, 1993, p. 170.

Research

Manuscript Draft

Manuscript Number:

Title: Physical modeling of the hot flow behavior of boron microalloyed steels under uniaxial hot-compression conditions

Article Type: Original Paper

Section/Category: Basic

Keywords: Boron microalloyed steel; Hot flow behavior; Dynamic recrystallization (DRX); Softening; Constitutive equations.

Corresponding Author: Professor Ignacio Mejía, Eng., M.S., Dr.

Corresponding Author's Institution: Instituto de Investigaciones Metalúrgicas-Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

First Author: Ignacio Mejía, Eng., M.S., Dr.

Order of Authors: Ignacio Mejía, Eng., M.S., Dr.; Edgar López-Chipres, Eng., M.S., PhD. Student; Cuauhtémoc Maldonado, Eng., M.S., Ph.D.; Arnoldo Bedolla-Jacuinde, Eng., M.S., Ph.D. ; José María Cabrera, Eng., Dr.

Manuscript Region of Origin:

Abstract: From the present study the constitutive equations for the hot flow behavior of boron microalloyed steels were determined. These equations take into account both dynamic recovery (DRV) and recrystallization (DRX) phenomena. They have been fitted using experimental data from hot compression tests of four boron microalloyed steels. These tests were carried out over a wide range of temperatures (950, 1000, 1050 and 1100°C) and strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s $^{-1}$). The comparative analysis of the characteristic parameters of the constitutive equations describing the hot flow behavior of these steels shows that boron additions play a major significant role on softening mechanisms rather than on hardening.

A quantification of the boron effect is also obtained. The experimental data were compared with the predictions of the proposed model and excellent agreement was obtained between measured and predicted values for all boron microalloyed steels over the whole range of temperatures and strain rates.

1
2
3
4 Ignacio Mejía^a, Edgar López-Chipres^a, Cuauhtémoc Maldonado^a, Arnoldo Bedolla-Jacuinde^a,
5
6 José María Cabrera^{b,c}
7
8
9

10 ^a Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de
11
12 Hidalgo, Morelia Michoacán, MÉXICO.
13

14 ^b Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB-Universitat
15
16 Politècnica de Catalunya, Barcelona, SPAIN.
17

18 ^c Centre Tecnològic de Manresa, Manresa, SPAIN.
19
20
21
22

23 **Physical modeling of the hot flow behavior of boron microalloyed steels under uniaxial** 24 25 **hot-compression conditions** 26 27 28 29

30 From the present study the constitutive equations for the hot flow behavior of boron
31
32 microalloyed steels were determined. These equations take into account both dynamic
33
34 recovery (DRV) and recrystallization (DRX) phenomena. They have been fitted using
35
36 experimental data from hot compression tests of four boron microalloyed steels. These tests
37
38 were carried out over a wide range of temperatures (950, 1000, 1050 and 1100°C) and strain
39
40 rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s⁻¹). The comparative analysis of the characteristic parameters of the
41
42 constitutive equations describing the hot flow behavior of these steels shows that boron
43
44 additions play a major significant role on softening mechanisms rather than on hardening. A
45
46 quantification of the boron effect is also obtained. The experimental data were compared with
47
48 the predictions of the proposed model and excellent agreement was obtained between
49
50 measured and predicted values for all boron microalloyed steels over the whole range of
51
52 temperatures and strain rates.
53
54
55
56
57
58

59 **Keywords:** Boron microalloyed steel; Hot flow behavior; Dynamic recrystallization (DRX);
60
61 Softening; Constitutive equations.
62
63
64
65

1
2
3
4 **1. Introduction**
5

6 The study of boron in iron and steel is over fifty years old. Initially boron was treated as a
7
8 “trace impurity”. Current manufacturing techniques, however, frequently involve the addition
9
10 of small quantities of boron to an alloy to enhance specific properties, e. g. the hardenability
11
12 of ferritic steel [1] and the creep ductility of an austenitic alloy [2]. Many metallurgical
13
14 aspects of steels have been investigated and it has been found that boron is useful to improve
15
16 ductility because free boron is considered to segregate along grain boundaries and
17
18 strengthening them [3]. In most instances it is assumed that boron is concentrated on the grain
19
20 boundaries where it enters into precipitates and alters the character of the grain
21
22 boundary/precipitates or matrix/precipitates interfaces in such a way that microcavity
23
24 formation is suppressed. It has been also reported that boron segregates to the grain
25
26 boundaries at the very first stage of recrystallization, and increases the bonding force at the
27
28 interfaces. On the other hand, intergranular fracture does not occur easily when sufficient
29
30 boron is added to the steels [4]. In hot working, much can be learn from the hardenability
31
32 studies on the behavior of boron in austenite [5-12], particularly its interaction with grain
33
34 boundaries, which is relevant to hot working and recrystallization of austenite. Segregated
35
36 boron on austenite grain boundaries change the thermodynamic characteristics of these
37
38 boundaries and this have some effect on the softening behavior of austenite during hot
39
40 working [13]. The effects of very small levels of boron on high temperature transformation
41
42 and deformation processes in low carbon steels are complex, sometimes contradictory, but
43
44 extraordinarily significant considering the very small levels of boron required for these
45
46 effects.
47
48
49

50
51
52 Nevertheless, an understanding of the thermomechanical behavior of steels is essential in the
53
54 simulation and control of the hot forming operations. Moreover, a right prediction of the final
55
56 properties needs from accurate descriptions of the microstructural features occurring during
57
58 the forming step. From an industrial point of view, the prediction of the final microstructure
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 after a thermomechanical process is of great relevance. As a first step, the derivation of
5
6 constitutive equations describing the high temperature behavior of boron steels is an
7
8 unavoidable job.
9

10 During deformation of steels at high temperature a strong softening mechanism is concurrent
11
12 with strain hardening. This mechanism is called dynamic recrystallization (DRX) which takes
13
14 place after a critical strain has been attained. When the softening process is governed by
15
16 DRX, the flow stress passes through a peak and then drops to a steady state regime, as can be
17
18 seen in Fig. 1 [14], where the typical shape of the flow curves of steels at high temperature is
19
20 sketched. From the microstructural point of view, the hot flow curves can be divided into
21
22 three successive stages that are dependent on strain rate and temperature. The first stage
23
24 occurs at relatively low strains and work hardening and dynamic recovery are the deformation
25
26 controlling mechanisms. This step is characterized by the elongation of the original grains
27
28 forming a pancaked microstructure. In the third stage, at large deformation values, a steady
29
30 state regime is reached and the final microstructure becomes equiaxed. The two latter stages
31
32 are separated by a transition zone characterized by a drop of the true stress, as already
33
34 mentioned, in which DRX is the main softening mechanism. In turns DRX can take place in
35
36 two different forms: single peak, at low temperatures and high strain rates, and multiple peaks
37
38 at high temperatures and/or low strain rates. In the particular case of relatively large strain
39
40 rates or very low temperatures, DRX can be inhibited, being dynamic recovery (DRV) the
41
42 only active softening mechanism [14]. The physical modeling of the latter flow curves can be
43
44 accomplished in many ways. One of the simplest one is the so-called one variable approach,
45
46 which will be here briefly summarized.
47
48
49
50
51
52
53

54 At high temperature, it is accepted that the evolution of mobile dislocation density, ρ , with
55
56 strain results from the balance between dislocation generation and storage during work
57
58 hardening and annihilation during DRV [15-19]. This feature can be expressed as follows:

$$\partial\rho/\partial\varepsilon = \partial\rho/\partial\varepsilon|_{\text{stored}} - \partial\rho/\partial\varepsilon|_{\text{recovered}} \quad (1)$$

1
2
3
4 The first term of Eq. (1) describes the work hardening process due to storage of a part of the
5
6 mobile dislocations whereas the second one accounts for the recovery or softening due to the
7
8 annihilation and reordering of dislocations during DRV. Most models differ on the
9
10 expressions proposed to quantify the hardening and softening terms. Here the model proposed
11
12 by Estrin and Mecking [17] and Bergström [18-19], employed by Laasraoui and Jonas [20]
13
14 and slightly modified by one of the present authors [21-22] will be used. Accordingly, Eq. (1)
15
16 can be re-written as:
17
18

$$19 \quad \partial\rho/\partial\varepsilon = U - \Omega\rho \quad (2)$$

20
21 where U (m^{-2}) is the term that describes work hardening, and Ω (dimensionless) the term
22
23 responsible for softening by DRV. The integration of Eq. (2) is relatively simple when the
24
25 latter parameters are independent of strain. Assuming the classical relationship between stress
26
27 and dislocation density, $\sigma = \alpha\mu b\sqrt{\rho}$, Eq. (2) becomes the following constitutive expression:
28
29

$$30 \quad \sigma^2 = \sigma_0^2 e^{-\Omega\varepsilon} + \sigma_p^2 (1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \quad (3)$$

31
32 being $\sigma_0 = \alpha\mu b\sqrt{\rho_0}$ and $\sigma_p = \alpha\mu b\sqrt{U/\Omega}$. Here b is the Burgers vector, μ is the shear
33
34 modulus, α is a geometrical constant, and ρ_0 is the initial dislocation density. In order that the
35
36 above relations be true constitutive equations, one must determine the effect of strain rate, $\dot{\varepsilon}$,
37
38 and temperature, T , on the values of σ_p , U and Ω , or in other words, to derive rate equations
39
40 for the latter variables.
41
42

43
44 Physically based models used to predict the flow stress after the peak stress, i.e. when DRX is
45
46 taking place, are not yet accurate enough to predict the behavior observed. This difficulty can,
47
48 however, be overpassed by studying the kinetics of such softening phenomenon [21]. DRX
49
50 can be considered as a solid state transformation process that takes place by nucleation and
51
52 growth, and can therefore be described by an Avrami type equation [23]:
53
54

$$55 \quad X = 1 - \exp(-B \cdot t^n) \quad (4)$$

1
2
3
4 where X is the volume fraction of material recrystallized in a given time, t , and n and B are
5
6 constants related to the nucleation mechanism and to the nucleation and growth rates,
7
8 respectively. It is also usual to describe the kinetics of DRX in terms of the time necessary for
9
10 recrystallization of 50% of the volume fraction ($t_{50\%}$). In this way Eq. (4) can be transformed
11
12 into Eq. (5):
13

$$14 \quad X = 1 - \exp\left(-0.693(t/t_{50\%})^n\right) \quad (5)$$

15
16 where the constants $t_{50\%}$ and B are linked according to $t_{50\%} = (0.693/B)^{1/n}$. Thus any pair of
17
18 values of the triad n , B and $t_{50\%}$ characterizes the DRX kinetics unambiguously. Assuming
19
20 that the recrystallized volume fraction is proportional to the stress softening [21], the flow
21
22 curve under DRX conditions can then be expressed as:
23
24

$$25 \quad \sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot X \quad (6)$$

26
27 It is worth mentioning that the above model only predicts the first peak in the case of DRX of
28
29 the cyclic type. The aim of the present research work is to determine the simplified
30
31 constitutive equations describing the stress-strain relationships as a function of temperature
32
33 and strain rate of boron microalloyed steels based on the models and equations previously
34
35 proposed.
36
37
38
39
40
41
42
43

44 **2. Experimental procedure**

45
46 Boron microalloyed steels were prepared in the Foundry Laboratory of the Metallurgical
47
48 Research Institute - UMSNH in an induction furnace and cast into 70 mm x 70 mm cross-
49
50 section ingots. The chemical compositions of the four steels examined in this study are given
51
52 in Tab. 1. The chemical composition seems to be homogeneous enough to undertake an
53
54 accurate study on the effect of boron content on these steels.
55
56

57
58 Cylindrical specimens of 7 mm in diameter and 11 mm in length were machined from the as
59
60 cast condition steels ingots. Isothermal hot compression tests were performed at different
61
62
63
64
65

1
2
3
4 temperatures and at a constant true strain rate using an Instron testing machine equipped with
5
6 a radiant cylindrical furnace. First, the specimens were heated to 1100°C and held for 900 s in
7
8 order to homogenize the microstructure, and to obtain a similar initial austenitic grain size.
9
10 Under this condition, B should be expected at the most as a $\text{Fe}_{23}(\text{B,C})_6$ particle, although
11
12 some authors consider its dissolution could be considered to be complete at 1100°C [24].
13
14 Then specimens were cooled down to the test temperature (950, 1000, 1050 and 1100°C) and
15
16 held again for 300 s for homogenization temperature purposes. Specimens were strained until
17
18 $\varepsilon = 0.8$ at different constant true strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s^{-1}). This wide range of
19
20 conditions allowed obtaining a good description of the hot flow behavior of steels. The
21
22 soaking conditions promoted an initial austenitic grain size ranging from $86\mu\text{m} \pm 2.0$ in steel
23
24 B1 and $80\mu\text{m} \pm 2.6$ in steel B4. Therefore, the initial austenitic grain size will be considered
25
26 similar for all steels and no influence on the hot flow behavior will be expected. Additional
27
28 details of the hot compression tests and metallographic characterization can be found
29
30 elsewhere [25].
31
32
33
34
35
36
37

38 **3. Results and discussion**

39
40 The experimental flow curves of steels B1 and B4 are shown in Fig. 2 (similar results were
41
42 found in steels B2 and B3 although they have been omitted here for saving space purposes).
43
44 These hot flow curves exhibit the expected behavior when DRX occurs [14]. After reaching a
45
46 maximum stress value, a clear drop to a steady-state stress is observed. This steady state can
47
48 be attained by two different ways. If strain rates are large enough and the temperature is low,
49
50 the steady state is immediately reached after the peak stress. This morphology is named DRX
51
52 of the single peak type [14], as can be seen in Fig. 2a-h. However, at high temperatures and
53
54 relatively low strain rates, the steady state is obtained after some oscillations in the true stress-
55
56 true strain curve. This shape is representative of the DRX of the cyclic type, as can be seen in
57
58 Fig. 2d. In consequence, DRX was the most important softening mechanism governing the
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 deformation mechanism at all testing conditions. On the other hand and again as expected,
5
6 increasing temperatures or decreasing strain rates promoted lower stresses.
7

8
9 Likewise, it must be pointed out that stress values, and especially maximum or peak stress,
10
11 are systematically larger in the steel with lower boron content (B1) than in the steel with
12
13 higher boron content (B4) under all deformation conditions, as shown in Figs. 2 and 7. In
14
15 what follows, the effect of boron on the hot flow behavior will be evaluated by a comparative
16
17 analysis of the characteristics parameters describing the constitutive equations that predict the
18
19 experimental flow curves. The constitutive equations detailed in the introduction will be
20
21 employed for this purpose.
22
23
24
25

26 **3.1. Effect of boron on the onset of dynamic recrystallization**

27
28 One of the most characteristic points in the hot flow curve is the so-called peak strain, ϵ_p , or
29
30 critical strain to initiate DRX. Traditionally, this deformation is the one associated to the
31
32 maximum stress, also named peak stress, σ_p , in the flow curve. From the experimental curves,
33
34 strains associated to the peak stress or the first maximum stress in the case of cyclic curves,
35
36 were determined and plotted versus strain rate and temperature, as shown in Fig. 3. As
37
38 expected, more deformation is needed for the onset of DRX at increasing strain rates or
39
40 decreasing temperatures. The comparative analysis of the four boron microalloyed steels
41
42 indicates that at all tested temperatures the steel with lower boron content (B1) needs more
43
44 deformation than the steel with higher boron content (B4) for the onset of DRX. Several
45
46 authors [26-29] have reported that during hot deformation, boron segregates towards the
47
48 austenitic grain boundary, promoting some disorder and the consequent expected increase in
49
50 grain boundary dislocations mobility, which in turns facilitates the beginning of the DRX.
51
52 Accordingly, it can be concluded that the activation of potential grain boundaries sites for
53
54 DRX will actually become easier and not more difficult when boron is present. Results
55
56 obtained by present authors [25] and reported information in steels indicate that substitutional
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 atoms tend to increase the activation energy for austenite deformation and consequently to
5
6 delay the onset of DRX [30-32], while interstitial atoms promote a diminution of the
7
8 activation energy and therefore to accelerate the initiation of DRX [33-34].
9

10
11 On the other hand, it is well known the retarding effect that precipitated particles can have on
12
13 the kinetics of static recrystallization by a similar mechanism to that of limiting the grain
14
15 growth (i.e. pinning grain boundaries). It is also known the delaying effect of solute atoms
16
17 under the same recrystallization conditions by a solute drag mechanism. Under DRX
18
19 conditions, a similar phenomenon should be observed, but now the interaction of the
20
21 deformation process with the precipitation kinetics and the mobility of elements in solid
22
23 solution must be included. In the absence of alloying elements effect, ε_p should decrease
24
25 monotonically at decreasing strain rates, $\dot{\varepsilon}$, under isothermal and same initial grain size
26
27 conditions, as illustrated in Fig. 4. If elements in solid solution are added to austenite, the
28
29 latter trend between ε_p and $\dot{\varepsilon}$ is maintained, although shifted towards larger strains. If an
30
31 alloying element is capable to precipitate under hot working conditions, like Nb(C,N) in
32
33 microalloyed steels, an additional delaying effect is noticed [35]. Once precipitation is
34
35 finished, particles tend to coarsen and therefore their pinning effect decreases and,
36
37 consequently, they cannot retard anymore the recrystallization process. These latter features
38
39 are also depicted in Fig. 4. The present experimental relation between ε_p - $\dot{\varepsilon}$ (see Fig. 3) is
40
41 similar to the shape usually observed in the absence of precipitation (no humps are observed);
42
43 this suggests that the effect of boron in the kinetics of DRX is of the solute drag type.
44
45 According with the Fe-B binary alloy phase diagram [36], the solubility of boron in austenite
46
47 at 1150°C is more than 150 ppm, while it largely decreases to less than 10-20 ppm at about
48
49 857°C. The extra boron can precipitate along austenite grain boundaries in the steel during
50
51 cooling as $M_{23}(B,C)_6$ (so-called borocarbide, where M= Fe, Cr, or Mo). The present results
52
53 suggest that the possible precipitation of boron during the deformation process should rapidly
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

occur and only the boron remaining interstitially in matrix affects the austenite-ferrite transformation. Supersaturated boron would precipitate as iron-boride, Fe_2B and/or iron-borocarbide, $Fe_{23}(B,C)_6$ during cooling. The dissolution of iron-borocarbides in austenite begins at $950^\circ C$ and is complete at $1100^\circ C$ [24]. This iron-borocarbides can precipitate along austenite grain boundaries during water-quenching from high austenitizing temperature. When fine precipitates exist in the matrix there are strong interactions between the fine precipitates and dislocations in the matrix which give rise to a large number of pinned dislocations at the location of the precipitates, which in turn retard the onset of the recrystallization process. The surprising fact is that the $\epsilon_p - \dot{\epsilon}$ curves of present steels are shifted towards lower strains at increasing boron content, i.e., the opposite behavior of typical alloying elements, which again can be explained in terms of diminution of the activation energy and acceleration of the DRX onset.

A complete description of the DRX mechanism involves the derivation of a rate equation which characterizes the initiation of this softening phenomenon. It has been observed [14] that the critical strain, ϵ_p , for the onset of DRX is related to the Zener-Hollomon parameter as follows:

$$\epsilon_p = K_\epsilon \cdot d_o^{n_\epsilon} \cdot Z^{m_\epsilon} \quad (7)$$

where K_ϵ , n_ϵ and m_ϵ are material constants, d_o the initial grain size and Z the Zener-Hollomon parameter, which in turns is defined as:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (8)$$

where Q is an apparent activation energy and R the universal gas constant. If the initial grain size is kept constant, Eq. (7) is simplified into Eq. (9):

$$\epsilon_p = K_1 \cdot Z^{m_\epsilon} \quad (9)$$

1
2
3
4 Employing this approach ε_p values were determined from every experiment and fitted to Eq.
5
6 (9) using the least-square method, as shown in Fig. 5. For this purpose, the activation energy
7
8 for self diffusion of austenite (270 kJ/mol) was employed in the Zener-Hollomon parameter
9
10 (this value will be justified later). The exponents affecting the Zener-Hollomon parameter are
11
12 similar to the usual values reported in the literature [22] for carbon steels (≈ 0.15). As can be
13
14 seen in Fig. 5 the exponent m_ε tends to decrease slightly as boron content increases. On the
15
16 other hand, smaller K_I values are observed with increasing boron content. These differences
17
18 can be explained by the effect of boron as an interstitial alloying element on the acceleration
19
20 of the onset of DRX [25].
21
22
23
24
25

26 **3.2. Effect of boron on the dynamic recrystallization kinetics**

27
28 The dynamically recrystallized volume fraction followed an Avrami relation [15], as derived
29
30 from double logarithmic representation of Eq. (6) (see introduction) and illustratively shown
31
32 in Fig. 6 for some tests (taking into account that recrystallization time is equivalent
33
34 to $(\varepsilon - \varepsilon_p)/\dot{\varepsilon}$). Only the portion of the flow curve from the peak to the steady state stress was
35
36 considered in this part of the study. From this later figure, it can be seen that as a general
37
38 trend, data fit well into a straight line. The Avrami exponent k (indeed the slope of the Avrami
39
40 representation) was also determined for every flow curve. A value of 1.3 for the steel with
41
42 lower boron content (B1) was obtained, while the steel with higher boron content (B4)
43
44 displayed a value of 1.6. These exponents are entirely consistent with values reported in the
45
46 literature [14], that is, ranging between 1 and 2. The integrated version of the Avrami
47
48 equation assumes, among other hypotheses, a constant nucleation rate. Under these
49
50 conditions, it has been demonstrated [37] that k should fall between 1 and 4, depending on the
51
52 type of nucleation site involved and whether saturation of the nucleation sites has been
53
54 attained. Accordingly, values of $k= 1$ are expected when nucleation takes place at grain
55
56 boundaries, $k= 2$ for nucleation at grain edges, and $k= 3$ for nucleation at grain corners. The
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 above values are valid when the nucleation sites are saturated; higher values should be
5
6 observed in the absence of saturation. The present experimental results ($k \approx 1$ to 2) support the
7
8 experimental evidence for the occurrence of nucleation on grain boundaries or at grain edges
9
10 in the boron microalloyed steels.

11
12 Regarding to the time to achieve 50% of recrystallized volume (see introduction for further
13
14 details), it has experimentally been verified that it depends on the forming conditions (T and
15
16 $\dot{\varepsilon}$) and the initial microstructure or grain size, d_o , according to:

$$17 \quad t_{50\%} = K_t \cdot \dot{\varepsilon}^{m_t} \cdot d_o^{n_t} \cdot \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right) \quad (10)$$

18
19 where K_t , m_t and n_t are constants of material and Q_t is an activation energy. The latter
20
21 expression is simplified into Eq. (11) if the initial grain size is kept constant, such as in the
22
23 present study.

$$24 \quad t_{50\%} = K_2 \cdot \dot{\varepsilon}^{m_t} \cdot \exp\left(\frac{Q_t}{RT}\right) \quad (11)$$

25
26 To obtain the latter constants, $t_{50\%}$ was evaluated as the time to reduce by the half the
27
28 difference between the peak stress and the steady-state stress [20]. The experimental $t_{50\%}$
29
30 values were then fitted to Eq. (11) by the least-square method, obtaining the parameters listed
31
32 in Tab. 2. It is worth mentioning that the meaningful differences in all boron microalloyed
33
34 steels are located on the activation energy, Q_t , and the constant K_2 . This latter constant is
35
36 considerably larger (up to two orders of magnitude) in the steel with higher boron content
37
38 (B4) than the steel with lower boron content (B1). In other words, the DRX kinetics is notably
39
40 much slower in the B4 steel than the B1 steel. In this case, it is evident that boron additions
41
42 promote a delay of the DRX kinetics during the hot deformation of the steel. This delaying
43
44 effect can be noted in the time spent in attaining the steady state stress once DRX has started,
45
46 or in other words on the shape of the flow curve after the onset of DRX. The delay of the
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 DRX kinetics is usually associated to a solute drag effect [14]. The delaying effect of the
5
6 DRX has been already reported by other authors in previous studies of steel [25, 35, 38-40].
7
8
9

10 **3.3. Effect of boron on the stress values**

11
12 Similarly to the peak strain case, another singular point to be analyzed is the peak stress, σ_p .
13
14 The dependence of σ_p on strain rate at constant temperature is plotted in Fig. 7. It is clear that
15
16 increasing strain rates promote larger stresses. In all cases, higher stresses are observed in the
17
18 steel with lower boron content (B1) than in the steel with higher boron content (B4) at
19
20 equivalent testing conditions. This softening promotes a drop in stress of up to 20 MPa at
21
22 1050 °C and at a strain rate of 0.01 s⁻¹, as can be seen in Fig. 7c. The present authors [25]
23
24 have shown that these results indicate that boron additions generate a solid solution softening
25
26 effect additional to that produced by DRX, in a similar way to carbon in steels [33-34]. In this
27
28 case, boron has two characteristics which are applicable in the present instance and few other
29
30 alloying elements can satisfy: (i) segregation to the grain boundaries at high temperatures, and
31
32 (ii) a rapidly diffusing capacity which allows B atoms to travel quickly enough to keep up
33
34 with the grain boundaries during recrystallization (segregating species with very high
35
36 diffusion rate) [41-42]. This feature is associated with diffusion and segregation of the boron
37
38 atoms toward the austenitic grain boundaries where they occupy the vacancies generated by
39
40 the applied deformation and modify and reinforce the cohesion of austenitic grain boundaries,
41
42 which allow an easy plastic flow in the austenitic lattice [3, 35, 43-45]. The softening effect
43
44 by boron microalloyed steels at high temperatures is opposite regarding to the typical boron
45
46 behavior at low temperatures, where increasing boron contents increase the hardness of a
47
48 given steel [10]. On the other hand, depending on the dual nature of boron atoms in the
49
50 austenite lattice, they can occupy either substitutional or interstitial sites. When it possesses
51
52 sufficient energy, a boron atom can make the transition from its substitutional position to an
53
54 interstitial one, and it experiences accelerated diffusion in this way [42]. In consequence,
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 DRX can be accelerated by the addition of boron, leading to a solid solution softening for
5 stresses at high strains. Additionally, this softening mechanism could be related to the
6 occurrence of an additional channel of facilitated formation of dislocations kinks at impurity
7 centers [46-47]. These phenomena can also be explained on the basis of the non-equilibrium
8 segregation theory proposed by Aust *et al.* [48-50] as an effect of mobile vacancy-solute atom
9 complexes diffusing down vacancy gradients towards vacancy sinks (this gradient can be
10 generated by cooling and/or by plastic deformation). With regard to the constitutive equation
11 for the latter stress, one of the present authors [22] shown that Eq. (12) can satisfactorily
12 explain the effect of temperature and strain rate on σ_p . In this equation, stresses are normalized
13 by the dependence of the Young's modulus on the temperature $E(T)$, and strain rates by the
14 self-diffusion coefficient, $D_{sd}(T)$:
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = A \left(\sinh \frac{\alpha \cdot \sigma}{E(T)} \right)^n \quad (12)$$

30
31
32
33

34 The creep exponent n can be set equal to 5 when the deformation mechanism is controlled by
35 the glide and climb of dislocations such as at this study. If any other mechanism were acting
36 or interfering with the deformation process (such as second phase precipitation), larger
37 exponents should be used instead. The diffusion coefficient, which is defined as
38
39
40
41
42

43 $D(T) = D_o \exp\left(\frac{-Q_{sd}}{RT}\right)$ was taken from reference [51], assuming an activation energy of 270
44
45
46

47 kJ/mol for γ -Fe. It has also been shown that in the case of HSLA steels or relatively low
48 alloyed steels this value is close to the self-diffusion one taken here [52-53]. Accordingly,
49 only two parameters are necessary to completely characterize the rate equation for σ_p , namely
50 A and α . The fitting of experimental peak stress to Eq. (12) is shown in Fig. 8, as well as the
51 A and α values obtained for each boron microalloyed steel. An excellent agreement between
52 experimental results and predicted values was obtained. The parameter A is systematically
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 higher in the steel with higher boron content (B4) than in the steel with lower boron content
5
6 (B1). Regarding the α parameter, lower values are obtained in the steel with higher boron
7
8 content. On the other hand, the good agreement between the experimental data and Eq. (12)
9
10 supports the hypothesis of absence of dynamic precipitation as the creep exponent was
11
12 maintained constant and equal to 5.
13
14

15 16 17 **3.4. A rate equation for the hardening and recovery terms**

18
19 The work hardening and DRV terms in Eqs. (3) and (13), $(\alpha'b)^2U$ and Ω , were determined for
20
21 every test in all the boron microalloyed steels using the least-square method. For this purpose,
22
23 only the flow curve before the peak strain, ε_p , for the onset of DRX was considered. The
24
25 evolution of $(\alpha'b)^2U$ and Ω with the Zener-Hollomon parameter is shown in Figs. 9 and 10.
26
27

$$28 \quad \sigma_s = \alpha' \mu b \sqrt{U/\Omega} \quad (13)$$

29
30 where σ_s is the saturation stress in the flow curve in absence of DRX (see Fig. 1), equal to σ_{ss}
31
32 in case of softening solely by DRV, and very close to σ_p when DRX is occurring. According
33
34 to Estrin and Mecking [17], the parameter U should be considered constant since it is related
35
36 to the mean free path of the dislocations, which can be geometrically imposed by the presence
37
38 to the mean free path of the dislocations, which can be geometrically imposed by the presence
39
40 of second phase particles, grain boundaries and dislocations. In this work the steel with lower
41
42 boron content (B1) presents larger hardening values than the steel with higher boron content
43
44 (B4), as can be seen in Fig. 9. The latter dependence was satisfactorily explained by the
45
46 following relation:
47
48

$$49 \quad (\alpha'b)^2U = K_U \cdot Z^{m_U} \quad (14)$$

50
51 Both the exponent m_U and the constant K_U are larger in the steel with lower boron content
52
53 (B1) than in the steel with higher boron content (B4). These values are also in agreement with
54
55 those reported in the literature [22] for other steels. With regard to the softening term, Ω , it
56
57 seems plausible to consider it rate dependent, because DRV is a thermally activated process.
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 Indeed, some authors [20, 52, 54-55] have proposed the following relation with the Zener-
5
6 Hollomon parameter:

$$\Omega = K_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \quad (15)$$

7
8
9
10 where K_{Ω} and m_{Ω} are constants depending on the considered material. The present results
11
12 were fitted to Eq. (15), as illustrated in Figure 10. All steels display a similar behavior
13
14 regarding this softening terms, but the largest value is obtained for the steel with higher boron
15
16 content (B4) while the lowest one is for the steel with lower boron content (B1) steel.
17
18 Consequently, this effect should promote lower stress levels in the steel with higher boron
19
20 content when it is deformed at higher temperatures, as observed.
21
22
23
24
25
26

27 **3.5. Validation of proposed model**

28
29 The final verification of the model developed in the present study (valid only for single peak
30
31 DRX or the first peak in the cyclic type) can be seen in Fig. 2, where some experimental flow
32
33 curves of the boron microalloyed steels are plotted together with the predicted ones. An
34
35 excellent agreement between experimental data and the theoretical model is observed for all
36
37 the studied cases. Accordingly, the so-called “one variable approach model” (Estrin, Mecking
38
39 and Bergström’s model) predicts with enough accuracy the hot flow behavior of the current
40
41 boron microalloyed steels on the austenitic range. On the other hand, values of exponents and
42
43 constants in the latter model also agree with those reported in the literature for the steels [22,
44
45
46
47
48 **56-57**].
49
50
51

52 **4. Conclusions**

53
54 The constitutive equations developed from the classical equations for modeling the hot flow
55
56 behavior provides reasonable descriptions of the experimental flow curves of current boron
57
58 microalloyed steels.
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 The m_e exponent and K_I constant tend to decrease with increasing boron contents, which
5
6 indicates that boron additions promote an acceleration effect of the onset of DRX during the
7
8 hot deformation of the steel.
9

10 The K_2 constant is considerably larger in the steel with higher boron content (B4) than in the
11
12 steel with lower boron content (B1), which indicates that boron additions promote a delay of
13
14 the DRX kinetics during the hot deformation of the steel.
15

16
17 The peak stress values are systematically lower in the steel with higher boron content (B4)
18
19 than in the steel with lower boron content (B1), which indicates that the boron additions
20
21 promote a solid solution softening effect additional to that produced by DRX.
22

23
24 The A and α parameters are systematically higher and lower, respectively, in the steel with
25
26 higher boron content (B4) than in the steel with higher boron content (B1), which indicates
27
28 that the peak stress is strongly influenced by the boron additions in the steel.
29

30
31 The m_U exponent and K_U constant are largest in the steel with lower boron content (B1)
32
33 whereas the softening term Ω , is largest in the steel with higher boron content (B4). This is an
34
35 indication that boron additions play a major significant role on the softening mechanisms
36
37 rather than on those of hardening.
38

39
40 Finally, an excellent agreement between experimental data and the theoretical model is
41
42 observed for all the studied boron microalloyed steels on the austenitic range.
43
44

45
46
47 E. López-Chipres would like to thank CONACYT (México) for the scholarship support
48
49 during this project. All the authors, also acknowledge Departament de Ciència dels Materials i
50
51 Enginyeria Metal·lúrgica of the Universitat Politècnica de Catalunya (Spain), for the support
52
53 and technical assistance in this research work, especially Dr. M. El Wahabi. Funding was
54
55 obtained through project CICYT-DPI 2005-09324-C02-01 (Spain) and Coordinación de la
56
57 Investigación Científica of the UMSNH (México).
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 **References:**
5

- 6 [1] T. B. Cameron, J. E. Morral: Metall. Trans. A 17 (1986) 1481.
7
8 [2] G. Henry, A. Mercier, J. Plateau, J. Hoffman: Rev. Met. 60 (1963) 1221.
9
10 [3] F. Zarandi, S. Yue: ISIJ Int. 46 (2006) 591.
11
12 [4] E. Yasuhara, K. Sakata, T. Kato, O. Hashimoto: ISIJ Int. 34 (1994) 99.
13
14 [5] K. E. Thelning: Steel and its Heat Treatment, second ed., Butterworths, London (1984).
15
16 [6] W. C. Leslie: The Physical Metallurgy of Steels, McGraw-Hill, USA, (1981).
17
18 [7] B. M. Kapadia, in: D. V. Doane, J. S. Kirkaldy (Eds.), Hardenability Concepts with
19
20 Application to Steel, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA., USA (1978)
21
22 448.
23
24 [8] J. E. Morral, J. B. Cameron, in: S. K. Banerji, J. E. Morral (Eds.), Boron Hardenability
25
26 Mechanisms, Boron in Steels, Proc. of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee,
27
28 Wisconsin, USA (1979) 19.
29
30 [9] D. A. Mortimer, M. G. Nicholas: Met. Sci. 10 (1976) 326.
31
32 [10] J. E. Morral, J. B. Cameron: Met. Trans. A 8 (1977) 1817.
33
34 [11] Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, J. Roves-Vernis, D. Rousseau, R. Tricot, in: D. V. Doane,
35
36 J. S. Kirkaldy (Eds.), Hardenability Concepts with Application to Steel, The Metallurgical
37
38 Society of the AIME, Warrendale, PA, USA (1978) 421.
39
40 [12] R. C. Sharma, G. R. Purdy: Met. Trans. 5 (1974) 939.
41
42 [13] E. D. Hondros, M. P. Seah: Int. Met. Rev. 22 (1977) 262.
43
44 [14] T. Sakai, J. J. Jonas: Acta Metall. 32 (2) (1984) 189.
45
46 [15] J. J. Jonas, C. M. Sellars, W. J. McG. Tegart: Metall. Rev. 14 (1969) 1.
47
48 [16] W. Roberts, in: G. Krauss (Ed.), Deformation, Processing and Structure, ASM, Metals
49
50 Park, OH (1982) 109.
51
52 [17] Y. Estrin, H. Mecking: Acta Metall. 32 (1984) 57.
53
54 [18] Y. Bergström: Mat. Sci. Eng. 5 (1970) 193.
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

- 1
2
3
4 [19] Y. Bergström, B. Aronsson: Metall. Trans. 3 (1972) 1951.
5
6 [20] A. Laasraoui, J. J. Jonas: Metall. Trans. 22A (1991) 1545.
7
8 [21] J. M. Cabrera, A. Al Omar, J. J. Jonas, J. M. Prado, in: T. Chandra and T. Sakai (Eds.),
9
10 THERMEC '97, International Conference on Thermomechanical Processing of Steels & Other
11
12 Materials, The Minerals, Metals & Materials Society, Wollongong, Australia (1997) 2061.
13
14 [22] J. M. Cabrera, A. Al Omar, J. J. Jonas, J. M. Prado: Metall. Trans. 28A (1997) 2233.
15
16 [23] K. T. Park, E. J. Lavernia, F. A. Mohamed: Acta Metall. 42 (1994) 667.
17
18 [24] L. Lanier, G. Metauer, M. Moukassi: Mikrochim. Acta 114/115 (1994) 353.
19
20 [25] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, M. El-Wahabi, J. M.
21
22 Cabrera: Mater. Sci. Eng. A (2007), doi:10.1016/j.msea.2007.06.067.
23
24 [26] E. M. Schulson, I. Baker, H. J. Frost: Metall. Trans. 18A (11) (1987) 1995.
25
26 [27] I. Baker, E. M. Schulson: Philos. Mag. 57(3) (1988) 379.
27
28 [28] E. M. Schulson, T. P. Weihs, I. Baker, H. J. Frost, J. A. Horton: Acta Metall. 34(7)
29
30 (1986) 1395.
31
32 [29] E. M. Schulson, T. P. Weihs, I. Baker, H. J. Frost, J. A. Horton: Scr. Metall. 19(12)
33
34 (1985) 1497.
35
36 [30] S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri: Materials and Design 23 (2002) 271.
37
38 [31] S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri: Materials Letters 56 (2002) 984.
39
40 [32] G. R. Stewart, J. J. Jonas, F. Montheillet: ISIJ Int. 44(9) (2004) 1581.
41
42 [33] Z. Xu, G. -R. Zhang, T. Sakai: ISIJ Int. 35(2) (1995) 210.
43
44 [34] T. Sakai, Z. Xu, G. -R. Zhang: Tetsu-to-Hagané 80(2) (1994) 557.
45
46 [35] X. L. He, M. Djahazi, J. J. Jonas, J. Jackman: Acta Metall. Mater. 39(10) (1991) 2295.
47
48 [36] M. Hansen, in: Constitution of Binary Alloys, 2nd ed., McGraw-Hill, New York (1958)
49
50 249.
51
52 [37] J. W. Christian: The Theory of Transformations in Metals and Alloys, third ed.,
53
54 Pergamon Press, Oxford, 1981.
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

- 1
2
3
4 [38] M. Djahazi, X. L. He, J. J. Jonas, L. Collins, in: T. Chandra (Ed.), Recrystallization '90,
5
6 TMS-AIME (1990) 681.
7
8 [39] M. Djahazi, X. L. He, J. J. Jonas, in: I. Tamura (Ed.), Proc. Int. Conf. on Phys. Metall. of
9
10 Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals, Tokyo, Japan, Thermec-88 (1)
11
12 (1988) 246.
13
14 [40] M. Djahazi, X. L. He, J. J. Jonas, G. E. Ruddle, in: A. J. Deardo (Ed.), Proceedings of the
15
16 International Symposium on Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels,
17
18 Pittsburgh, Pennsylvania, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1988) 69.
19
20 [41] T. Mavropoulos, J. J. Jonas, G. E. Ruddle, in: J. M. Gray *et al.* (Eds), Proceedings of the
21
22 International Conference on HSLA Steels 1985, Beijing, China, TSM-ASM Metals Park,
23
24 Ohio, (1986) 229.
25
26 [42] M. Jahazi, J. J. Jonas: Mater. Sci. Eng. A 335 (2002) 49.
27
28 [43] H. W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z. J. Dang: Mater. Sci. Technol. 17(7) (2001) 843.
29
30 [44] S. -H. Song, A. -M. Guo, D. -D. Shen, Z. -X. Yuan, J. Jiu, T. -D. Xu: Mater. Sci. Eng. A
31
32 360 (2003) 96.
33
34 [45] M. K. Miller, P. J. Pareige, K. F. Russell: Seeing and Catching Atoms, an Oak Ridge
35
36 National Laboratory report, TN, (2001).
37
38 [46] B. V. Petukhov: Crystallography Reports 52 (1) (2007) 112.
39
40 [47] K. Okazaki: J. Mater. Sci. 31(4) (1996) 1087.
41
42 [48] K. T. Aust, R. E. Hanneman, P. Niessen, J. H. Westbrook: Acta Metall. 16 (1968) 291.
43
44 [49] J. H. Westbrook, K. T. Aust: Acta Metall. 11 (1963) 1151.
45
46 [50] K. T. Aust, J. H. Westbrook: Lattice Defects in Quenched Metals, Academic Press, New
47
48 York, (1965).
49
50 [51] H. J. Frost, M. F. Ashby: Deformation-Mechanism Maps, Pergamon Press, Oxford,
51
52 (1982).
53
54 [52] C. A. Hernández, S. F. Medina, J. Ruiz: Acta Metall. Mater. 44 (1996) 155.
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

- 1
2
3
4 [53] J. M. Cabrera, J. J. Jonas, J. M. Prado: Mater. Sci. Forum 127 (1998) 284.
5
6 [54] J. C. Herman, B. Thomas, U. Lotter: ECSC Report EUR No. 16795, EC, Luxembourg,
7
8 (1997).
9
10 [55] A. Yoshie, H. Morikawa, Y. Onoe, K. Itoh: Trans. ISIJ 27 (1987) 425.
11
12 [56] J. M. Cabrera, I. Mejía, J. M. Prado: Z. Metallk. 11 (2002) 1132.
13
14 [57] J. M. Cabrera, J. Ponce, J. M. Prado: Mater. Process. Tech. 143-144 (2003) 403.
15
16
17
18
19

20 **Correspondence address:**

21 Professor Dr. Ignacio Mejía

22 Instituto de Investigaciones Metalúrgicas,

23 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

24 Edificio “U”, Ciudad Universitaria, 58066–Morelia, Michoacán, MÉXICO.

25 Tel.: +52 (443) 322 3500 Ext: 4020.

26 Fax: +52 (443) 322 3500 Ext: 4010.

27 E-Mail: imejia@zeus.umich.mx.

28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40 **Figure captions:**

41 Figure 1. Sketch of the plastic flow behaviour of γ -Fe under high temperature deformation
42 conditions.

43 Figure 2. Some experimental (symbol) and predicted (continuous line) flow curves of boron
44 microalloyed steels (B1 and B4) at different temperatures and strain rates.

45 Figure 3. Dependence of the peak strain (ϵ_p) on the strain rate ($\dot{\epsilon}$) at constant temperature.

46 Figure 4. Sketch of the dependence of the peak strain (ϵ_p) on the strain rate ($\dot{\epsilon}$). Effect of
47 elements in solid solution and precipitates [56].

48 Figure 5. Dependence of the peak strain (ϵ_p) on the Zener-Hollomon parameter (Z).
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1
2
3
4 Figure 6. Some Avrami plots of the recrystallized volume fraction (X) versus time $(\varepsilon - \varepsilon_p) / \varepsilon$.

5
6
7 (a) 29 ppm B steel, (b) 105 ppm B steel.

8
9 Figure 7. Dependence of the peak stress (σ_p) on the strain rate ($\dot{\varepsilon}$) at constant temperature.

10
11 Figure 8. Fitting of peak stress (σ_p) values to Eq. (12) for all boron microalloyed steels.

12
13 Figure 9. Dependence of the hardening term (U) on the Zener-Hollomon parameter (Z).

14
15 Figure 10. Dependence of the softening term (Ω) on the Zener-Hollomon parameter (Z).

16
17
18
19
20 **Tables:**

21
22 Table 1. Chemical composition of the examined boron microalloyed steels (wt %).

23
24

Steel	C	Mn	Si	P	S	Al	V	B	N
B1	0.038	1.466	0.354	0.0152	0.0187	0.0029	0.0037	0.0029	0.0087
B2	0.042	1.469	0.342	0.0153	0.0191	0.0029	0.0040	0.0049	0.0078
B3	0.036	1.464	0.311	0.014	0.0159	0.0025	0.0039	0.0062	0.0080
B4	0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	0.0105	0.0084

25
26
27
28
29
30
31

32
33
34
35 Table 2. Constants to derive $t_{50\%}$ [Eq. (11)].

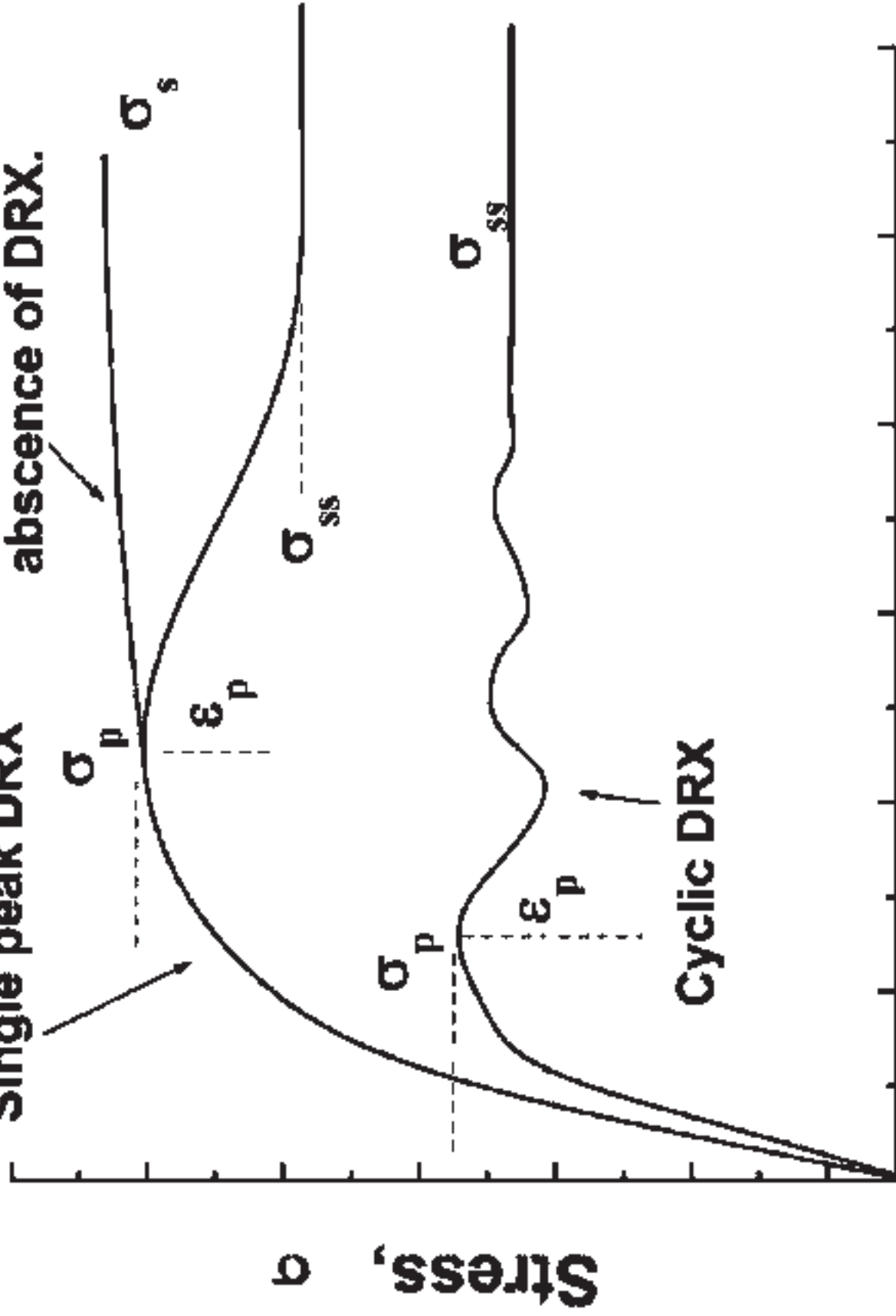
36
37

Steel	K_2	m_t	Q_t (kJ/mol)
B1	8.410^{-7}	-0.85	126
B2	2.610^{-6}	-0.82	116
B3	9.910^{-6}	-0.78	108
B4	2.210^{-5}	-0.75	102

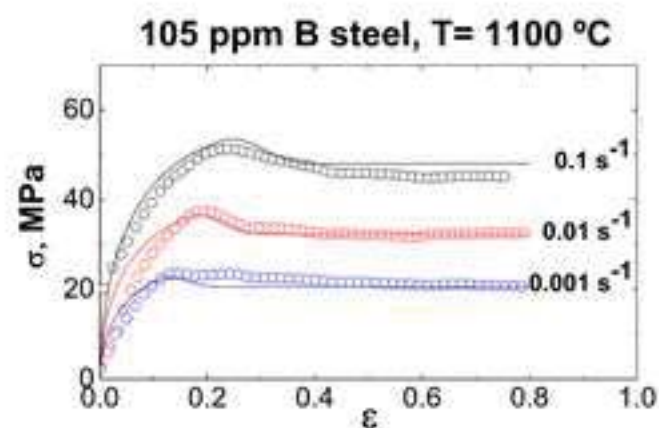
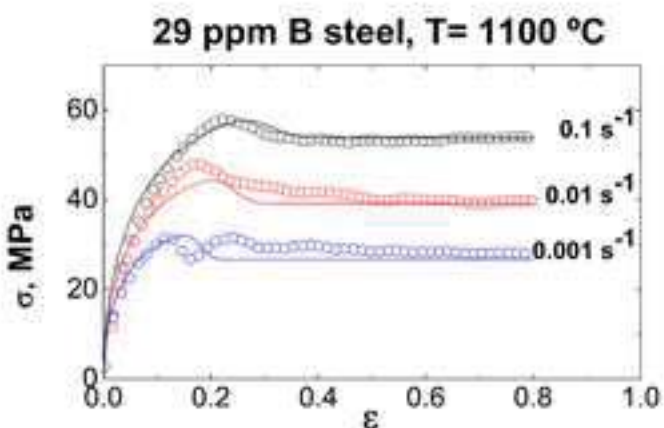
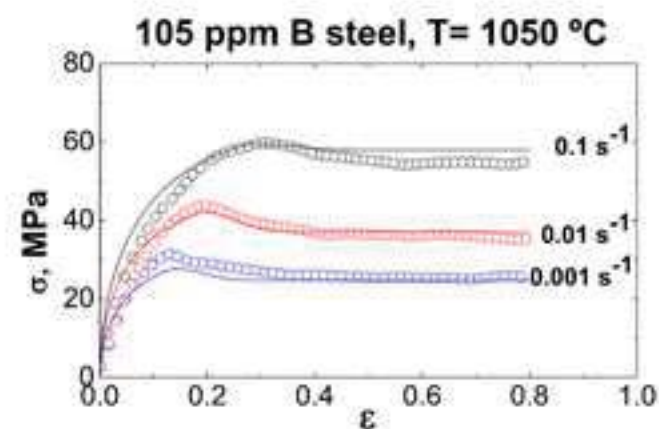
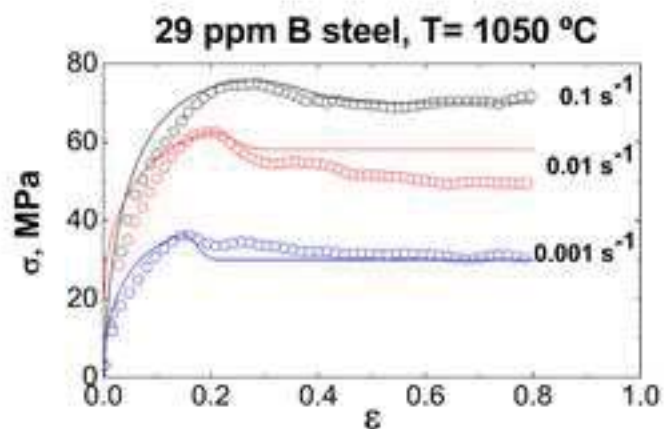
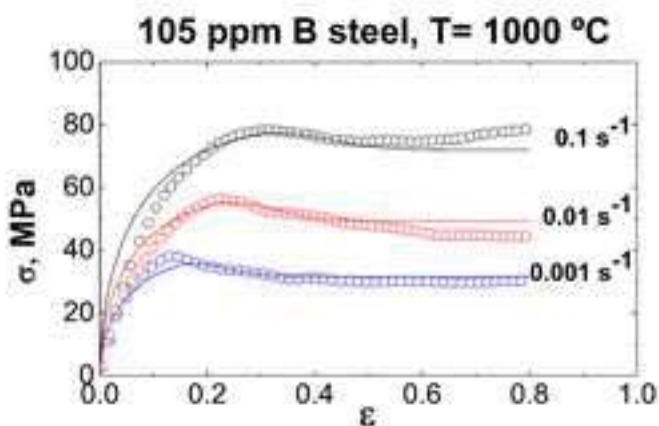
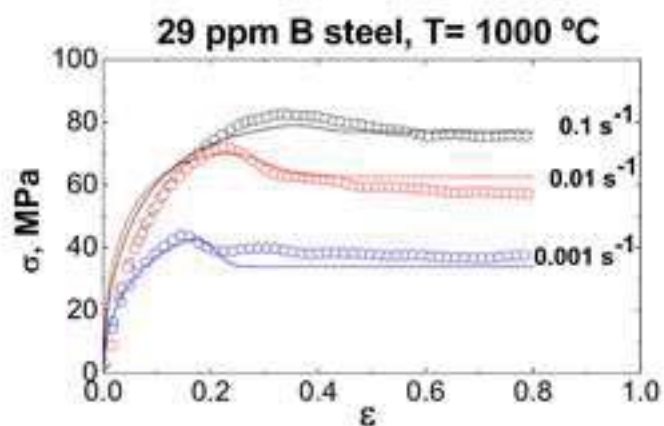
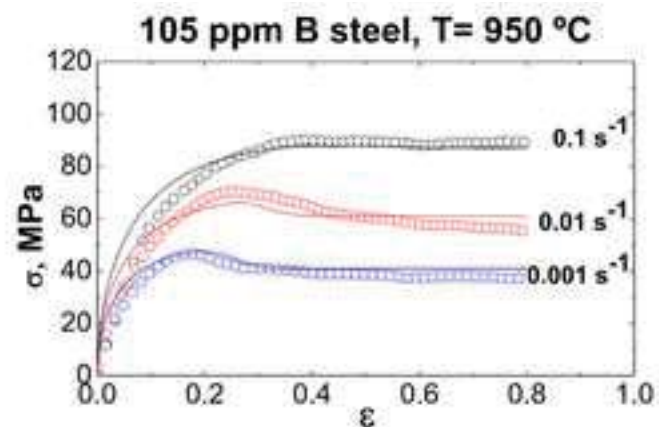
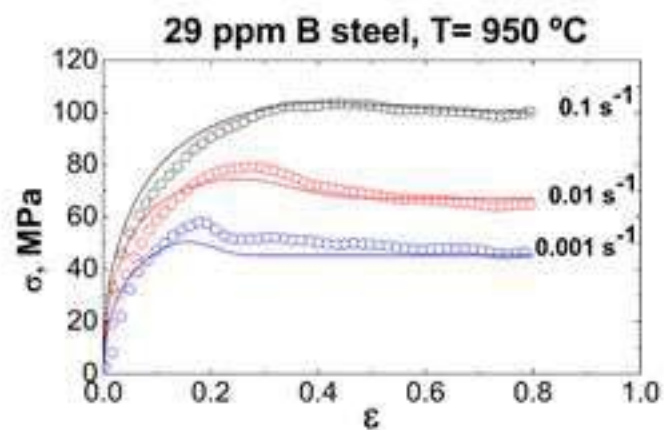
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

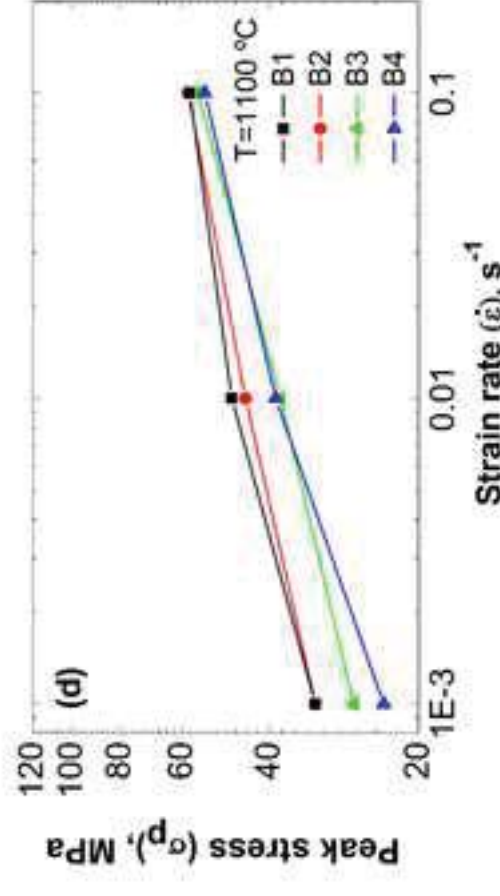
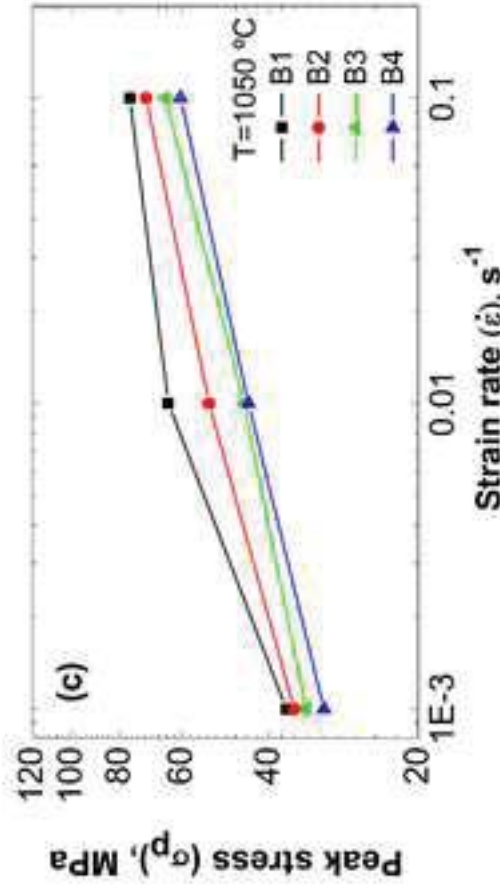
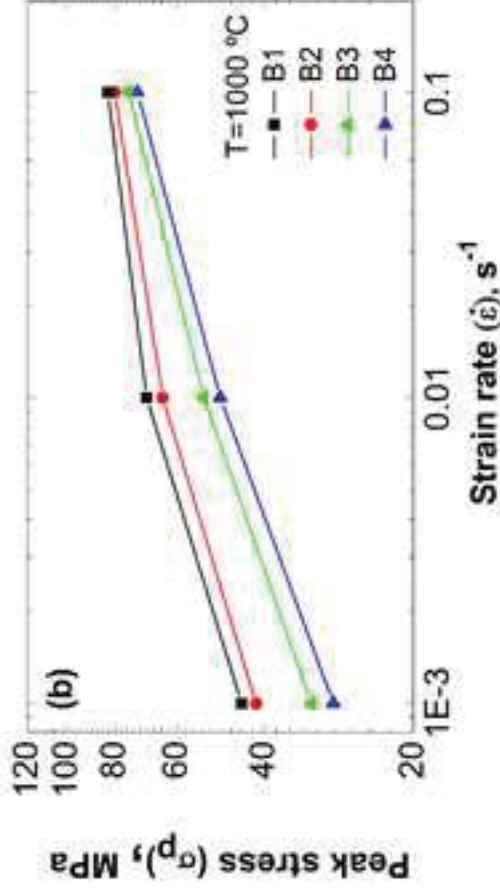
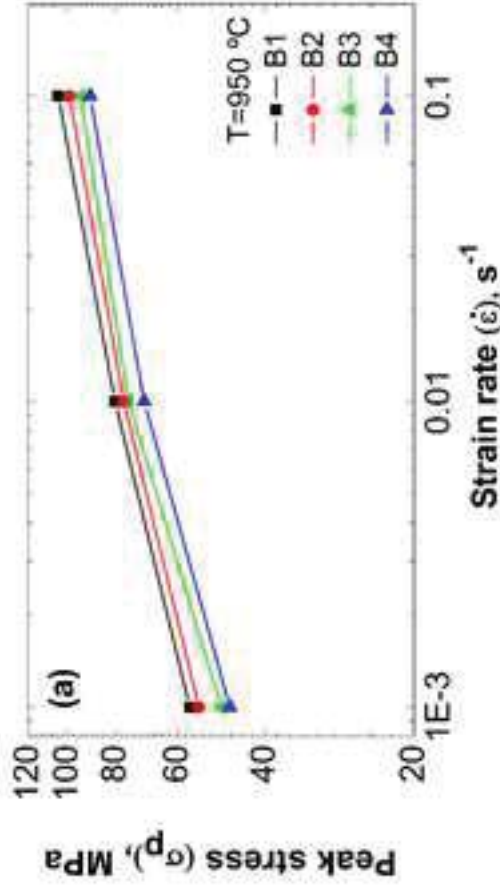
Hot flow behavior in the absence of DRX.

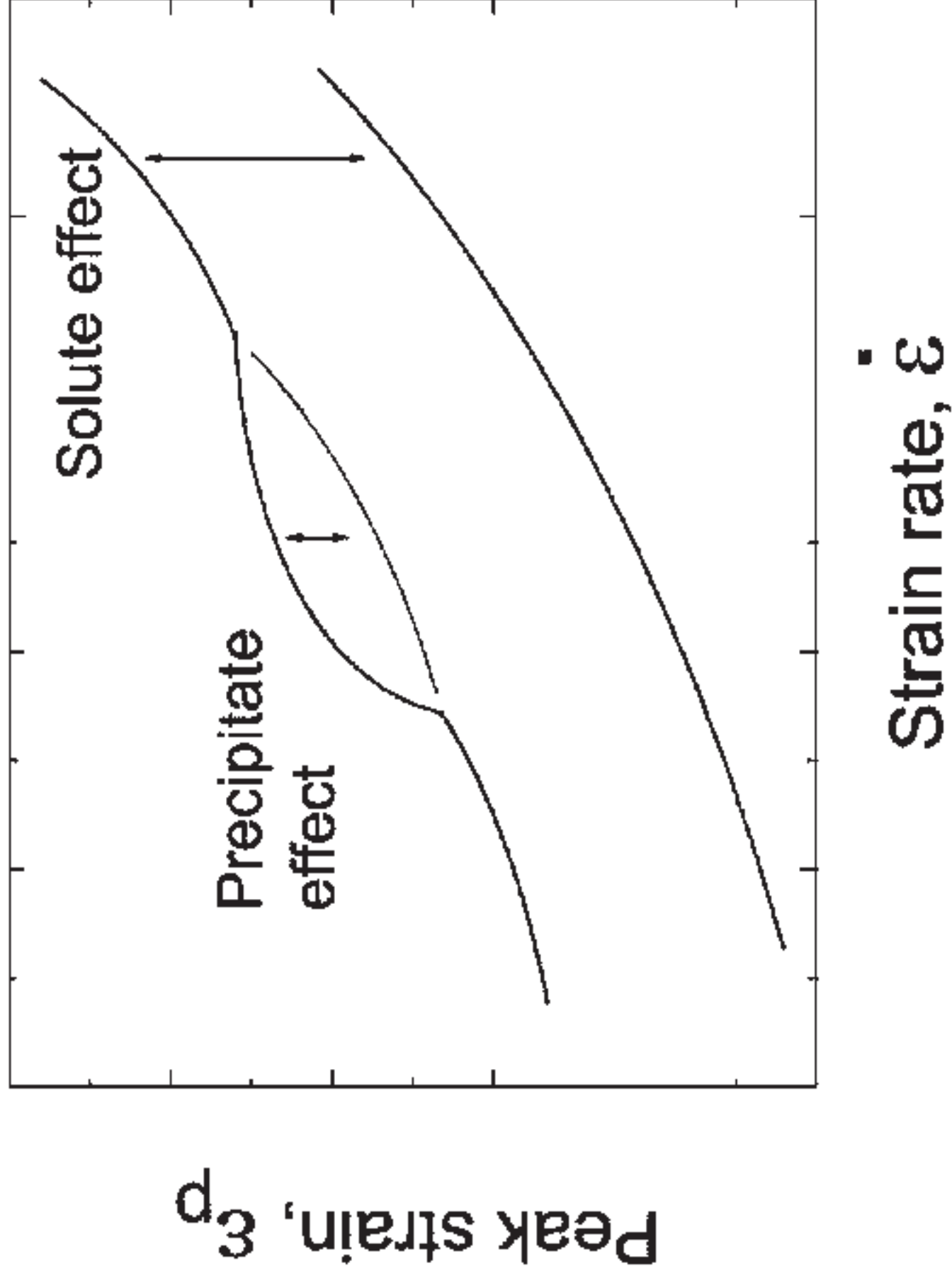
Single peak DRX

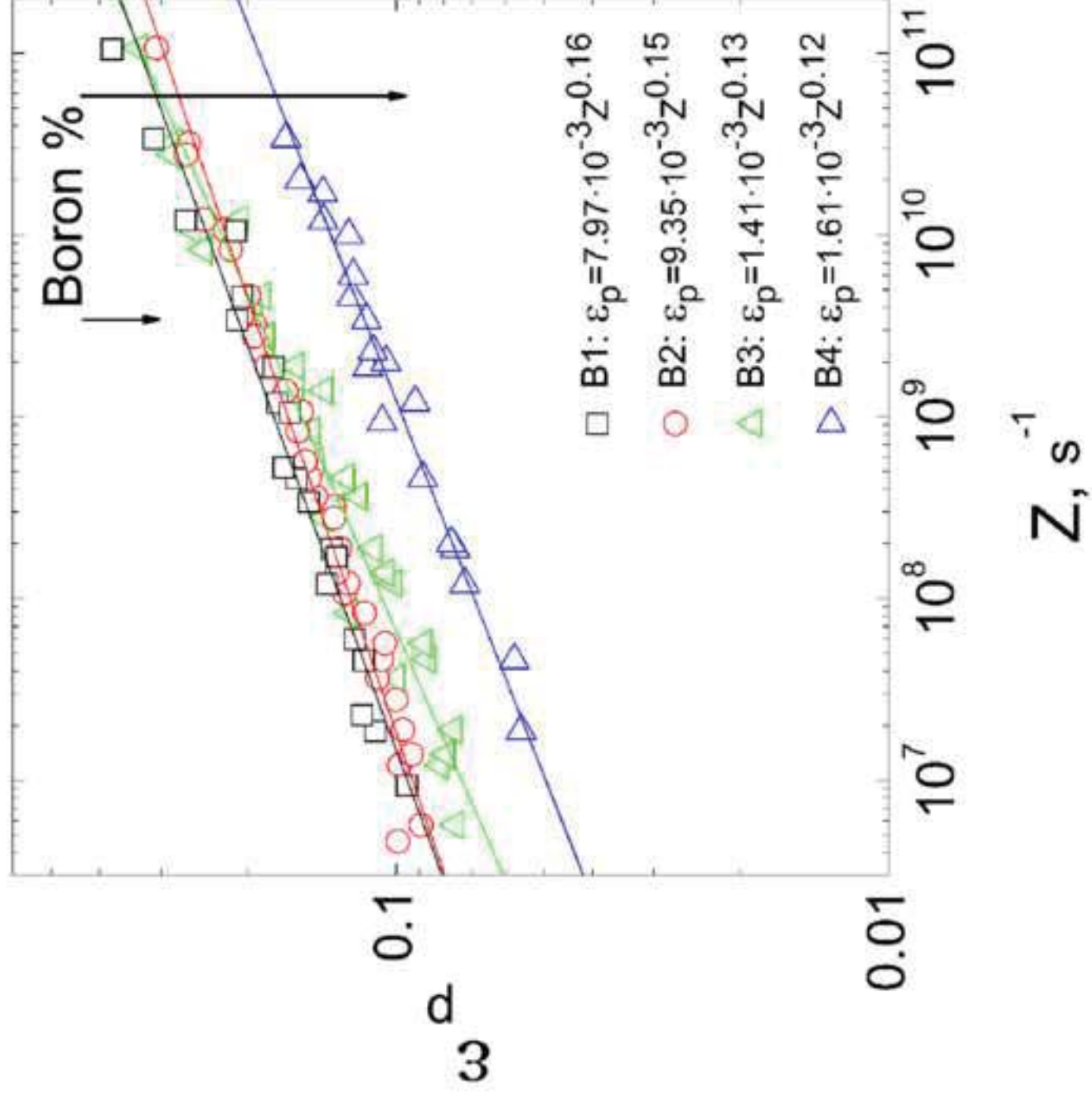


Strain, ϵ

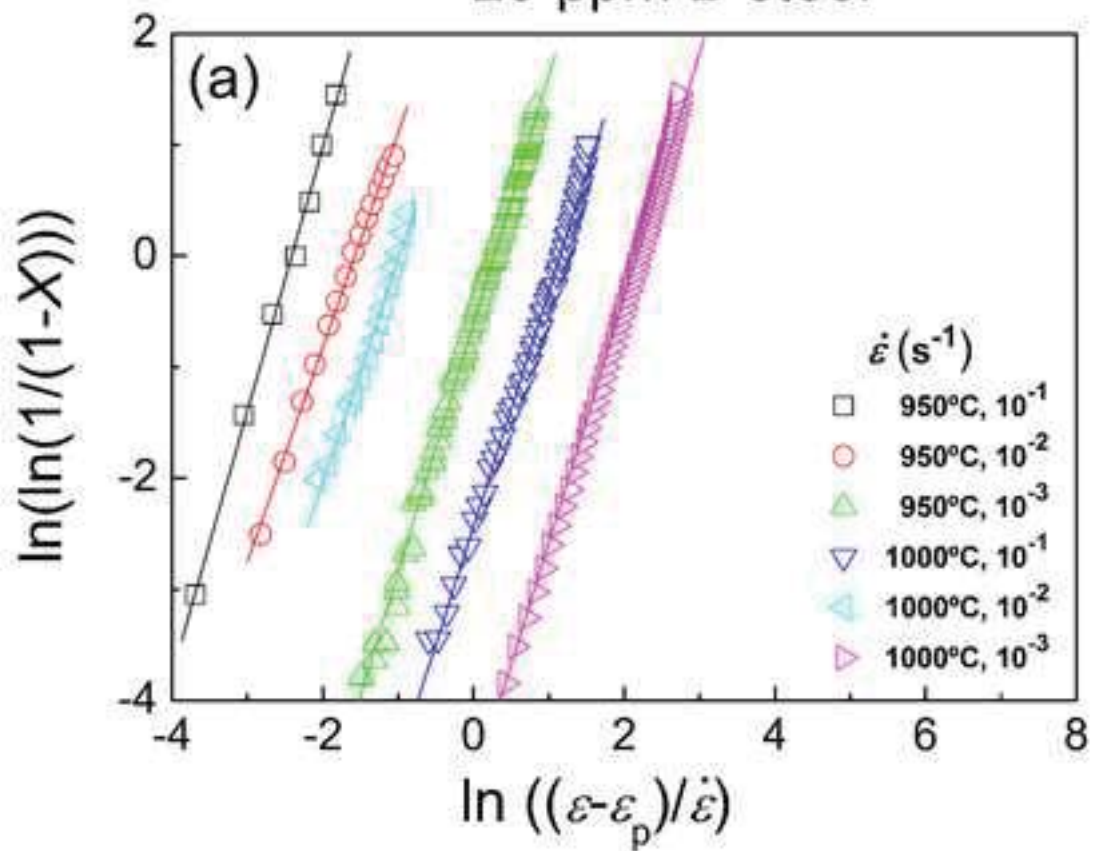




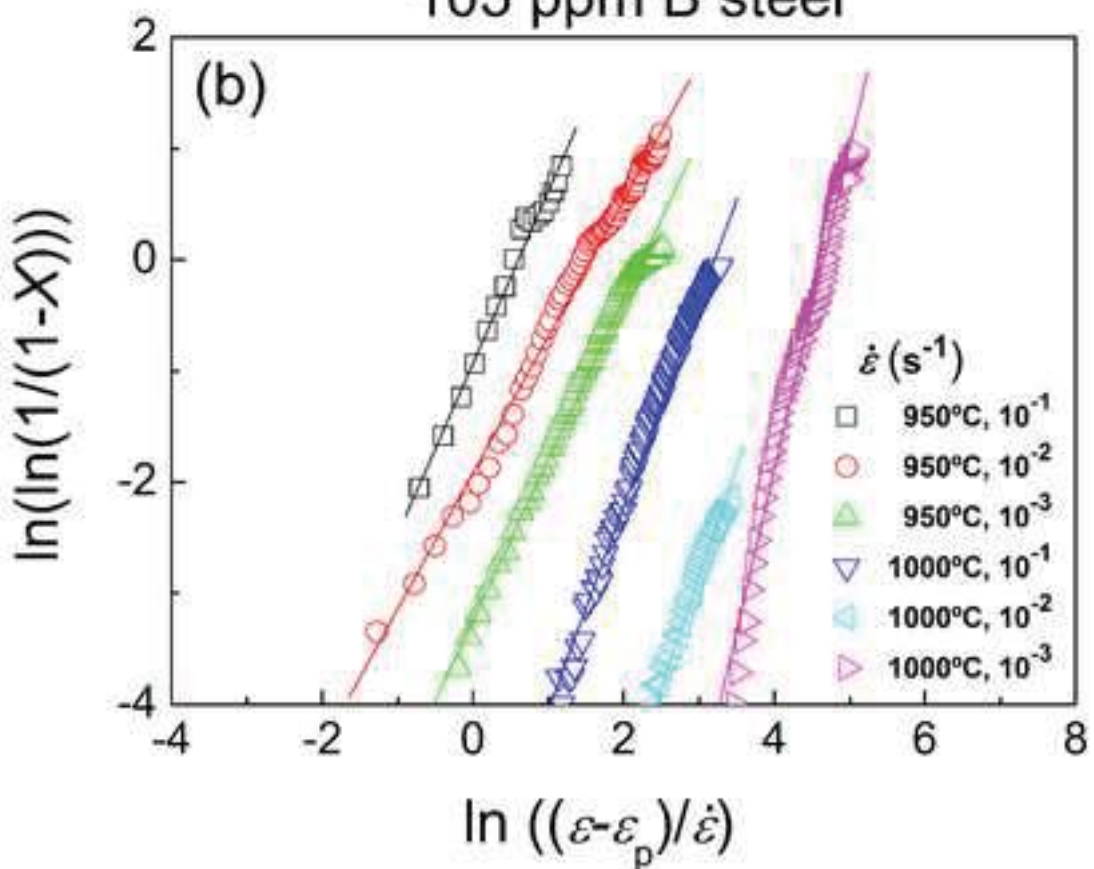


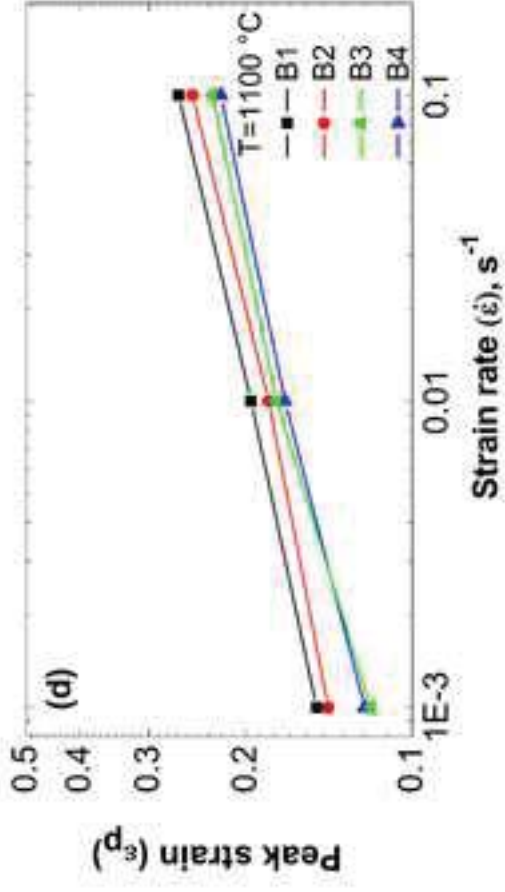
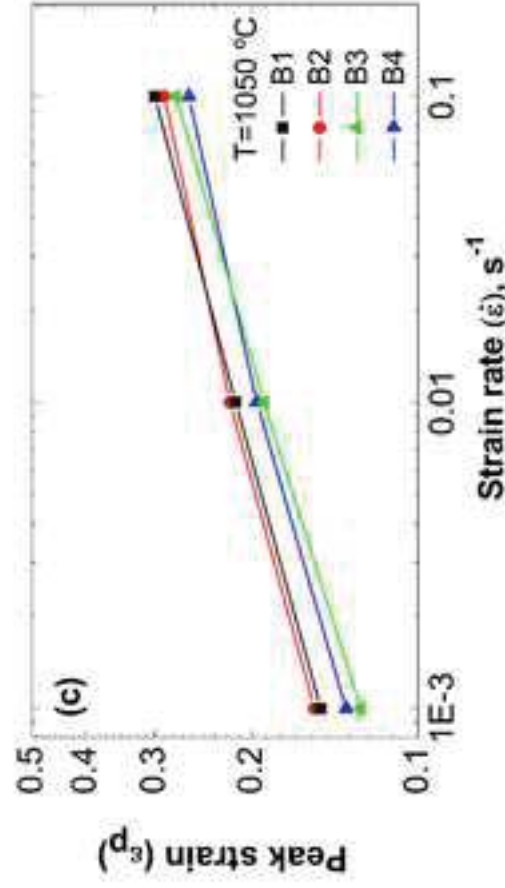
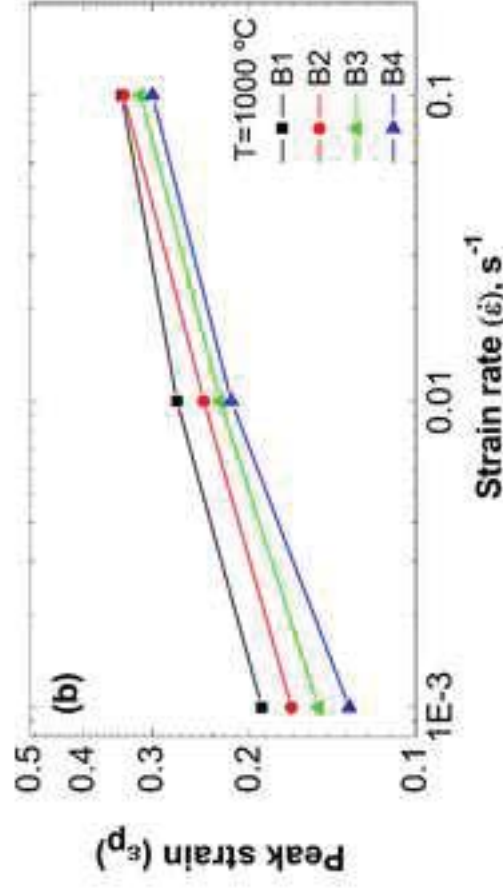
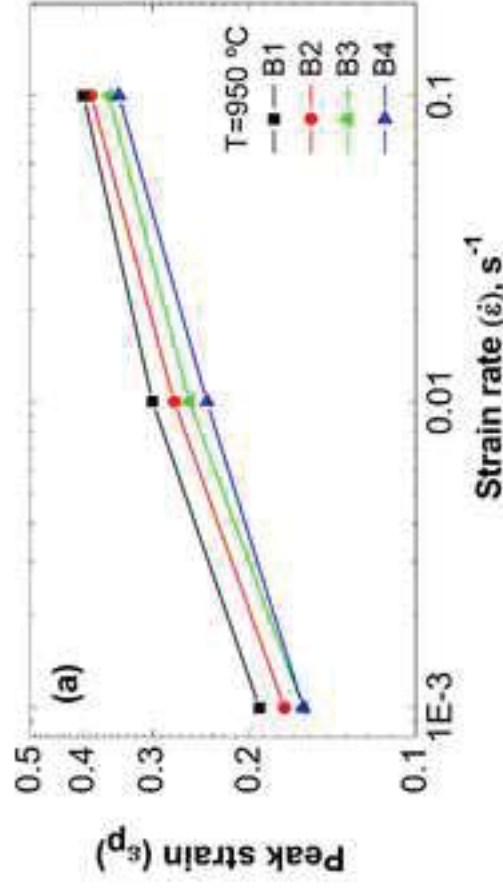


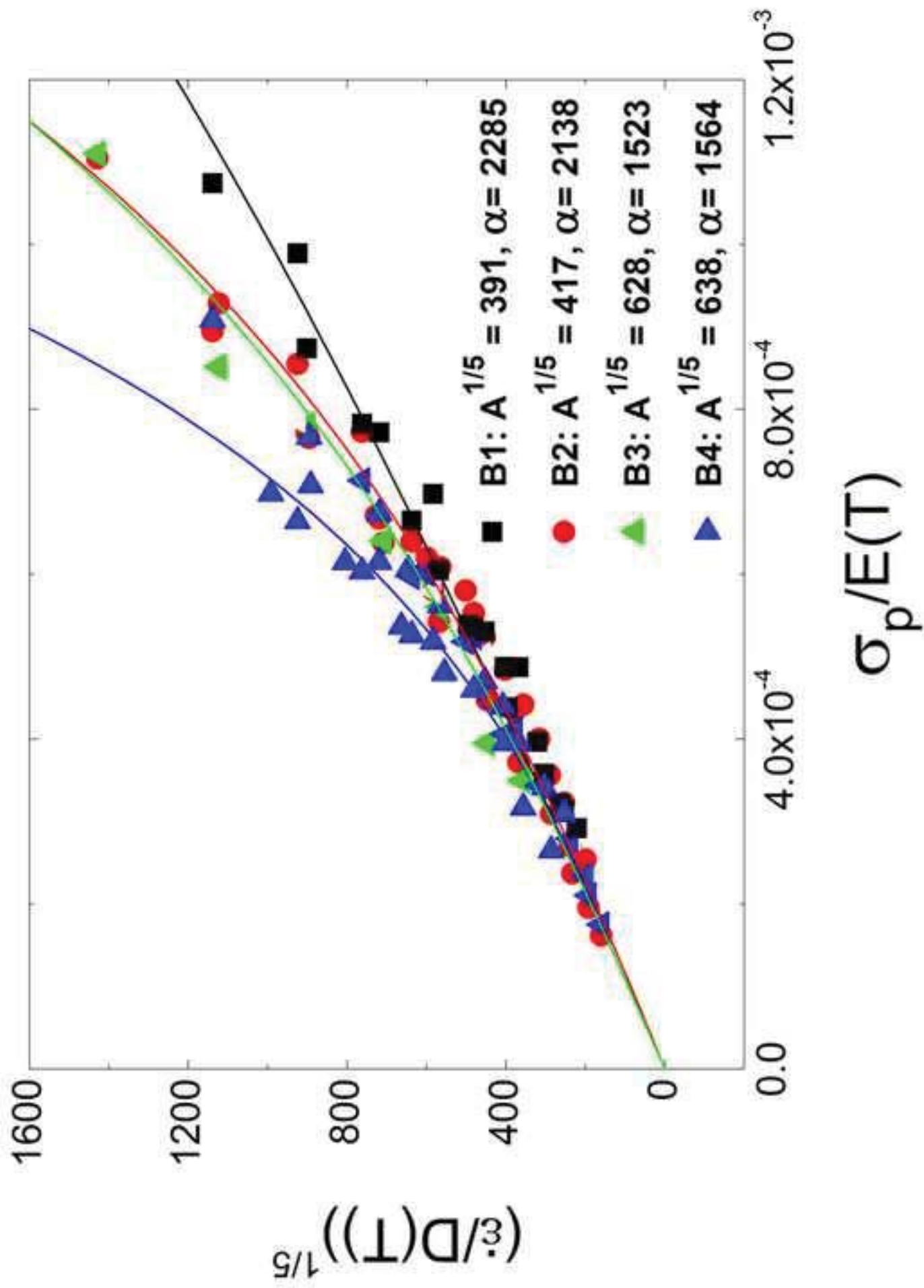
29 ppm B steel

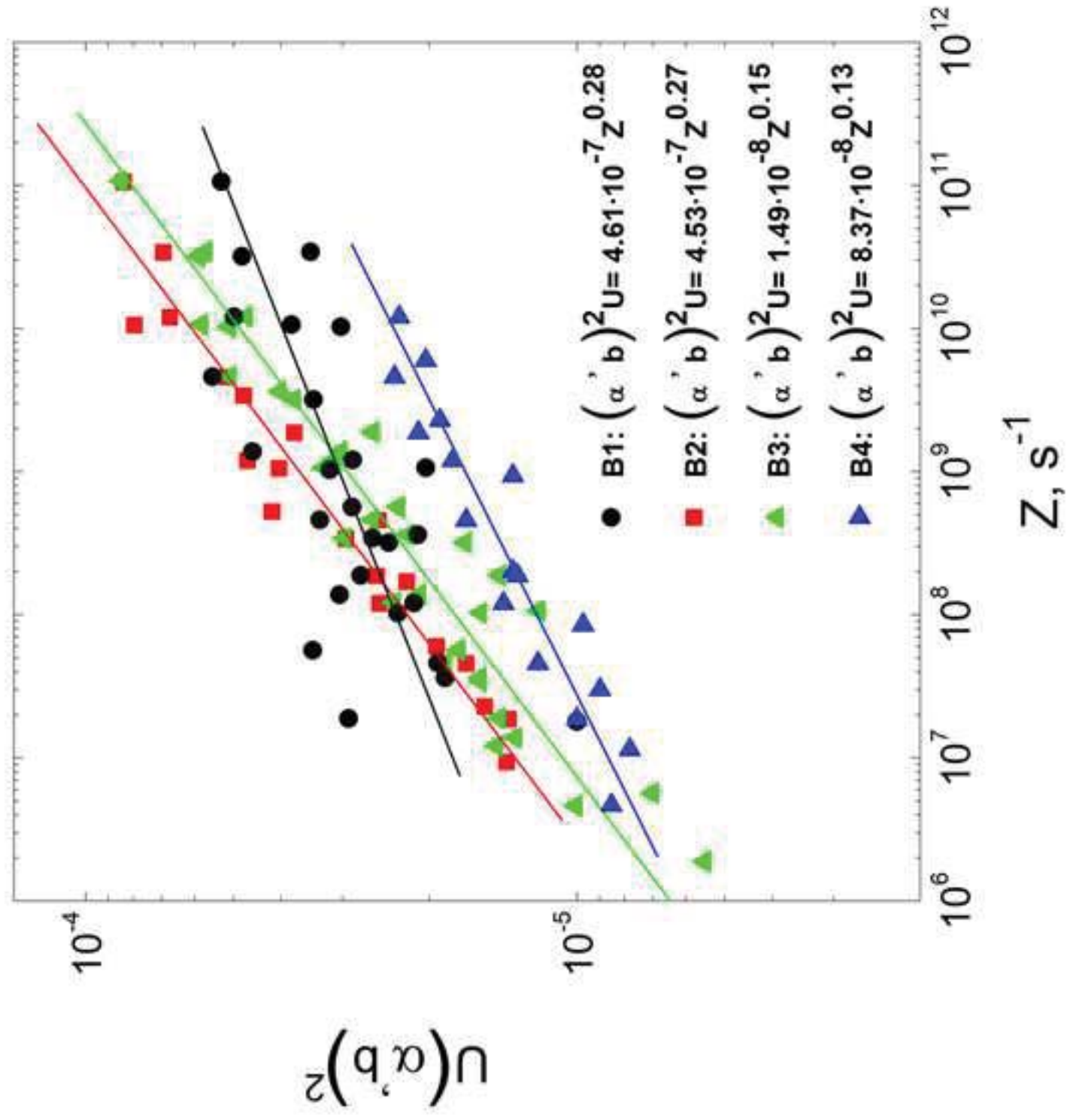


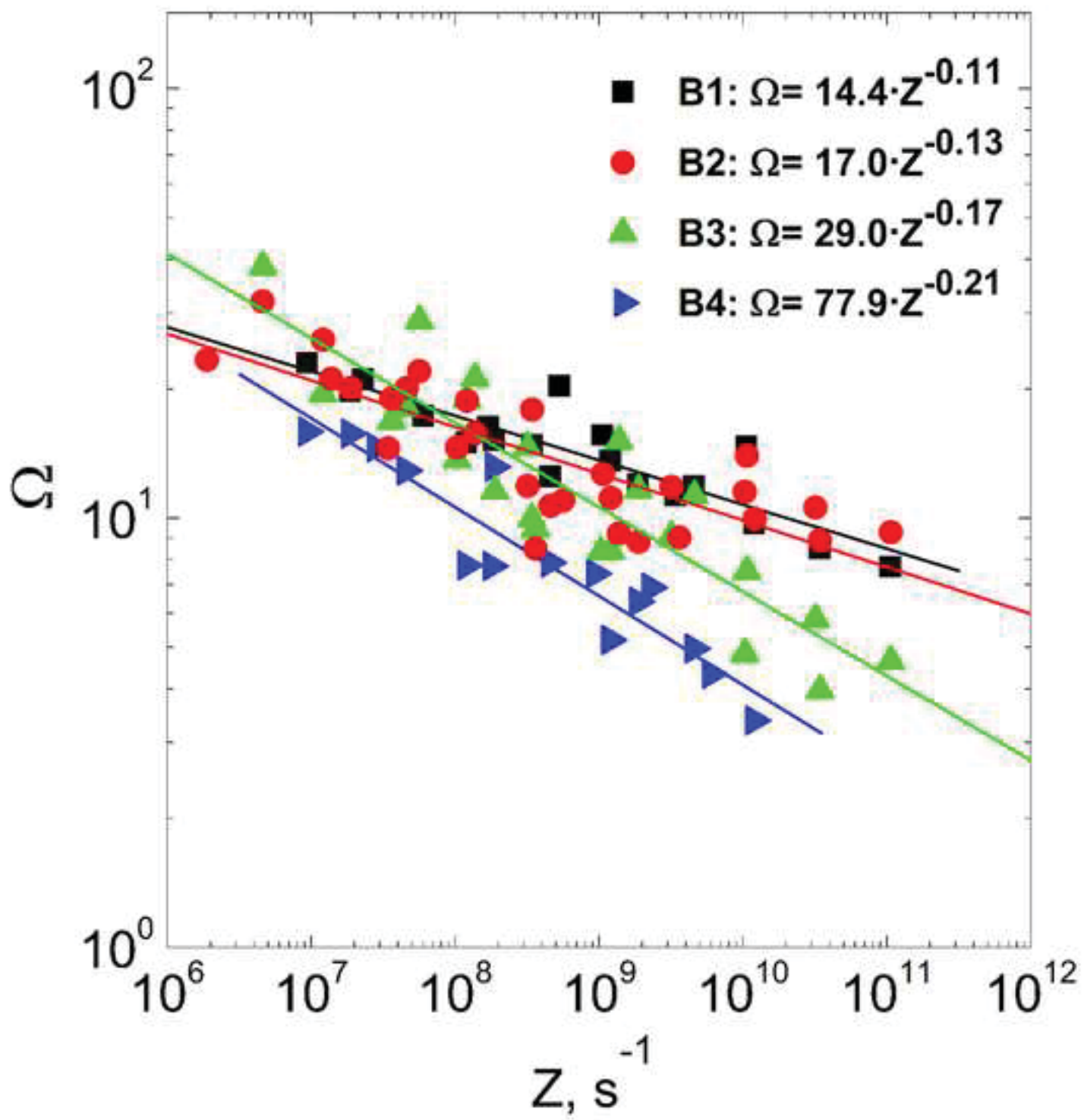
105 ppm B steel

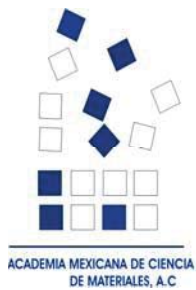












ACADEMIA MEXICANA DE CIENCIA DE MATERIALES, A.C.

MESA DIRECTIVA

Saltillo, Coahuila, 14 November 2007

DR. JUAN MÉNDEZ NONELL
PRESIDENTE

I. Mejía, E. López-Chipres, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde

DR. ROMEO DE COSS
VICEPRESIDENTE

Re.: Austenite grain growth behavior of boron microalloyed steels

DR. ENRIQUE SANSORES CUEVAS
SECRETARIO

Thank you for your contribution to the Proceedings of the Symposium on *Advanced Structural Materials* of the XVI International Materials Research Congress organized by the Academia Mexicana de Ciencia de Materiales A.C.

DR. JORGE LÓPEZ CUEVAS
TESORERO

DR. LUIS FUENTES COBAS
VOCAL REGIÓN NORTE

Your paper is now under review by the editorial and technical committees. The ID Number assigned to your paper is: S8-3. Please quote this number in any future communication.

DR. JESÚS BARRETO
VOCAL REGIÓN OCCIDENTE

DR. ROMEO DE COSS
VOCAL REGIÓN SUR

Sincerely,

DR. GERARDO MARTÍNEZ
VOCAL REGIÓN CENTRO

Armando Salinas R., J. Gerardo Cabañas M.,
Heberto Balmori R., Héctor Calderón B., Kozo Ishizaki
Editorial Committee
Advanced Structural Materials IV

DR. ARMANDO SALINAS
VOCAL REGIÓN ORIENTE

DRA. OLIVIA GRAEVE
VOCAL ESTADOS UNIDOS

Austenite grain growth behavior of boron microalloyed steels

I. Mejía^{1, a}, E. López-Chipres^{1, b}, C. Maldonado^{1, c}, A. Bedolla-Jacuinde^{1, d}.

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas,

Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

Edificio "U", Ciudad Universitaria, 58066 – Morelia, Michoacán, México.

^aimejia@zeus.umich.mx, ^bchipresche@yahoo.com, ^ccmzepeda@zeus.umich.mx,

^dabedolla@zeus.umich.mx.

Keywords: Boron microalloyed steel; Austenitic grain growth; Austenite-ferrite transformation, Boron segregation; Grain refinement.

Abstract. The effect of boron additions on the austenitic grain growth and their influence on microstructure of a low carbon steel microalloyed with two different amounts of boron (29 and 105 ppm) were studied. For this purpose, boron microalloyed steels were heated from room temperature to austenitizing temperature at 1100°C and held at temperature for different periods of time (15, 75 and 150 min.), followed by quenching in water. Results show that boron additions retard the austenitic grain growth at high temperature. This effect is attributed to boron segregation to grain boundaries which enhance the cohesion among them. Likewise, microstructures and hardness results reveal that boron additions delays the decomposition kinetics of austenite to ferrite, which suppresses the nucleation of ferrite and generates the formation of bainitic and martensitic microstructures and increases the hardenability of steel.

Introduction

Nowadays, boron has been added to modern low carbon microalloyed steels to reduce the use of more expensive alloying elements. Boron low carbon bainitic steels have excellent combination of high strength, toughness and field weldability and have been extensively applied to the engineering machinery, sea platforms and oil pipelines fabrication [1-5]. It is well-established that boron atoms segregate towards austenite grain boundaries and increase hardenability of steel by suppressing the nucleation of ferrite [6]. There are four mainly explanations about the boron effect mechanism [7]. The first one is that boron segregation to austenite grain boundaries reduces the grain boundary energy, and so the number of preferential nucleation sites for ferrite. The second one is that boron reduces the self-diffusional coefficient of iron at grain boundaries and decreases the nucleation rate of ferrite. Thirdly, since the grain boundaries are a preferential nucleation sites for ferrite, when boron segregates to grain boundaries, these preferential sites will vanish. Lastly, fine borides form along the boundaries and are coherent with the matrix; in this case, is hard to nucleate ferrite at the boride-matrix interface. It is common in all of these explanations that equilibrium boron segregation at austenite grain boundaries influences the nucleation process of ferrite but it does not affect the thermodynamic characteristics of austenite or ferrite. The effect of boron in the steel is related with the different kinds of boron segregation behaviors. The hardenability of boron steels is determined by non-equilibrium boron segregation on grain boundaries [7].

On the other hand, grain refinement is known as the best way of improving both strength and toughness [8]. There are several methods for grain refinement of steels such as controlled rolling, accelerated cooling and cyclic thermo-mechanical treatment [9-11]. The effect of boron on grain

refinement of microalloyed steels is not well documented yet. Boron, however, is considered as a potential alloying element candidate for a grain refiner. This article aims to summarize the effect of boron additions in the microalloyed steel, particularly the influence of boron on austenitic grain growth, microstructure and properties of low carbon steel.

Experimental procedure

Boron microalloyed steels were prepared in the Foundry Laboratory of Metallurgical Research Institute-UMSNH by using high purity raw materials in a 25 kg capacity induction furnace and cast into 70x70 mm cross section ingots. The chemical compositions of the two steels examined in this study are given in Table 1.

Table 1. Chemical composition of the examined boron microalloyed steels [wt %].

Steel	C	Mn	Si	P	S	Al	V	B	N
B1	0.038	1.466	0.354	0.0152	0.0187	0.0029	0.0037	0.0029	0.0087
B4	0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	0.0105	0.0084

Specimens of 5 mm x 10 mm x 10 mm were machined from the as cast condition and heat treated as follows. The specimens were heated to 1100 °C and held at that austenitizing temperature for different periods of time (15, 75 and 150 min), followed by water quenching to room temperature. Heat treated specimens for optical microscopy were prepared by the typical metallographic procedure: grinding on SiC abrasive paper followed by polished on nylon and wool cloths using diamond paste as abrasive and finally etching with 2% nital solution in order to reveal the quenched microstructure and with saturated aqueous picric acid solution at 60°C in order to reveal the austenitic grain. The austenitic grain size was measured by image analysis using digitalized pictures through Sigma Scan Pro 5[®] software. Finally, Vickers hardness tests were carried out in accordance with ASTM E92-82 (2001) [12] Hardness Standard using 10 kg force on the polished surface of the quenched samples. An average of three readings was reported as the bulk hardness of the material.

Results and discussion

Table 2 summarized the results obtained for the effect of austenitizing temperature and holding time on the austenitic grain size and hardness of the present boron microalloyed steels.

Table 2. Austenitic grain size and hardness as a function of austenitizing temperature and holding time of the boron microalloyed steels.

Specimens	Austenitizing temperature, [°C]	Holding time, [min]	Average austenitic grain size, [µm]	Vickers Hardness, [HV]
B₁t₁	1100	15	86 ± 2.0	340 ± 7.1
B₁t₂	1100	75	132 ± 4.1	316 ± 6.1
B₁t₃	1100	150	162 ± 4.5	302 ± 5.0
B₄t₁	1100	15	80 ± 2.6	479 ± 8.1
B₄t₂	1100	75	91 ± 3.2	441 ± 6.3
B₄t₃	1100	150	109 ± 4.0	410 ± 5.0

As expected, present steels show the typical dependence of austenitic grain size growth as a function of the holding time at austenitizing temperature, it means that austenite grain size tends to increase as austenitizing temperature and/or holding time increases. As can be seen from the Table 2, B₁ and B₄ steels with short holding times (15 min.) have a difference in austenitic grain size of approximately 7%, whereas with longer holding times (75 and 150 min.) the difference is up to 33%. In all cases, the steel with higher boron content shows the finest austenitic grain size.

Likewise, Fig. 1 shows the austenitic grain microstructures of boron microalloyed steels. As can be seen from the Fig. 1, austenitic grain size decreases with increasing boron content, which demonstrates that boron additions retard the austenitic grain growth at high temperature. It is well known that boron has a great influence on microstructure development, a major effect on the grain size and properties in metals and alloys, especially in low carbon steels during the heat treatment and the hardenability of most steels is influenced by the size of the grains at the time of quenching [13-17].

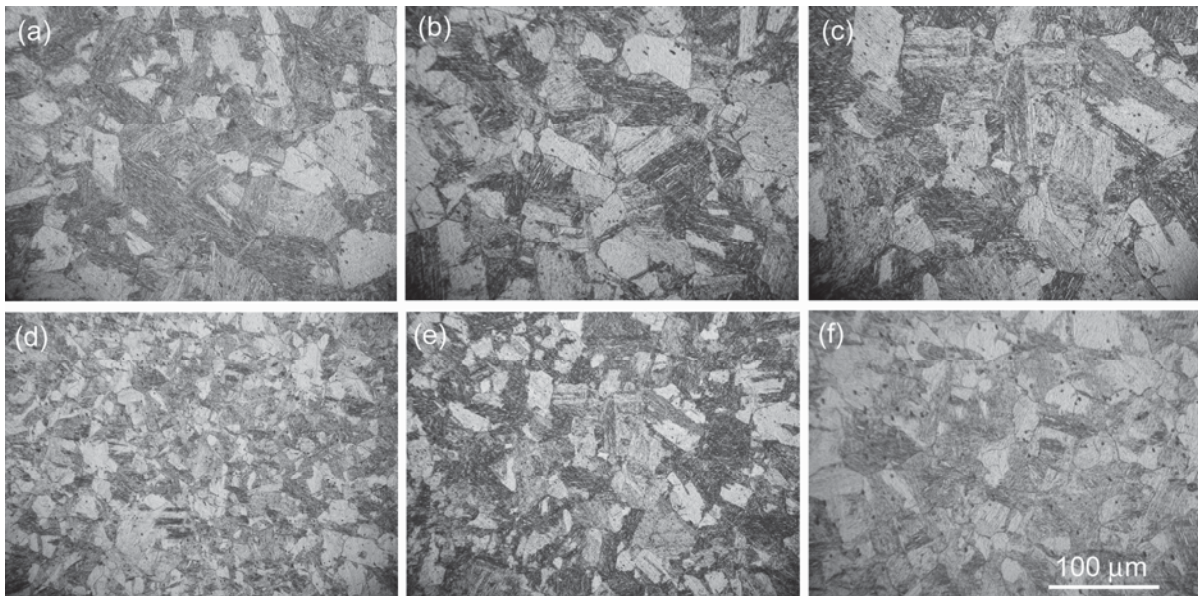


Fig. 1. Austenitic grain microstructures of boron microalloyed steels; a) Steel B₁ t₁; b) Steel B₁ t₂; c) Steel B₁ t₃; d) Steel B₄ t₁; e) Steel B₄ t₂; f) Steel B₄ t₃.

According to Fe-B binary alloy phase diagram [18], the solubility of boron in austenite at 1423 K is more than 150 ppm, while it largely decreases to less than 10-20 ppm at about 1130 K. The extra boron can precipitate during cooling. The present results suggest that the possible precipitation of boron occurs rapidly and only solute boron affects the austenite-ferrite transformation. The explanations of why boron delays the austenitic grain growth is that solute boron segregates also at ferrite grain boundary and it is well known that segregating elements inhibit the migration of grain boundary by solute drag effect [19-20]. While supersaturated boron would precipitate as iron-boride and/or iron-borocarbide during cooling having a pin effect on the grain boundary by Zener drag effect [19-21]. It is well known that the boron segregation and enhancing of the grain boundary cohesion cause grain refinement and winding of grain boundaries because the enhancing of the grain boundary cohesion obstructs grain growing at the heat treatment course [19], as can be seen from Fig. 1.

On the other hand, Fig. 2 shows the quenched microstructures obtained after cooling for the two boron microalloyed steels. As can be seen from this figure, the steel with lower boron content (B1, 29 ppm B) shows allotriomorphic ferrite microstructures (see Figs. 2a-c), whereas the steel with

higher boron content (B4, 105 ppm B) shows fully bainitic and martensitic microstructures without the presence of allotriomorphic ferrite (see Figs. 2d-f). These microstructures reveal that the decomposition kinetics of austenite to ferrite is delayed due to the higher boron content which suppresses the nucleation of ferrite and generates bainitic and martensitic microstructures increasing the hardenability [7].

The obtained results indicate that during the early stage of isothermal holding the boron atoms segregate quickly to the austenite grain boundaries in a non-equilibrium way [7,22]. After the ferrite transformation started, the boron concentration in the ferrite region is higher than any others. As the ferrite is growing the boron enrichment phenomenon in this region will decrease and disappear finally. The reason for this is that at the isothermal holding temperature the inverse diffusion rate of boron in ferrite is lower than the ferrite growing rate, the boron segregation existing at austenite grain boundaries can only disperse in the new ferrite region and cannot catch the moving phase boundary and diffuse into austenite region [7]. It also shows that the boron atoms segregated on austenite grain boundaries during quenching and isothermal holding process are in solution, which retards the ferrite formation along grain boundary [7].

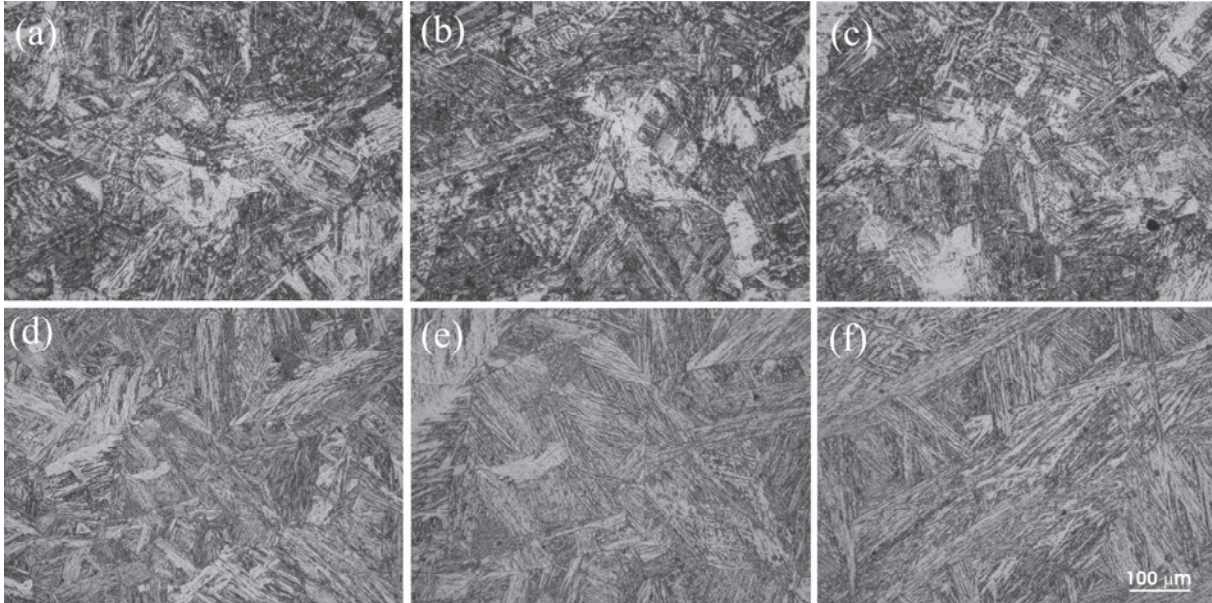


Fig. 2. Quenched microstructures of boron microalloyed steels. a) Steel B₁t₁; b) Steel B₁t₂; c) Steel B₁t₃; d) Steel B₄t₁; e) Steel B₄t₂; f) Steel B₄t₃.

The above results demonstrate the boron additions importance on microstructural evolution of microalloyed steels. Small amounts of boron coupled with rapid cooling conditions can induce hard bainitic and martensitic microstructures even in extra low carbon steels [7]. These microstructural changes will have, as shown later, a great contribution to the mechanical properties of steel.

Finally, Vickers hardness values as a function of the holding time at austenitizing temperature of the boron microalloyed steels are shown in Fig. 3. As expected, hardness decreases gradually as holding time increases in both boron microalloyed steels. However, in all case the steel with higher boron content shows the highest Vickers hardness values. These results clearly show that hardenability of steel increases with increasing boron content.

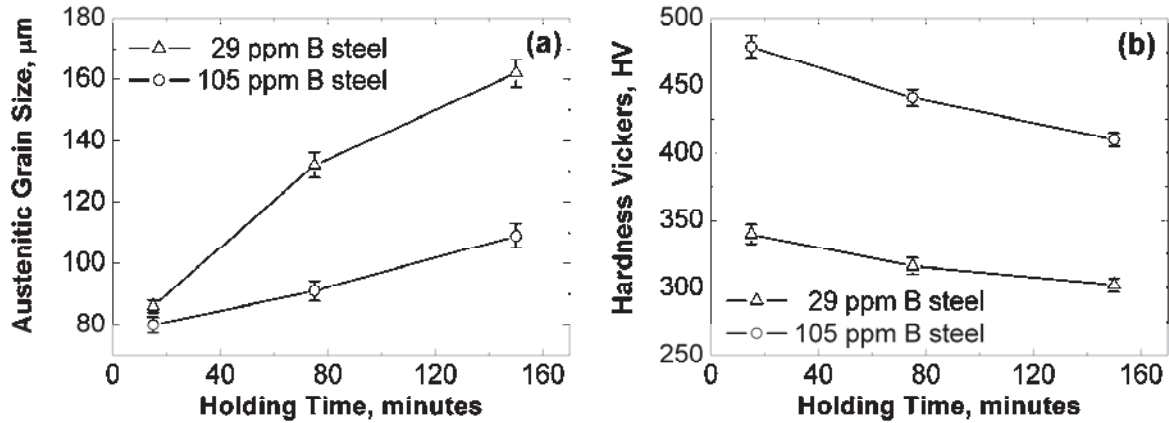


Fig. 3. Austenitic grain size and Vickers hardness as a function of holding time at austenitizing temperature of 1100°C.

Conclusions

1. Boron additions to the present steels retard (up to 33%) the austenitic grain growth at high temperature, which has a great influence on the developed microstructures.
2. The steel with higher boron content shows fully bainitic-martensitic microstructures without the presence of allotriomorphic ferrite, which reveals that decomposition kinetics of austenite to ferrite is delayed due to the higher boron content.
3. The steel with higher boron content shows the highest hardness values, which demonstrates that hardenability of steel increases with increasing boron content.

Acknowledgements. E. López-Chipres would like to thank CONACYT (México) for the scholarship support during this project. Funding was obtained through projects CIC-UMSNH-2006-1.8, 1.15 and 1.19 of the Coordinación de la Investigación Científica-UMSNH (México).

References

- [1] S. Yang, S. Zhang, X. He, M. Chen and T. Ko: *Microstructure LCS'94*, ISIJ, Tokyo, (1994), p. 39.
- [2] X. Wang, G. Zhou, S. Yang and X. He: *J. Univ. Sci. and Techn, Beijing* Vol. 22 (2000), p. 70.
- [3] X. Wang, S. Yang, X. He, M. Wang and G. Zhou: *J. Iron Steel Research* Vol. 22 (2000), p. 47.
- [4] C. Shang, X. Wang, X. He, S. Yang and Y. Yuan: *J. Univ. Sci. and Techn, Beijing, (English Edition)* Vol. 8 (2001), p. 224.
- [5] S. Yang, C. Shang, X. Wang, X. He and Y. Yuan: *J. Univ. Sci. and Techn, Beijing, (English Edition)* Vol. 8 (2001), p. 119.
- [6] R.W.K. Honeycombe, H.K.D.H. Bhadeshia: *Steels*, Edward Arnold, London, (1995), 163.
- [7] X.M. Wang, X.L. He, *ISIJ Int.* Vol. 42 (2002), pp. 38.
- [8] Y. Ohmori and K. Yamanaka, in: *Boron in Steels*, edited by R. Zu and M. Guo, Metallurgy Industry Press, Beijing, (1985), p. 56.

- [9] F. B. Pickering, in: *Physical Metallurgy and the Design of Steels*, Applied Science Publishers Ltd, London, (1978).
- [10] T. Tanaka: *Int. Metals Rev.* Vol. 4 (1981), p. 185.
- [11] K. Tsukada, K. Matsumoto, Y. Yamazaki, K. Hirabe, K. Arikata and K. Takeshige: *Tetsu-to-Hagane* Vol. 70 (1) (1984), p. 89.
- [12] ASTM: *Annual Book of ASTM Standards* 2001 Sec. 3, Vol. 03.01, E 92-82, p. 221-229.
- [13] E. López-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado and A. Bedolla-Jacuinde: Effect of the solidification and heat treatment conditions on the development of microstructures and properties of boron microalloyed steels, submitted for publication (research work).
- [14] C.T. Liu, C.L. White and J.A. Horton: *Acta Metall.* Vol. 33 (1985), p. 213.
- [15] R.N. Wright and V.K. Sikka: *J. Mater. Sci.* Vol. 23 (1988), p. 4315.
- [16] M.S. Kim, S. Hanada, S. Watanabe and O. Izumi: *Mater. Trans.* Vol. 30 (1989), p. 77.
- [17] T.T. Cheng, in: *Intermetallics*, Vol. 8 (2000), p. 29.
- [18] M. Hansen, in: *Constitution of Binary Alloys*, 2nd ed., McGraw-Hill, New York, (1958), p. 249.
- [19] T. Nishizawa: *Tetsu-to-Hagané* Vol. 70 (1984), p. 1984.
- [20] T. Maki, in: The 143rd and the 144th Nishiyama Memorial Lecture, ISIJ, Tokyo, (1992), p. 51.
- [22] M. Jahazi, J.J. Jonas, *Mater. Sci. Eng. A* Vol. 335 (2002), p. 49.

INVESTIGATION ON THE BORON EFFECT ON THE HIGH TEMPERATURE BEHAVIOUR OF A 0.04C-1.5Mn-0.3Si STEEL

I. Mejía¹, E. López-Chipres¹, C. Maldonado¹, A. Bedolla-Jacuinde¹, M. Wahabi², J.M. Cabrera^{2,3}

¹Instituto 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 Metal·lúrgica, ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Av. Diagonal 647, 08028 – Barcelona, Spain.

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

Keywords: Boron microalloyed steels, hot ductility, hot flow, dynamic recrystallization (DRX)

Abstract

The current study analyses the influence of boron content on the high temperature behaviour of boron microalloyed steels. The base alloy had 0.04%C, 1.5%Mn and 0.31% Si, and four different levels of boron (between 29 and 105 ppm). This analysis is based in obtaining hot ductility and flow curves. Hot tensile tests were carried out at different temperatures (700, 800, 900 and 1000°C) at a constant true strain rate of 0.001 s^{-1} . Also, uniaxial hot-compression tests were performed 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}). In general, tensile tests revealed an improvement of the hot ductility of the steel at increasing boron content. At 700, 900 and 1000°C the ductility is higher than that at 800°C, where boron microalloyed steels show a region of ductility loss (trough region). The fracture surface of the steel samples tested at high temperature shows that samples failed mainly by ductile failure, whereas it is ductile-brittle failure in the trough region.

The results of hot compression tests revealed that both peak stress and peak strain tend to decrease as boron content increases, which indicates that boron additions generate a sort of solid solution softening effect. Likewise, the flow curves show a delaying effect on the kinetics of dynamic recrystallization at increasing boron content. Results are discussed in terms of boron segregation towards austenitic grain boundaries during plastic deformation, which increases the movement of dislocations, enhances the grain boundary cohesion, and retard the formation of pro-eutectoid ferrite.

1. Introduction

Increasing cost and scarcity, dependence on foreign sources, and an uncertain future for most alloying elements in steels, boron appears to be a promising alternative addition [1]. In boron treated steels, solute boron segregates to the austenite/ferrite grain boundaries, and increases hardenability by suppressing the ferrite transformation through strong interaction with lattice defects such as dislocations and vacancies. The delaying effect on the ferrite transformation promotes instead bainitic formation in hot rolled microalloyed steels, where the high strength is derived from accumulative effects such as fine grain size, solid solution strengthening with additional interstitial hardening, precipitation hardening by carbide and nitride particles, transformation hardening and strain hardening [2-9].

Segregated boron to austenite grain boundaries changes the thermodynamic characteristics of these boundaries having important effects on the softening behaviour of austenite during hot working. Boron segregation to austenite grain boundaries retards their mobility and hence, the recrystallization kinetics during hot working [10]. Wang and He [11] have reported that segregated boron retards the mobility of austenite boundaries by a solute drag effect, thereby decreasing the rate of dynamic recrystallization (DRX) of deformed austenite.

In boron alloyed steels with 10-100 ppm of B, the different forms of boron could be present are summarized as: i) Boron precipitated as $M_{23}(B,C)_6$, ii) linked to N as BN, iii) solid solution as an interstitial element and iv) as an oxide, but usually in low amounts. $M_{23}(B,C)_6$ (so-called borocarbide) is one of the most striking microstructural features of boron as a perceptible phase in low alloyed steels with 0.05-0.25 %C and 0-130 ppm of B [8,12]. It has been reported [17] that only soluble B can segregate and then later precipitate as $M_{23}(B,C)_6$ at grain boundaries. This intergranular particle of $M_{23}(B,C)_6$ precipitates with an epitaxial relationship between neighboring austenite grains [8,12,14]. These particles act like other interstitial alloying elements which are able to fill the unfavorable gaps on grain boundary and stabilize the grain boundary surfaces. Likewise, it has been shown that boron atoms tend to migrate to austenite grain boundaries (segregation), a fact that can be associated to B-vacancies interactions [14,15].

Dynamic recrystallization is one of the main softening mechanisms of steels at high temperature because provides additional softening to that provided solely by dynamic recovery. DRX takes place after a critical strain has been attained. When the softening process is governed by dynamic recrystallization, the flow stress passes through a peak and then drops to a steady state regime [16], as can be seen in Fig. 1. From the microstructural point of view, the hot flow curves can be divided into three consecutive stages which are dependent on strain rate and temperature. First, the work hardening and dynamic recovery stage at relatively low strains. This stage is characterized by the elongation of the grains forming a pancaked microstructure. At large deformation values, a steady state regime is reached and the final microstructure becomes equiaxed due to a recrystallization process. The two latter stages are separated by a transition zone characterized by a drop of the true stress, as mentioned above. DRX can take place in two different forms: (a) single peak type curves, at low temperatures and high strain rates, and (b) multiple peak curves at high temperatures and/or low strain rates. In the particular case of relatively large strain rates or very low temperatures, dynamic recrystallization can be inhibited, being dynamic recovery the only active softening mechanism [16].

On the other hand it has been found that addition of elements such as Ti [17], Ca [18], Zr and Y [19] can improve the hot ductility of steel. Boron has been considered as another possible element likely to enhance the hot ductility in a similar grade. At relatively low temperatures, where austenite and ferrite phases coexist, such beneficial effect of boron has been suggested to be due to the precipitation of $Fe_{23}(B,C)_6$ in the matrix [20]. These precipitates act as preferential sites for the intragranular nucleation of ferrite. In this way, less ferrite is available to form at grain boundaries. This 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. The final result is an improvement in the hot ductility. The effect of boron on the ductility at temperatures higher than the intercritical ones, i.e. in the single austenitic phase, has been rarely

studied. Indeed it is not clear if boron addition can be also beneficial to the hot ductility in this region in the absence of ferrite phase [21]. However, some production statistics clearly pointed out the beneficial influence of boron on hot ductility [22,23]. This improvement can be ascribed by several factors such as preferential BN precipitation, retardation of the austenite/ferrite transformation, which presumably avoids ferrite film formation at austenite grain boundaries, and increasing resistance to grain boundary sliding during straightening operation [22]. Besides these speculations, the best case in which boron improves deformability may be the one observed in Ni₃Al which is extremely brittle at room temperature but addition of as little as 200 ppm B to this alloy turned it into a ductile compound [24]. It was suggested that B atoms act as a type of “glue”, preventing the alloy from failing [25]. As mentioned previously, the boron segregation and its effect on austenitic grain boundary play an important role during high temperature deformation and dynamic recrystallization. He *et al.* [26] reported on a HSLA steel a strong abnormal boron segregation on moving new grain boundaries and consequently a delay on the nucleation and growing of new grains. This kind of segregation mainly appears at boundaries between new growing (recrystallized) grains and deformed original grains. This effect will persist and disappear until the new grains impinge and their motion is halted. Due to the solute drag force, the migration of the new grains is hindered so the recrystallization is also hindered. Additionally, Nb and B shown a strong synergistic effect as a result of the formation of (Nb, B) complexes whose presence at the new boundaries increases the solute drag force of the Nb atoms, decreases the boundary moving velocity and slows down the recrystallization kinetics of Nb-B steels. K. Laha *et al.* [27] assumed that boron is concentrated on the grain boundaries where it enters into the precipitates and alters the character of the grain boundary/precipitates interface or matrix/precipitates in such a way that suppress the microcavity formation. They noticed that boron addition in the steel decreased the cavity growth rate almost by an order of magnitude.

At present, there are just a few studies strictly focused on the boron effect on the hot ductility and hot flow behaviour of steels [20,28-30]. Therefore, the aim of this paper is to study the effect of boron content on the hot ductility of four boron microalloyed steels and their flow behaviour by analysis of its influence on the high temperature flow curves.

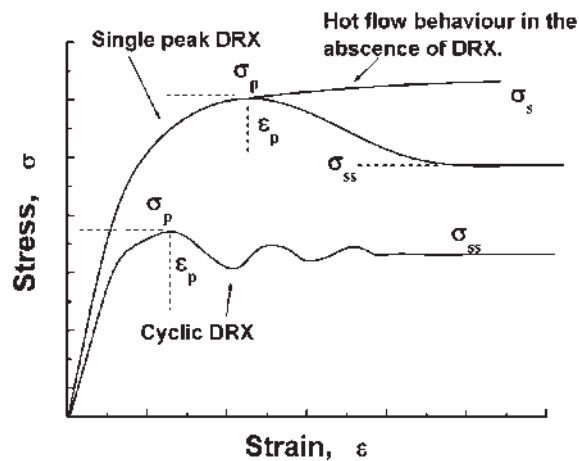


Fig. 1. Sketch of the plastic flow behaviour of γ -Fe under high temperature deformation conditions.

2. Experimental procedure

Boron microalloyed steels were prepared in the Foundry Laboratory of the Metallurgical Research Institute of UMSNH by using high purity raw materials in a 25 kg capacity induction furnace and cast into 70x70 mm cross section ingots. The chemical compositions of the four steels examined in this study are given in Table 1. The chemical composition seems to be homogeneous enough to undertake an accurate study on the effect of boron content on these steels.

Table 1. Chemical composition of the examined boron microalloyed steels (wt %).

Steel	C	Mn	Si	P	S	Al	V	B	N
B1	0.038	1.466	0.354	0.0152	0.0187	0.0029	0.0037	0.0029	0.0087
B2	0.042	1.469	0.342	0.0153	0.0191	0.0029	0.0040	0.0049	0.0078
B3	0.036	1.464	0.311	0.014	0.0159	0.0025	0.0039	0.0062	0.0080
B4	0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	0.0105	0.0084

To evaluate the high temperature ductility, cylindrical hot tensile specimens of 6 mm in diameter and 30 mm in gauge length were machined from the as cast condition steel ingots. Isothermal hot tensile tests were performed at different temperatures and at a constant true strain rate (10^{-3} s^{-1}) using an Instron tensile testing machine, equipped with a radiant cylindrical furnace. All the tests were performed in an argon atmosphere in order to protect the molybdenum-based tools from oxidation as well as to prevent oxidation of the samples. First, the specimens were heated to 1100°C and held for 900 s in order to homogenize the microstructure, and to obtain a similar initial grain size. Then specimens were cooled down to the test temperatures (700, 800, 900 and 1000°C) and held again for 300 s. Immediately after rupture, the broken specimens were quenched by an Ar stream and finally the fractures surfaces were examined by scanning electron microscopy (SEM). Hot ductility was quantified by reduction in area (RA) at fracture.

To estimate the hot flow behaviour, cylindrical specimens of 7 mm in diameter and 11 mm in length were machined from the as cast condition steels ingots. Isothermal hot compression tests were then performed at different temperatures and strain rates in the same machine above mentioned. All tests were also performed under an argon atmosphere and preheated according to the same procedure of tensile tests. Then specimens were cooled down to the test temperature (950, 1000, 1050 and 1100°C) and held again for 300 s. Specimens were strained until $\varepsilon = 0.8$ at different constant true strain rates (10^{-3} , 10^{-2} and 10^{-1} s^{-1}). This wide range of conditions provided a good description of the hot flow behaviour of steels. The soaking conditions promoted an initial austenitic grain size ranging from $86 \pm 2.0 \mu\text{m}$ in steel B1 to $80 \pm 2.6 \mu\text{m}$ in steel B4. Therefore, in this work the initial austenitic grain size has been considered similar for all steels and it will be assumed that no influence of this microstructural parameter on the hot flow behaviour must be expected. Specimens were quenched in water immediately after the compression tests and finally examined by light optical metallography (LOM). For this purpose samples for optical microscopy were prepared by typical metallographic procedures: grinding by SiC abrasive paper followed by polishing on nylon and wool cloths using diamond paste as abrasive. Finally, samples were chemically etched with a saturated aqueous picric acid solution at 60°C to reveal the austenitic grain size which was measured by image analysis using digitalized pictures through Sigma Scan Pro 5[®] software.

3. Results and discussion

3.1. Hot ductility evaluation

The effect of deformation temperature on the tensile behaviour of the four boron microalloyed steels selected is shown in Fig. 2. As expected, the strength decreases as temperature increases for all steels. It must be noticed that there are fluctuations in the flow curves at 900 and 1000°C which are evidence of dynamic recrystallization of the single peak type [16], a fact later confirmed by the compression tests. However, no oscillations are observed at lower temperatures, i.e. at 800 and 700°C. In terms of elongation, all flow curves at 800°C displayed the lowest values regarding the boron content. These results are in agreement with those reported by Kim *et al.* [20].

A more convenient way of measuring the hot ductility is through the reduction of area in fractured samples. Accordingly, the reduction of area (RA) dependence on the deformation temperature for each steel is shown in Fig. 3, where one can notice a clear trough in every curve centered at 800°C. According to some authors [30], the temperature range in which the RA is lower than or

equal to 60% is a crack sensitive range for continuous casting, which is called the hot brittle range. With this rule, and in the present steels, when the boron concentration is increased from 62 to 105 ppm, the hot brittle range tends to disappear leading to a further improvement in hot ductility. This would be also, as explained later, an indication that the transformation of pro-eutectoid ferrite is delayed by boron additions.

The high ductility observed at 900 and 1000°C is associated to the thermal activation of two simultaneous phenomena, namely grain boundary sliding and dynamic recrystallization [21]. These two mechanism move grain boundaries away from microcracks, keeping them isolated and preventing in turn their coalescence. Therefore, the higher hot ductility in the boron microalloyed steels is related to the stress accommodation by extensive plastic flow rather than cracking at grain boundaries [21].

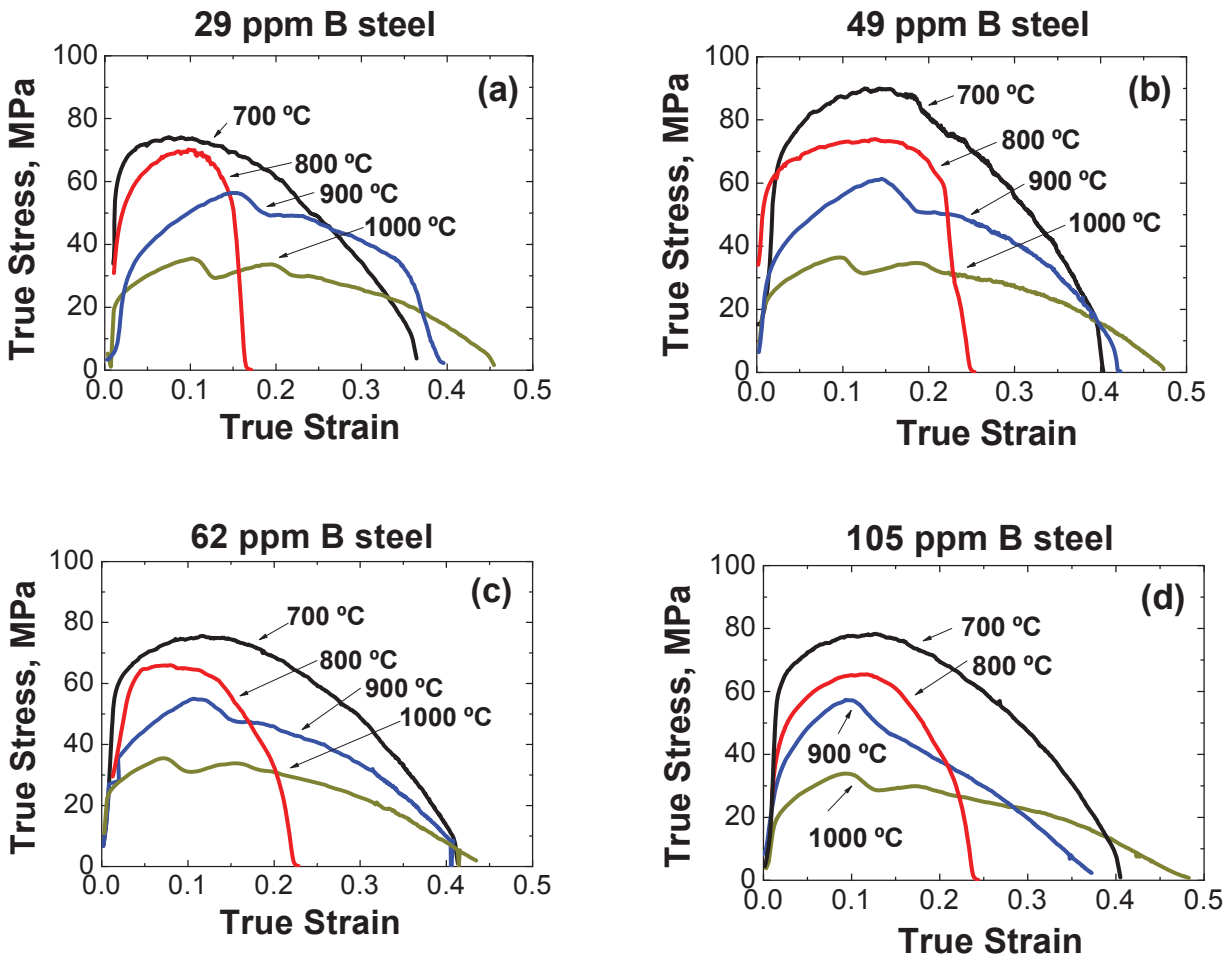


Figure 2. True stress-true strain curves as a function of the temperature during tensile test of examined steels.

There are certain temperatures for all the steel grades below which hot ductility decreases significantly. It is well known that ductility trough is mainly controlled by deformation induced ferrite and grain boundary sliding [31-40]. The trough in the RA-temperature curves (see Fig. 3) is promoted by the thin layer of ferrite induced at the austenite grain boundaries. When ferrite and austenite are present together, the ferrite, being the softer phase, tends to concentrate the strain during deformation. In the present boron microalloyed steels this temperature is centred at 800°C, as shown in Fig. 3. It has been reported that the segregation of impurities to grain boundaries plays an important role in the loss of hot ductility in addition to the thin pro-eutectoid ferrite layer formation and the precipitation of carbides or nitrides of V, Ti, Nb, Al or B at austenite boundaries [31-39]. Moreover soluble boron in steel can strongly segregate towards boundaries at high temperature and occupy the thickness of about several atom layers near boundaries [21].

Accordingly, Lagerquist and Langenborg [41] showed that boron additions to an alloy can reduce grain sliding and improve creep ductility. At low temperatures (700°C) where recrystallization is absent, recovery of hot ductility is related to a high volume fraction of ferrite so that strain concentration does not occur [30].

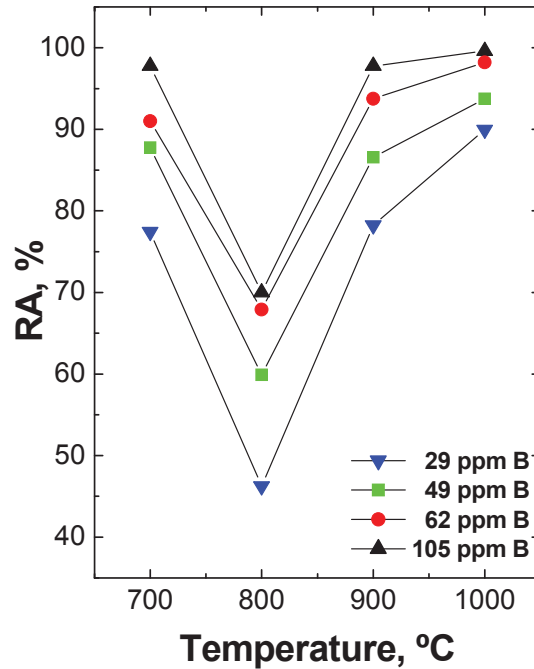


Figure 3. Hot ductility curves for boron microalloyed steels (RA reduction in area).

3.2. Fractography

The fracture surfaces of the boron microalloyed steels tested at 700, 900 and 1000°C are shown in Figs. 4, 5, 6 and 7. At these temperatures fracture seems to be ductile with small and large dimples and without apparent grain boundary facets. The fracture surface appearance is well coincident with the higher hot ductility reported by other authors [20,21]. Voids and small cracks may be formed at the ferrite-austenite interface, leading to low ductility by intergranular failure, as seen from fracture at 800°C, (see Fig. 5). In this latter case, the fracture was primarily the result of a ductile failure, with some brittle characteristics. The brittleness is principally characterized by intergranular separation. There are also some voids and cavities formed at grain boundaries. Nevertheless, no precipitates or inclusions were found within the voids. The intergranular separation seems more prominent at 800°C than that at 700, 900 and 1000°C. This intergranular decohesion is an indication of the ferrite induced by deformation. Because ferrite concentrates all the deformation in a thin layer, failure occurs by decohesion between the ferrite layer and the austenite grain. The shift of the ductility trough to lower temperatures by the addition of boron (see Fig. 3) is probably due to the decrease in the formation temperature of pro-eutectoid ferrite at austenite grain boundaries.

The large improvement in the hot ductility of the examined steels by adding boron should be due mainly to the increase in grain boundary cohesion, shallowing and narrowing the hot brittle range. This should arise from grain boundary segregation of boron [42-47], which could occupy proper nucleation sites preferentially and lower austenite grain boundary energy, suppressing the decomposition of austenite and increasing grain boundary cohesion [48]. Also, it is known that boron segregation may retain segregation of impurities as phosphorus because the competition capability of boron for grain boundary sites is much larger than that of phosphorus [49]. Also,

boron has a strong tendency to segregate to the grain boundaries but not to cavity (free) surfaces, improving grain boundary cohesion [50-52].

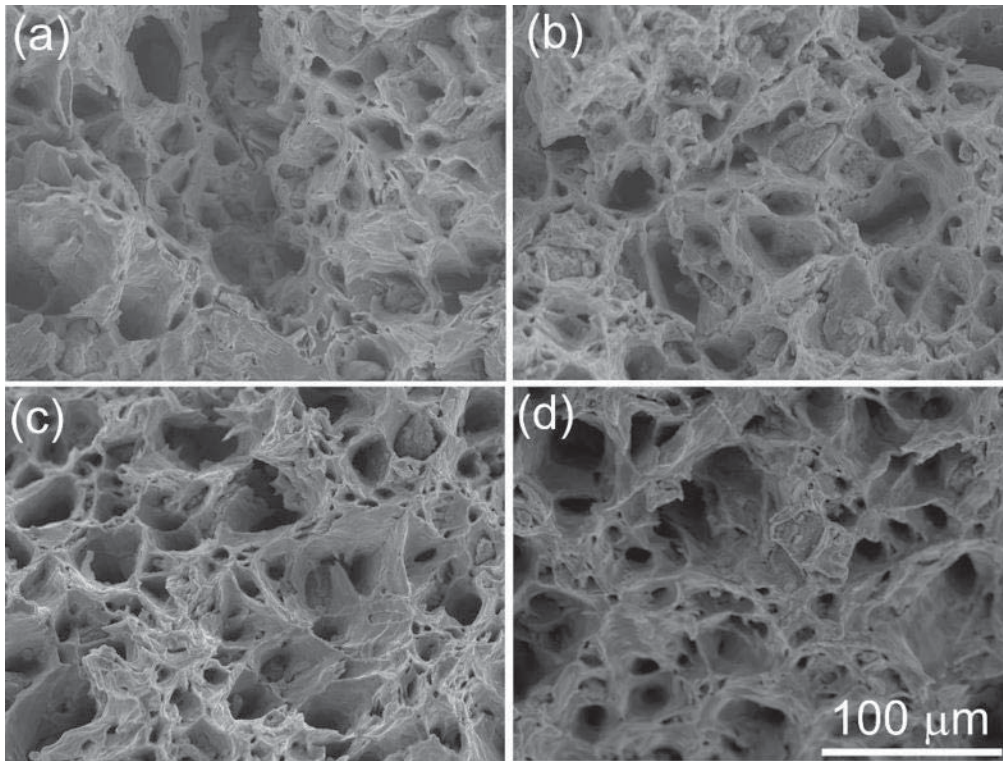


Figure 4. SEM fractographies of specimens tensile-tested at 700°C; (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

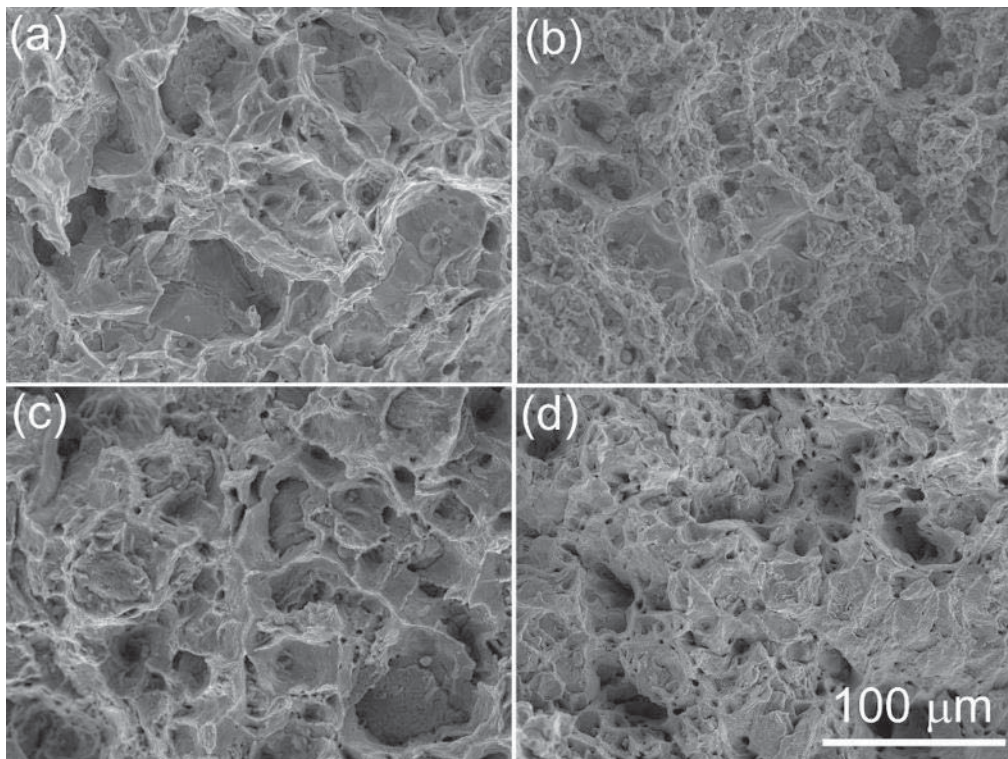


Figure 5. SEM fractographies of specimens tensile-tested at 800°C; (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

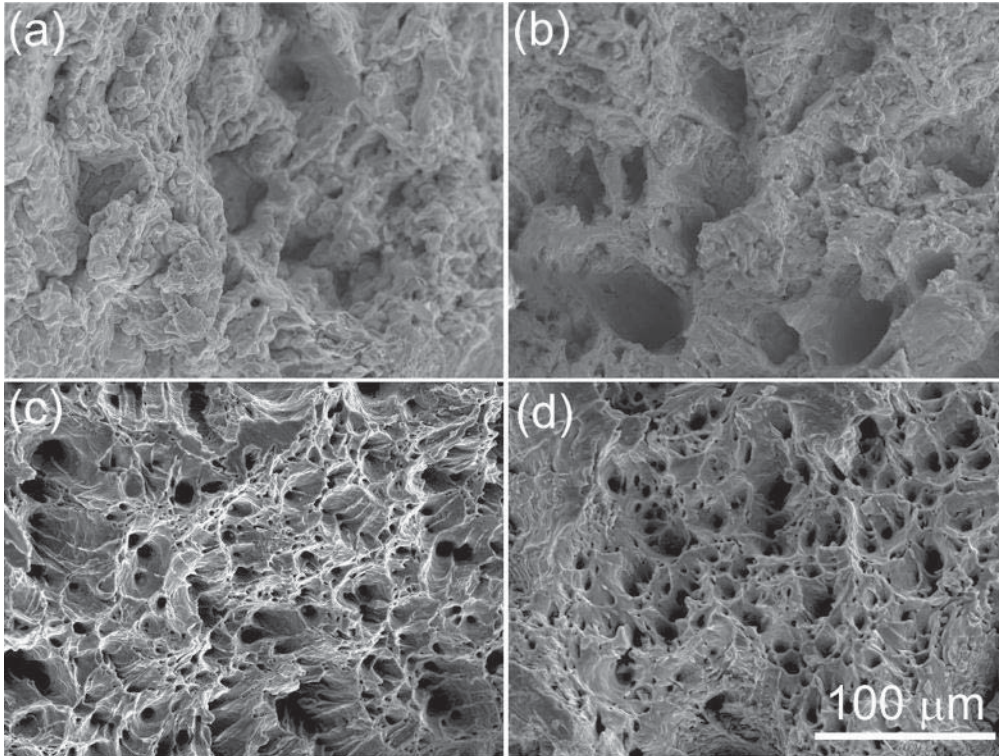


Figure 6. SEM fractographies of specimens tensile-tested at 900°C; (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

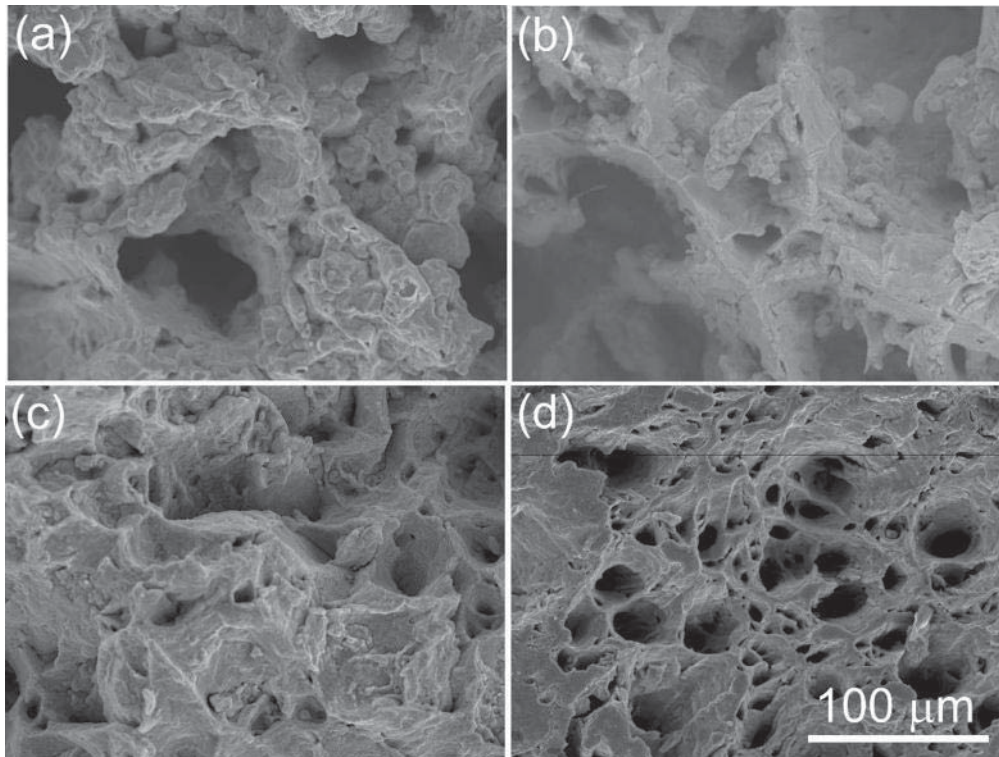


Figure 7. SEM fractographies of specimens tensile-tested at 1000°C; (a) 29 ppm B steel, (b) 49 ppm B steel, (c) 62 ppm B steel and (d) 105 ppm B steel.

3.3. Hot flow behaviour

Some of the flow curves of the hot compression tests of the four boron microalloyed steels as a function of the boron content are shown in Fig. 8. These flow curves exhibit the expected behaviour when dynamic recrystallization occurs [16, 53-54]. All steels show a similar hot flow behaviour, with the classic dependence of peak stress, σ_p , and peak strain, ϵ_p , on temperature and strain rate, that is, σ_p and ϵ_p increase as strain rate increases and temperature decreases. In all cases the steel with higher boron content (B4) shows lower peak stress values than the steel with lower boron content (B1), as can be seen in Fig. 9. Similar remarks can be done about the steady state stresses. It is also observed that the softening beyond the peak stress value is more pronounced in the steel with higher boron content.

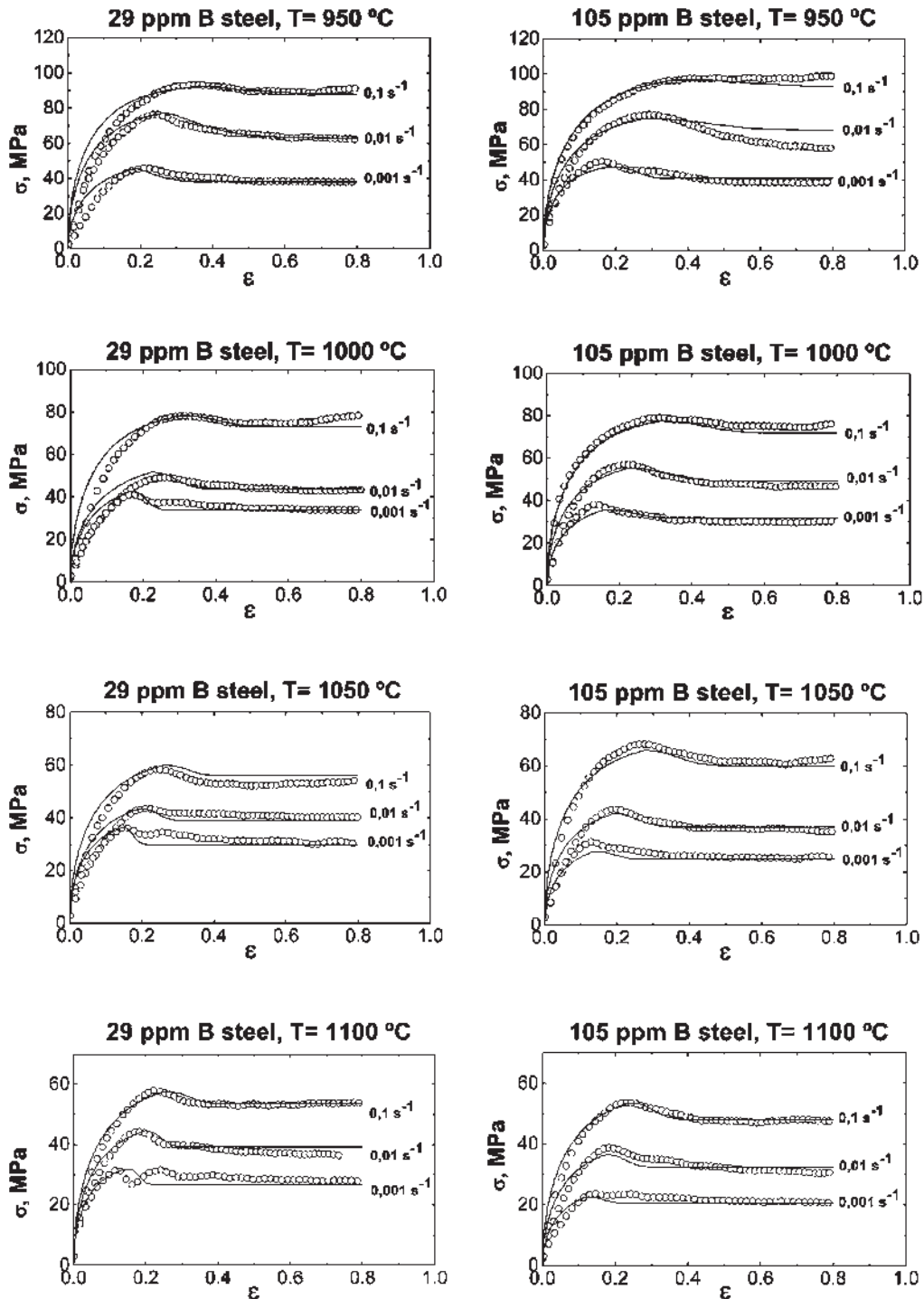


Figure 8. Some experimental flow curves obtained by uniaxial compression tests.

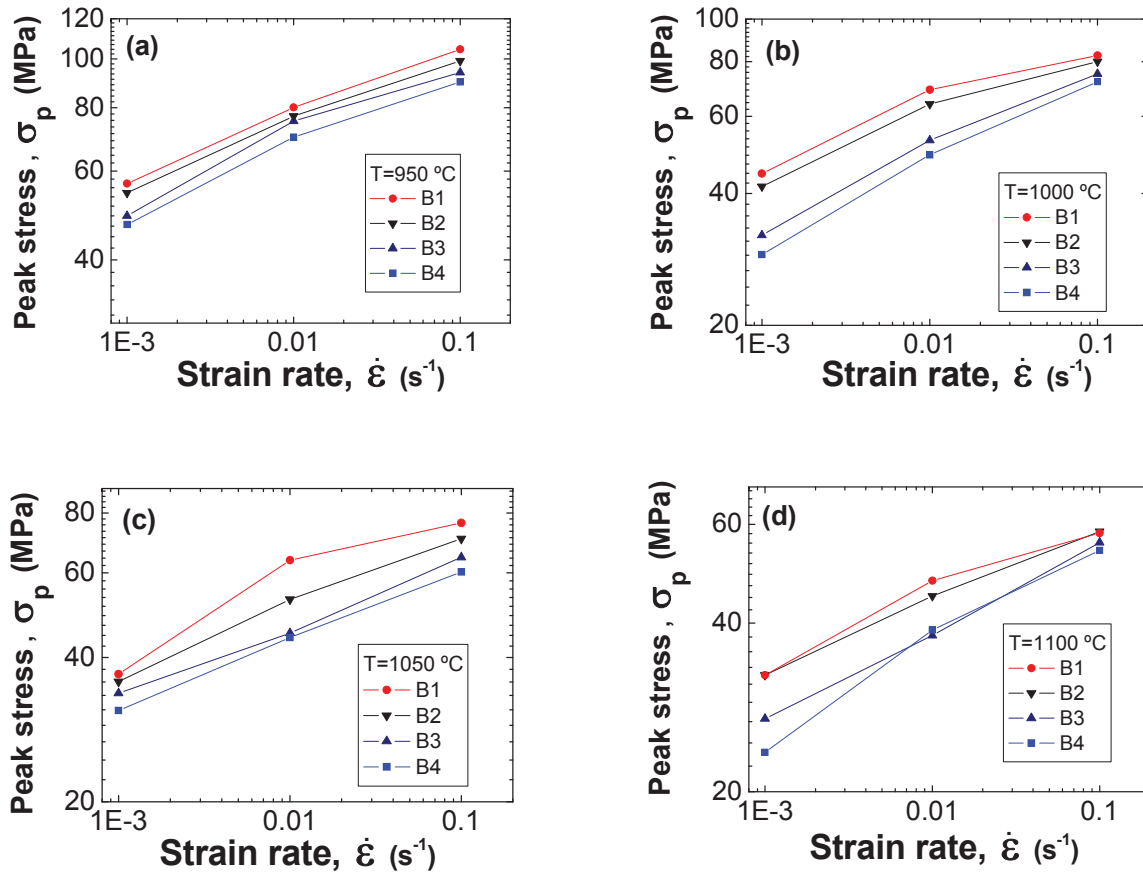


Figure 9. Dependence of the peak stress on strain rate and boron content at each temperature

The softening effect showed by the present boron microalloyed steel at high temperatures is opposite to that shown at low temperatures, where increasing the boron content increases the hardness of steel [7]. In this study is evident that boron additions produce softening and also delay of the DRX during the hot deformation of the steel (see Fig. 10). This delaying effect of the DRX has already been reported by other authors in previous studies [55-58]. The authors consider that this feature indicates that boron additions could promote a solid solution softening effect additional to the DRX itself, in a similar way to the role played by other interstitial alloying elements such as carbon in steels [59-61]. According to Busby *et al.* the diffusion rate of boron in austenite is similar to the carbon ones [62]. The diffusivity of vacancies in austenite for iron-carbon alloys increases with rising boron content [63]. Also, boron has two characteristics which are applicable in the present instance and few other alloying elements can satisfy: (i) segregation to the grain boundaries at high temperatures, and (ii) a rapidly diffusing capacity which allows B atoms to travel quickly enough to keep up with the grain boundaries during recrystallization (segregating species with very high diffusion rate) [64-65].

On the other hand, depending on the dual nature of boron atoms in the austenite lattice and their environment, they can occupy either substitutional or interstitial sites. When it possesses sufficient energy a boron atom can make the transition from its substitutional position to an interstitial one, and experience accelerated diffusion in this way [65]. In consequence, DRX can, therefore, be accelerated by the addition of boron, leading to a solid solution softening for stresses at high strains. Additionally, this softening mechanism could be related to the occurrence of an additional channel of facilitated formation of dislocations kinks at impurity centers [66]. This effect is related to the kink mechanism of dislocation motion (decrease in kink energy with increasing solute

content facilitates the dislocation mobility [67]). Moreover, this solid solution softening effect can be associated with diffusion and segregation of the boron atoms towards the austenitic grain boundaries where they occupy the vacancies generated by the applied deformation and modify and reinforce the cohesion of austenitic grain boundaries; this fact would allow an easier plastic flow in the austenitic lattice [21,25,39,55].

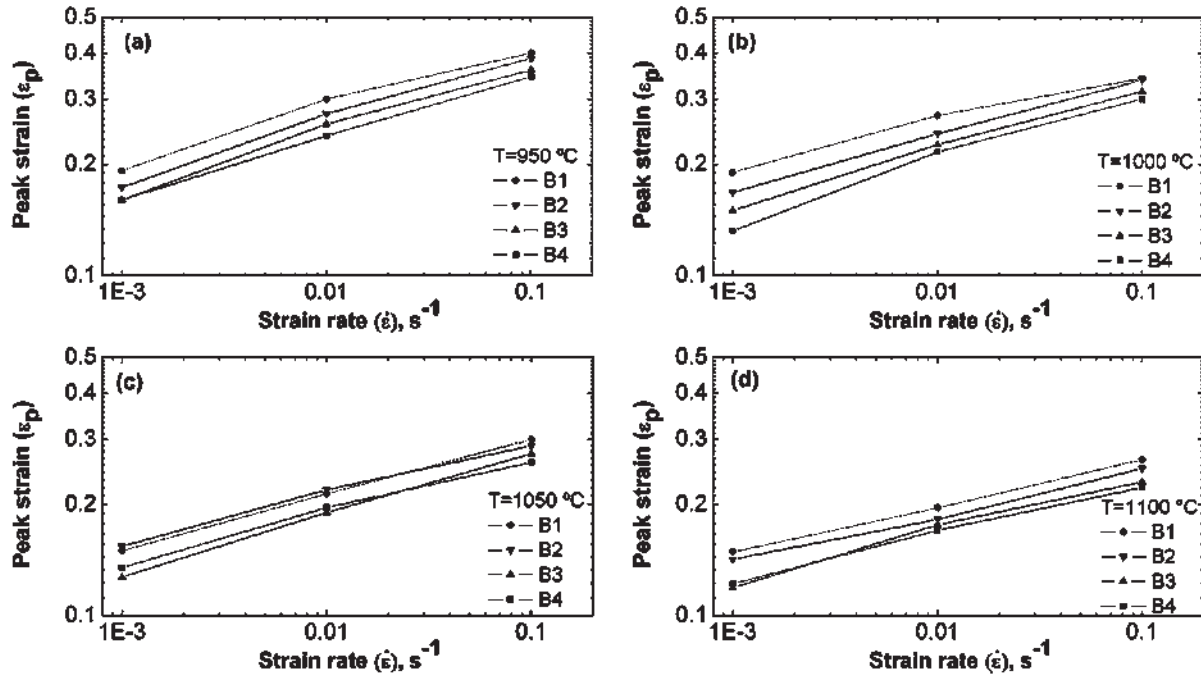


Figure 10. Dependence of the peak strain on strain rate and boron content at each temperature.

To reach the onset of DRX it is imperative to provide a critical strain to begin the recrystallization process. After the peak stress is attained, an additional softening is observed up to a point in which the steel achieves a steady state stress. This state can be obtained in two different ways. At relatively low strain rates and high temperatures, the flow curves show a cyclic behaviour [16] (repeated oscillation in the flow curve, as can be seen in Fig. 8 for the steel with 29 ppm B tested at 0.001 s^{-1} and $1100^\circ C$), while at high strain rates and low temperatures, only a single peak stress is observed (as displayed in Fig. 8 for the steel with 105 ppm B tested at 0.1 s^{-1} and $950^\circ C$). In both cases the initial portion of the flow curves can be solely described in terms of dynamic recovery parameters, while the region beyond the peak stress must be described in terms of DRX. Sometimes, at high strain rates and low temperature some flow curves exhibit only softening by dynamic recovery but not DRX, because they do not exhibit the typical peak of DRX (as shown in Fig. 8 for steels with 29 and 49 ppm B tested at 0.1 s^{-1} and $950^\circ C$). Under these conditions, the deformation process occurs so fast that there is no time enough for recrystallization and boron atoms reorganization. In consequence the vacancies generated during the deformation process cannot be occupied by boron atoms and therefore, no heavy effect of boron atoms at high strain rate should be expected.

As already mentioned, the occurrence of dynamic recrystallization is traditionally identified by the presence of a peak stress in the flow curves. As illustrated in Fig. 8, DRX preferably appears at strain rates of 0.01 and 0.001 s^{-1} and at relatively high temperatures (1000 , 1050 and $1100^\circ C$). Under these conditions, Schulson *et al.* [69] have reported that boron improves the mobility of grain boundary dislocations during hot deformation which in turns facilitate DRX. This would explain partially the present acceleration of the onset of DRX (diminution of ϵ_p) at increasing boron content. Several authors [70-73] have also reported that during hot deformation boron segregates towards austenitic grain boundaries and promotes some disordering and the consequent expected increase in grain boundary dislocations mobility, which facilitates the beginning of the DRX. Since strong interactions exist between boron atoms and vacancies and the boron atoms remain for appreciable times at grain boundaries, the probability of forming groups of solute complexes by

collision, as suggested by Aust *et al.* [74], will obviously increase. As mentioned before, boron atoms can also segregate towards austenitic grain boundaries and occupy the sites of vacancies generated by deformation avoiding the formation and propagation of microcracks [60], which increases the cohesion among the austenitic grains and facilitates the plastic flow and deformation by slip accommodation [21]. Thus, the boron segregation and its effect on austenitic grain boundaries play an important role during high temperature deformation and dynamic recrystallization. From this later affirmation, it is concluded that the activation of potential grain boundaries sites for DRX will actually become easier when boron is present.

Research works [59-61] carried out previously have shown that other interstitial alloying elements like carbon can also accelerate the onset of the DRX and, on the contrary, substitutional alloying elements like silicon [75,76] and phosphorus [77] tend to delay it. Results obtained by present authors [78] and reported information on steels [59,60,75-77] indicate that substitutional atoms are able to increase the activation energy for austenite deformation and consequently to delay the onset of DRX, while interstitial atoms promote a diminution of the activation energy and therefore to accelerate the initiation of DRX.

On the other hand, an additional important effect is detected in these flow curves: delay of DRX kinetics at increasing boron content. This can be noted in the time spent in attaining the steady state stress once DRX has started, or in other words on the shape of the flow curve after the onset of DRX. The delay of the DRX kinetics is usually associated to a solute drag effect [16].

4. Conclusions

i.- Boron additions to the present steels are beneficial to the hot ductility. The variation in the boron content from 29 to 105 ppm improved the hot ductility up to 25% in terms of RA. The improved ductility of the boron microalloyed steels is associated to the enhanced grain boundary cohesion and an easier flow in the austenite lattice, where grain boundary segregation and precipitation of boron play an important role.

ii.- At 700, 900 and 1000°C the hot ductility is higher than at 800°C, where boron microalloyed steels show a region of hot ductility loss. Likewise, dynamic recrystallization only occurs at 900 and 1000°C.

iii.- At 700°C where there is no recrystallization, recovery of hot ductility is associated with the high volume fraction of ferrite so that typical strain concentration cannot occur.

iv.- The fracture surface of the boron microalloyed steels tested at temperatures showing the higher hot ductility indicate that the fracture mode is a result of ductile failure, whereas in the region of hot ductility loss the fracture mode is ductile-brittle failure.

v.- Hot flow curves of present boron microalloyed steels show that both peak stress and peak strain tend to decrease as boron content increases, which indicates that boron additions generate a solid solution softening effect in a way similar to the hot flow behaviour of other interstitial alloying elements like carbon.

vi.- Hot flow curves of boron microalloyed steels show an acceleration of the onset of dynamic recrystallization and a delay of the recrystallization kinetics at increasing boron content.

Acknowledgements

E. López-Chipres would like to thank CONACYT (Mexico) for the scholarship support during this project. Funding was obtained through project CICYT-DPI 2005-09324-C02-01 (Spain) and Coordinación de la Investigación Científica of the UMSNH (Mexico).

References

1. J.E. Morral, J.B. Cameron, in S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Boron Hardenability Mechanisms, Boron in Steels*, Proc. of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, Wisconsin, USA, 1979, p. 19.
2. R.D.K. Misra, G.C. Weatherly, J.E. Hartmann, A.J. Boucek, *Materials Science and Technology* 17 (2001) 1119-1129.
3. K.E. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, second ed., Butterworths, London, 1984.
4. W.C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*, McGraw-Hill, USA, 1981.
5. B.M. Kapadia, in: D.V. Doane, J.S. Kirkaldy (Eds.), *Hardenability Concepts with Application to Steel*, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA., USA, 1978, p. 448.
6. D.A. Mortimer, M.G. Nicholas, *Met. Sci.* 10 (1976) 326.
7. J.E. Morral, J.B. Cameron, *Met. Trans. A* 8 (1977) 1817.
8. Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, J. Roves-Vernis, D. Rousseau, R. Tricot, in D.V. Doane, J.S. Kirkaldy (Eds.), *Hardenability Concepts with Application to Steel*, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA, USA, 1978, p. 421.
9. R.C. Sharma, G.R. Purdy, *Met. Trans.* 5 (1974) 939.
10. E.D. Hondros, M.P. Seah, *Int. Met. Rev.* 22 (1977) 262.
11. X. Wang, X.L. He, *ISIJ Int. (Suppl.)* 42 (2002) 38.
12. Ph. Maitrepierre, D. Thivellier, R. Tricot, *Met. Trans.* 6A (1975) 287.
13. Ph. Maitrepierre, J. Rofes-Vernis, D. Thivellier, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Structure-Properties Relationships in Boron Steels, Boron in Steels*, Proc. of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, Wisconsin, USA, 1979, p. 1.
14. Y. Ohmori, K. Yamanaka, in: S.K. Banerji, J.E. Morral (Eds.), *Hardenability of Boron-Treated Low Carbon Low Alloy Steels, Boron in Steel*, Proc. of the Metallurgical Society of AIME, Milwaukee, Wisconsin, USA, 1979, p. 44.
15. X.L. He, Y.Y. Chu, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 37 (1989) 2905.
16. T. Sakai, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 32(2) (1984) 189.
17. O. Comineli, R. Abushosha, B. Mintz, *Mater Sci. Technol.* 15 (1999) 1058.
18. B. Mintz, Z. Mohamed, R. Abushosha, *Mater Sci. Technol.* 5 (1989) 682.
19. K. Suzuki, S. Miyagawa, Y. Saito, K. Shiotani, *ISIJ Int.* 35 (1995) 34.
20. S.K. Kim, J.S. Kim, N. J. Kim, *Metall. Mater. Trans.* 33A (2002) 701.
21. F. Zarandi, S.Yue, *ISIJ Int.* 46 (2006) 591.
22. N.E. Hannerz, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.* 25 (1985) 149.
23. A.M. Elwazri, Master's Thesis, McGill University, (1998).
24. C. Krause, *Nickel Aluminides, Breaking into the Marketplace*, an Oak Ridge National Laboratory report, TN, (1997).
25. M.K. Miller, P.J. Pareige, K.F. Russell, *Seeing and Catching Atoms*, an Oak Ridge National Laboratory report, TN, (2001).
26. X. He, M. Djhazi, J.J. Jonas, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 225.
27. K. Laha, J. Kyono, S. Kishimoto, N. Shinya, *Scripta Materialia*, 52 (2005) 675.
28. H.-W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z.-J. Dang, *Mater. Sci. Technol.* 17 (2001) 843.
29. J.N. Tarboton, L.M. Matthews, A. Sutcliffe, C.M.P. Frost, J.P. Wessels, *Mater. Sci. Forum* 318-3 (1999) 777.
30. B. Mintz, R. Abushosha, *Mater. Sci. Technol.* 8 (1992) 171.
31. B. Mintz, S. Yue, J.J. Jonas, *Int. Mater. Rev.* 36 (1991) 187.
32. W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, *J. Mater. Sci.* 19 (1984) 2136.
33. Y. Maehara, K. Yasumoto, H. Tomono, T. Nagamichi, Y. Ohmori, *Mater. Sci. Technol.* 6 (1990) 793.
34. W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, *Metall. Trans.* 17A (1986) 1995.
35. W.T. Nachtrab, Y.T. Chou, *Metall. Trans.* 19A (1988) 1305-1309.
36. R. Abushosha, R. Vipond, B. Mintz, *Mater. Sci. Technol.* 7 (1991) 1101.
37. H. Matsuoka, K. Osawa, M. Ono, M. Ohmura, *ISIJ Int.* 37 (1997) 255.
38. C. Nagasaki, J. Kihara, *ISIJ Int.* 37 (1997) 523.
39. S.-H. Song, A.-M. Guo, D.-D. Shen, Z.-X. Yuan, J. Jiu, T. -D. Xu, *Materials and Engineering A* 360 (2003) 96.
40. B. Mintz, *ISIJ Int.* 39 (1999) 833.
41. M. Lagerquist, R. Langenborg, *Scand. J. Metall.* 1 (1972) 81.

42. T.-D. Xu, S.-H. Song, Z.-X. Yuan, Z.-S. Yu, *J. Mater. Sci.* 25 (1990) 1739.
43. S.-H. Song, T.-D. Xu, Z.-X. Yuan, Z.-S. Yu, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 909.
44. T.-D. Xu, S.-H. Song, H.-Z. Shi, Z.-X. Yuan, W. Gust, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 3119.
45. X.L. He, Y.Y. Chu, J.J. Jonas, *Acta Metall.* 37 (1989) 147.
46. B. Cao, X.-W. Wang, H.-Y. Cui, X.L. He, *J. Univ. Sci. Technol. B9* (2002) 347.
47. Z.L. Zhang, Q.-Y. Lin, Z.-S. Yu, *Mater. Sci. Technol.* 16 (2000) 305.
48. M.P. Seah, *Acta Metall.* 28 (1980) 955.
49. S.-H. Song, R.G. Faulkener, P.E.J. Flewitt, *J. Mater. Sci.* 34 (1999) 5549.
50. C.T. Liu, C.L. White, J.A. Horton, *Acta Metall.* 33 (1985) 213.
51. T.B. Cameron, J.E. Morral, *Metall. Trans.* 17A (1986) 1481.
52. P.S. Khadkikar, K. Vedula, B.S. Shabel, *Metall. Trans.* 18A (1987) 425.
53. W. Roberts, in: G. Krauss (Ed.), *Deformation, Processing and Structure*, ASM, Metals Park, OH, 1982, p. 109.
54. F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, Oxford, 1995.
55. X.L. He, M. Djahazi, J.J. Jonas, J. Jackman, *Acta metall.* 39(10) (1991) 2295.
56. M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, L. Collins, in: T. Chandra (Ed.), *Recrystallization '90*, TMS-AIME, 1990, p. 681.
57. M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, in: I. Tamura (Ed.), *Proc. Int. Conf. on Phys. Metall. of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals*, Tokyo, Japan, Thermec-88 (1) 1988, p. 246.
58. M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, in: A.J. Deardo (Ed.), *Proceedings of the International Symposium on Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels*, Pittsburgh, Pennsylvania, TMS-AIME, Warrendale, PA, 1988, p. 69.
59. T. Sakai, Z. Xu, G.R. Zhang, *Tetsu-to-Hagané* 80 (1994) 557.
60. Z. Xu, G.R. Zhang, T. Sakai, *ISIJ Int.* 35(2) (1995) 210.
61. F. Escobar, J.M. Cabrera, J.M. Prado, *Mater. Sci. Technol.* 19(8) (2003) 1137-1147.
62. P.E. Busby, M.E. Warga, C. Wells, *J. Metall.* 5 (1954) 1463.
63. M. Djahazi, *Disertation Abstracts International (USA)* 53(1) (1992) 298.
64. T. Mavropoulos, J.J. Jonas, G.E. Ruddle, in: J.M. Gray *et al.* (Eds), *Proceedings of the International Conference on HSLA Steels 1985*, Beijing, China, TSM-ASM Metals Park, Ohio, 1986, p. 229.
65. M. Djahazi, J.J. Jonas, *Mater. Sci. Eng. A* 335 (2002) 49.
66. B.V. Petukhov, *Crystallography Reports* 52 (1) (2007) 112.
67. K. Okazaki, *J. Mater. Sci.* 31(4) (1996) 1087.
68. H.W. Luo, P. Zhao, Y. Zhang, Z.J. Dang, *Mater. Sci. Tech.* 17(7) (2001) 843.
69. E.M. Schulson, T.P. Weihs, D.V. Viens, I. Baker, *Acta Metall.* 33 (1985) 1587.
70. E.M. Schulson, I. Baker, H.J. Frost, *Metall. Trans. A* 18(11) (1987) 1995.
71. I. Baker, E.M. Schulson, *Philos. Mag.* 57(3) (1988) 379.
72. E.M. Schulson, T.P. Weihs, I. Baker, H.J. Frost, J.A. Horton, *Acta Metall.* 34(7) (1986) 1395.
73. E.M. Schulson, T.P. Weihs, I. Baker, H.J. Frost, J.A. Horton, *Scr. Metall.* 19(12) (1985) 1497.
74. K.T. Aust, J.H. Westbrook, *Lattice Defects in Quenched Metals*, Academic Press, New York, 1965, p. 771.
75. S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri, *Materials and Design* 23 (2002) 271.
76. S. Serajzadeh, A. Karimi Taheri, *Materials Letters* 56 (2002) 984.
77. G.R. Stewart, J.J. Jonas, F. Montheillet, *ISIJ Int.* 44(9) (2004) 1581.
78. E. Lopéz-Chipres, I. Mejía, C. Maldonado, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, *Mater. Sci. Eng. A* 460-461 (2007) 464.



UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN
NICOLAS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALURGICAS

2^{do} Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales

SIMULACIÓN DE COMPRESIÓN EN CALIENTE DE UN ACERO MICROALEADO AL BORO MEDIANTE EL METODO DEL ELEMENTO FINITO

E. López-Chipres¹, C. Maldonado¹, I. Mejía¹, A. Bedolla¹.

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

FORO DE INGENIERÍA E INVESTIGACIÓN EN MATERIALES. **VOL. 2** (2005), p 273-278

Editores: E.A. Aguilar, J. Lemus, E. Bedolla, C.A. León
Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH
Morelia, México

ISBN 970-9798-01-4

SIMULACIÓN DE COMPRESIÓN EN CALIENTE DE UN ACERO MICROALEADO AL BORO MEDIANTE EL METODO DEL ELEMENTO FINITO

E. López-Chipres¹, C. Maldonado¹, I. Mejía¹, A. Bedolla¹.

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas,
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo,
Edificio U, Ciudad Universitaria, 58066-Morelia Michoacán, México.
E-mail: chipresche@yahoo.com, cmzepeda@zeus.umich.mx, imejia@zeus.umich.mx.

Introducción.

A medida que surgen nuevos materiales con propiedades mejoradas, aumenta la necesidad del control de los procesos de deformación, especialmente en los materiales tradicionales como el acero, por lo que es imprescindible definir su comportamiento a la deformación¹. Los aceros microaleados son un grupo de aleaciones ferrosas de gran importancia comercial con pequeñas cantidades de uno ó más de los siguientes elementos: niobio, titanio, vanadio, boro ó zirconio, conocidos como elementos microaleantes. Los aceros microaleados en sus diferentes formas encuentran gran aplicación en la fabricación de puentes, edificios, barcos, tanques de almacenamiento, tuberías, estructuras marítimas y en la industria automotriz². En particular los aceros al boro tienen diferentes campos de aplicación ligados a la característica del boro que, añadido en pequeñas proporciones (estos aceros también son llamados "microaleados al boro"), permite aumentar sensiblemente la templabilidad de los aceros al carbono de baja aleación, manteniendo moderado el incremento de los costos de fabricación. El boro añadido en pequeñas proporciones (70-100 ppm) tiene la facultad de intensificar la templabilidad respecto del acero con la misma composición química pero sin boro³. Hoy en día, gracias a las modernas y potentes computadoras, programas de análisis numérico como el método del elemento finito⁴⁻⁶ y el desarrollo de la ciencia e ingeniería de los materiales, es virtualmente posible simular cualquier tipo de proceso de conformado, pudiéndose por lo tanto predecir y mejorar las propiedades mecánicas finales de la pieza. El objetivo del presente trabajo de investigación es estudiar el comportamiento durante la deformación en caliente, de un acero con 105 ppm de B, bajo estado de compresión uniaxial y velocidad de deformación verdadera.

Materiales y Procedimiento Experimental.

En el presente trabajo se utilizó un acero microaleado experimental, de bajo contenido de carbono con 105 ppm de boro, fabricado en las instalaciones del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas

de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, la composición química del acero en estudio se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero utilizado (% en peso).

C	Mn	Si	P	S	Al	V	B (ppm)	N(ppm)
0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	105	84

Para realizar los ensayos de compresión en caliente se maquinaron probetas cilíndricas con 7 mm de diámetro y 11 mm de longitud. Se utilizó un horno cilíndrico de radiación capaz de alcanzar 1200 °C, una máquina de ensayos universales electromecánica INSTRON 4507. Luego de austenizar las probetas a 1100 °C durante 15 minutos para homogenizar el tamaño de grano de partida, tal que esté no fuera una variable en el estudio, las probetas se enfriaron hasta la temperatura del ensayo de 950 °C, y se llevó a cabo compresión uniaxial a una velocidad de deformación verdadera de 0.01 y 0.1 s⁻¹. Para minimizar la fricción durante la compresión se empleó una suspensión de nitruro de boro como lubricante. Durante el ensayo y la austenización, el conjunto probeta-platos de compresión se protegió con un gas inerte. La curva de fluencia obtenida experimentalmente a 950 °C y $\dot{\epsilon} = 0.1\text{s}^{-1}$ fue posteriormente introducida a un programa de análisis por elementos finitos diseñado especialmente para la simulación de procesos de deformación plástica a altas temperaturas (DEFORM 3D) y que además permite introducir rutinas propias de usuario y, por lo tanto, una mejor simulación de los procesos de deformación plástica. En la simulación por elementos finitos, se estudió un cuarto de sección completa de la probeta cilíndrica, aprovechando las condiciones de simetría axial que permite el ensayo de compresión, mallándola con un total de 1819 elementos tridimensionales tipo triangular de 4 nodos con 512 nodos en total. Tanto cabezal como soporte inferior se consideraron en la simulación como objetos rígidos. Se realizó un análisis axisimétrico isotérmico y de plástico-rígido, para mantener constante la velocidad de deformación durante el ensayo y la simulación, la velocidad del cabezal superior fue forzada a seguir la siguiente ley⁷:

$$v = \dot{\epsilon} l_0 \exp(-\dot{\epsilon} t) \dots\dots\dots (1)$$

donde, l_0 es la longitud inicial de la probeta y t el tiempo, además se supuso que las herramientas de compresión y la probeta estaban a la misma temperatura y no se consideró conducción de calor entre ellas, ni radiación y convección con el ambiente.

Resultados y Discusión.

Respecto a los resultados, las curvas de fluencia mostraron el aspecto característico cuando se presenta recristalización dinámica⁸, tal como se ilustra en la Figura 1. Después de alcanzar un valor esfuerzo máximo, se observa un ablandamiento adicional, luego del cual el material alcanza un estado estable de fluencia. Este es el caso de la denominada recristalización dinámica de pico simple. Por otro lado, las curvas siguen el comportamiento esperado, es decir, al disminuir la velocidad de deformación se reduce la resistencia del acero en cuestión, así como la deformación asociada al esfuerzo máximo.

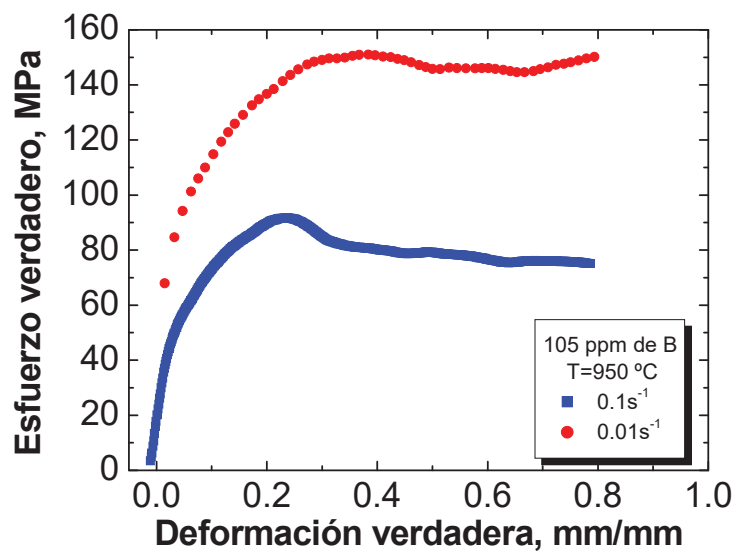


Figura. 1. Curvas de fluencia experimentales en función de la velocidad de deformación.

Por otro lado, mediante simulación por elemento finito se determinó la curva fuerza-desplazamiento (Figura 2). En dicha curva se observa que conforme disminuye la altura de la probeta se requiere de una carga mayor para que la deformación continúe. En la Figura 3 se presentan las curvas experimental y simulada como validación de la simulación del ensayo de compresión con elemento finito. En este caso se presenta un ajuste perfecto de la curva experimental respecto a la simulada.

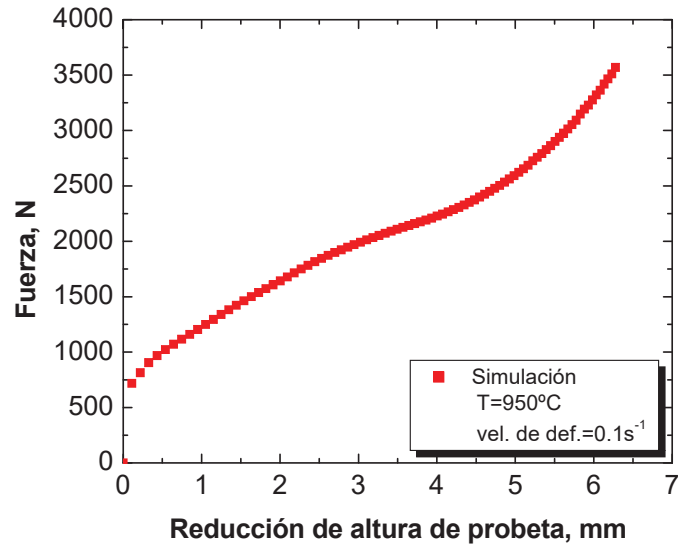


Figura.2. Curva simulada fuerza-desplazamiento de ensayo de compresión en caliente.

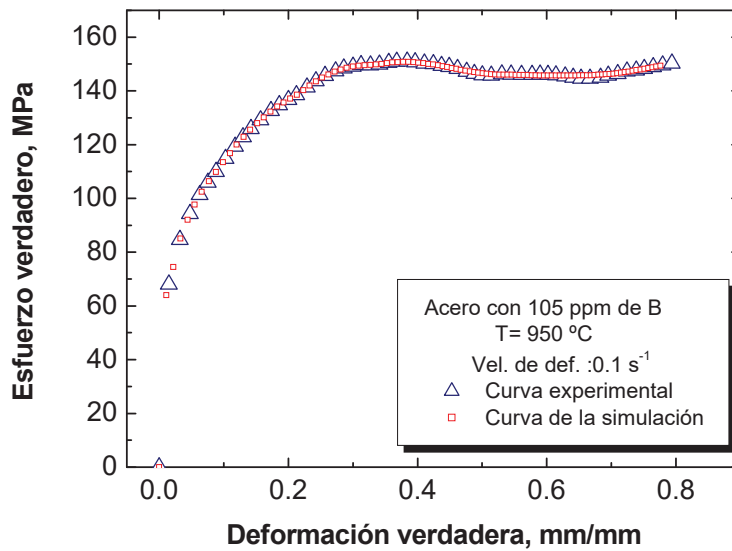


Figura 3. Curvas esfuerzo verdadero-deformación verdadera experimental y simulada del ensayo de compresión en caliente.

En la Figura 4, se presenta la distribución de los esfuerzos máximos principales en la probeta cilíndrica, los cuales tienden a concentrarse principalmente en la periferia. Finalmente, en la Figura 5, se presenta la distribución de las deformaciones máximas principales.

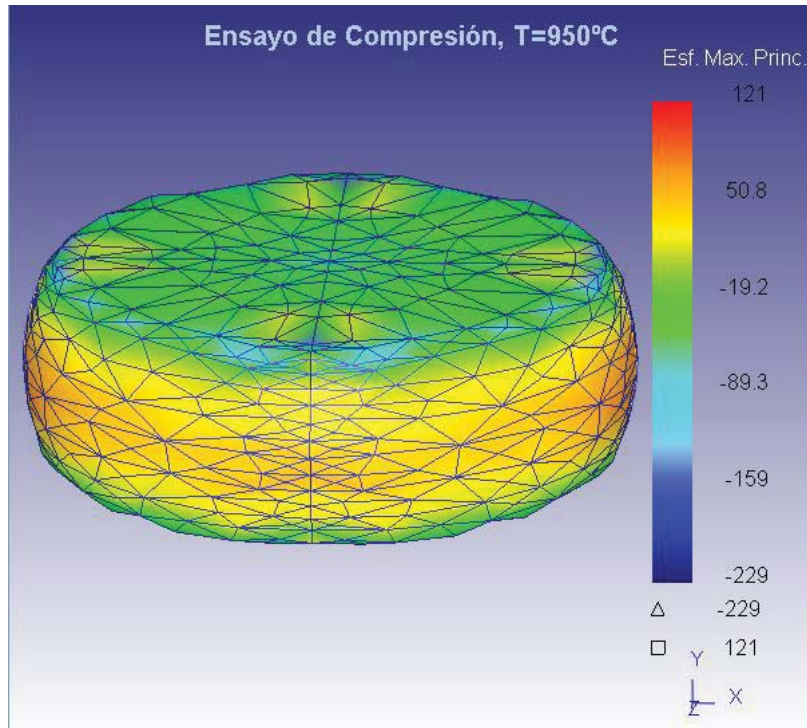


Figura. 4. Distribución de los esfuerzos máximos principales (simulación).

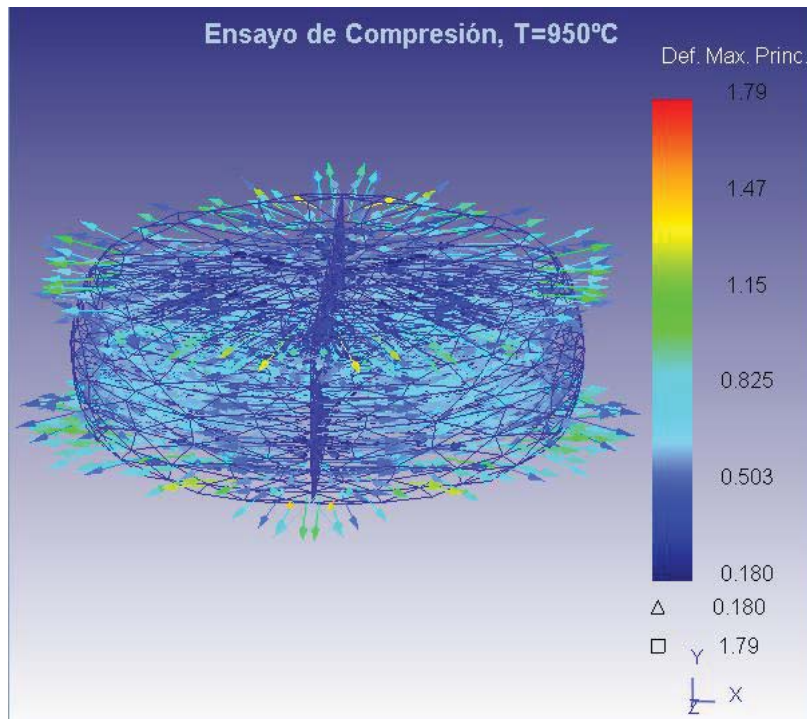


Figura. 5. Dirección y distribución de las deformaciones máximas principales (simulación).

Conclusiones.

1. Mediante la simulación de elemento finito, se logro estudiar el comportamiento durante la compresión en caliente del acero microaleado con 105 ppm de B, a temperatura de 950 °C y velocidad de deformación constante de 0.1 s^{-1} con una gran precisión.
2. El ajuste de la curva simulada respecto a la curva experimental es casi perfecto.
3. Para aplicaciones a nivel industrial del acero en cuestión, tales como procesos de laminación en caliente, forja y extrusión la simulación realizada por elemento finito, para las condiciones de temperatura y velocidad de deformación aplicadas, puede realizarse con bastante fiabilidad.

Referencias

1. J. M. Cabrera, A. Al Omar y J. M. Prado: Simulación de la fluencia en caliente de un acero microaleado con un contenido medio de carbono, Rev. Metal Madrid, 33(3), 1997, pp. 50-52.
2. ASM International Metals park Ohio: Properties and Selection, Vol. 1 Sección HSLA, Ed. McGraw-Hill, 1989, pp. 389-423.
3. D. H. Werner: Boron and Boron Containing Steels, 2nd revised and enlarged edition, Ed, Stahl Eisen, 1995, pp. 101-150.
4. C. Ch. Spyrakos: Linear and Nonlinear Finite Element Analysis, Algor, Inc. Publishing Division, January (1, 1997), pp. 100-160.
5. C. Ch. Spyrakos: Linear and Nonlinear Finite Element Analysis in Engineering Practice, Ed. Algor. Inc. Publishing Division. January (1, 1997), pp. 156-160.
6. O. C. Zienkiewicz: The Finite Element Method, 3rd, Ed, McGraw-Hill, 1986, pp. 356-359
7. G. E. Dieter: Mechanical Metallurgy. McGraw-Hill. Internacional Student 2nd Edition, 1982. pp. 296-297.
8. D. A. Porter and K. E. Easterling: Phase Transformation in Metals and Alloys, Ed. Van Nostrand Reinhold, 1998, pp. 150-118.



UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN
NICOLAS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS

3^{er} Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales

SIMULACIÓN DEL ENSAYO DE TRACCIÓN EN CAMPO AUSTENITICO DE UN ACERO MICROALEADO AL BORO MEDIANTE EL MÉTODO DEL ELEMENTO FINITO

E. López-Chipres ¹, I. Mejía ¹, J. M. Cabrera ^{2,3}, C. Maldonado ¹, A. Bedolla ¹

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas,
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo,
Edificio U, Ciudad Universitaria, 58066-Morelia Michoacán, México.
E-mail: chipresche@yahoo.com, imejia@zeus.umich.mx. jose.maria.cabrera@upc.edu,

² Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica,
ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya.

Av. Diagonal 647, 08028 – Barcelona, España.

³ Centro Tecnológico de Manresa.
Av. de las Bases de Manresa, 1, 08240 – Manresa, España.

FORO DE INGENIERÍA E INVESTIGACIÓN EN MATERIALES. VOL. 3 (2006) 220-225

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

® Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH

Morelia, México

ISBN 970-9798-02-2

SIMULACIÓN DEL ENSAYO DE TRACCIÓN EN CAMPO AUSTENITICO DE UN ACERO MICROALEADO AL BORO MEDIANTE EL MÉTODO DEL ELEMENTO FINITO

E. López-Chipres¹, I. Mejía¹, J. M. Cabrera^{2,3}, C. Maldonado¹, A. Bedolla¹

¹ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas,
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo,
Edificio U, Ciudad Universitaria, 58066-Morelia Michoacán, México.
E-mail: chipresche@yahoo.com, imejia@zeus.umich.mx, jose.maria.cabrera@upc.edu,

² Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica,
ETSEIB – Universitat Politècnica de Catalunya,
Av. Diagonal 647, 08028 – Barcelona, España.

³ Centro Tecnológico de Manresa.
Av. de las Bases de Manresa, 1, 08240 – Manresa, España.

Introducción

Hoy en día la etapa de conformado metálico no sólo sirve para producir la geometría deseada, sino también las propiedades mecánicas exigibles a la pieza en servicio. Desde este punto de vista, la utilización de la simulación mediante métodos de elementos finitos [1-3], permite diseñar con gran precisión todos los aspectos de un proceso de conformado por deformación plástica, siempre que se conozca detalladamente el comportamiento del material. Actualmente, es posible la modelización detallada de los diferentes procesos de conformado (deformación plástica, moldeo, soldadura, mecanización), lo cual permite la correcta definición y elección de máquinas, herramientas y secuencia del proceso, y también, lograr predecir el estado metalúrgico final (microestructural y, por lo tanto, mecánico) de la pieza así fabricada. El conformado en caliente industrial comprende operaciones de laminación, forja, extrusión, etc. Dependiendo del material y del proceso, se producen problemas de conformado por falta de ductilidad en caliente. Este problema afecta principalmente a materiales con una elevada cantidad de elementos de aleación y puede inducir pérdida de calidad y rechazos. La causa de esta pérdida de ductilidad puede tener más de un origen [4]: solución/precipitación de segundas fases, ausencia de recristalización dinámica, etc. Últimamente, el boro ha sido considerado como un posible elemento de aleación para mejorar la ductilidad de los aceros [4]. El efecto de la adición de boro en la ductilidad a altas temperaturas en los aceros no ha sido estudiado completamente, y no está claro si la adición de boro puede mejorar la ductilidad y en qué medida [4]. El objetivo del presente trabajo de investigación es simular y comparar el comportamiento mecánico en rango austenítico de un

acero microaleado al boro, sometido a un estado de tracción uniaxial a velocidad de deformación verdadera constante.

Experimentación

En el presente trabajo se utilizó un acero microaleado experimental de bajo contenido de carbono con 105 ppm de boro, fabricado en el laboratorio de fundición del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH, la composición química del acero se presenta en la *Tabla I*.

Tabla 1 Composición química del acero utilizado (% en peso).

C	Mn	Si	P	S	Al	V	B (ppm)	N (ppm)
0.039	1.466	0.297	0.0154	0.0189	0.0021	0.0040	105	84

El ensayo de tracción en caliente esta acorde con la norma ASTM E 21-92 [5], y se llevo a cabo utilizando el sistema de ensayos mecánicos para altas temperaturas del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Politécnica de Cataluña-España, el cual se integra de una máquina electromecánica Instron 4507 con una celda de carga de 100kN, y un software encargado de registrar los datos y permitir el control de los ensayos a velocidad de deformación constante.

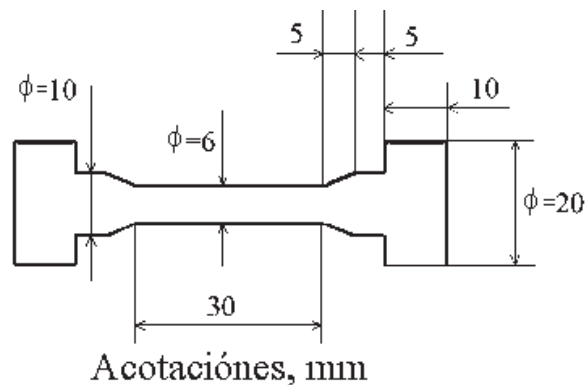


Fig. 1. Geometría de la probeta del ensayo de tracción a alta temperatura

La máquina de ensayos mecánicos esta equipada con un horno de calentamiento por radiación para elevar y mantener la temperatura de la probeta. La probeta utilizada fue maquinada a partir del material en condición de colada. La geometría y dimensiones se detallan en la *Fig. 1*, las cuales estuvieron acorde con la norma ASTM E 8-00M [6]. Para medir la temperatura se

mantuvo un termopar en contacto con la superficie de la probeta. Durante el ensayo la probeta fue sometida a un tratamiento de austenización a 1100 °C por 15 minutos para homogeneizar la microestructura, posteriormente, se enfrió hasta la temperatura de ensayo (1000 °C) y se mantuvo durante 5 minutos. Para el estudio fractográfico se usó microscopía electrónica de barrido, para lo cual la superficie de fractura fue limpiada en etanol mediante ultrasonidos, y examinada en un microscopio JEOL 6400, operando a un voltaje de aceleración de 15 kV. Para efectuar la simulación se utilizó una curva de fluencia del mismo material obtenida experimentalmente mediante un ensayo de compresión en caliente a 1000°C y $\dot{\varepsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$ (Ver, Fig. 2), la cual fue introducida a un programa comercial de análisis por elementos finitos, diseñado especialmente para la simulación de procesos de deformación plástica a altas temperaturas (DEFORM 3D[®]) que permite introducir rutinas propias de usuario y, por lo tanto, una mejor simulación de los procesos de deformación plástica (extrusión, laminación, forja, etc.). Se realizó un análisis axisimétrico isotérmico y de rígido-plástico. Tanto cabezal como soporte inferior se consideraron como objetos rígidos. Para mantener constante la velocidad de deformación durante la simulación, la velocidad del cabezal superior fue forzada a seguir la siguiente ley [7]:

$$v = \dot{\varepsilon} l_0 \exp(\dot{\varepsilon} t) \dots\dots\dots (1)$$

donde, l_0 es la longitud inicial de la probeta y t el tiempo. Además se supuso que las mordazas de tracción y la probeta estaban a la misma temperatura y no se consideró conducción de calor entre ellas, ni radiación y convección con el ambiente.

Resultados y Discusión

La Fig. 2, muestra la curva esfuerzo verdadero-deformación verdadera obtenida experimentalmente mediante el ensayo de tracción en caliente descrito en el apartado anterior. Este tipo de curva presenta un primer tramo de endurecimiento por deformación y, una vez alcanzado un máximo de esfuerzo, presentan ablandamiento, para luego alcanzar el estado estacionario, que en este caso no se observa porque de forma simultánea aparece el fenómeno de estricción o encuellamiento. Este comportamiento es típico de los aceros austeníticos [8]. De igual forma se puede apreciar que a la temperatura de análisis se presenta el fenómeno de la recristalización dinámica debido a las fluctuaciones en la curva. En este caso, la recristalización dinámica es la responsable de la caída que experimenta el esfuerzo antes de alcanzar el valor de

estado estable [8], y se asocia con una mejora de la ductilidad, ya que la formación de nuevos granos, además de relajar parte de la energía almacenada por deformación del material, genera nuevos límites de grano que dejan aisladas las grietas previamente formadas [9].

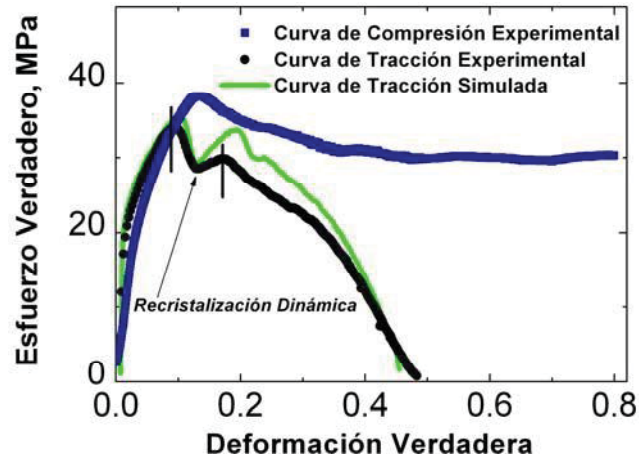


Fig. 2. Curvas esfuerzo verdadero – deformación verdadera experimental y simulada del ensayo de tracción en caliente

La Fig. 3, muestra el aspecto de la superficie de fractura presentada a la temperatura de ensayo, lo cual revela un modo de fractura dúctil, con una combinación de pequeñas y grandes cavidades, así como de cavernas muy profundas.

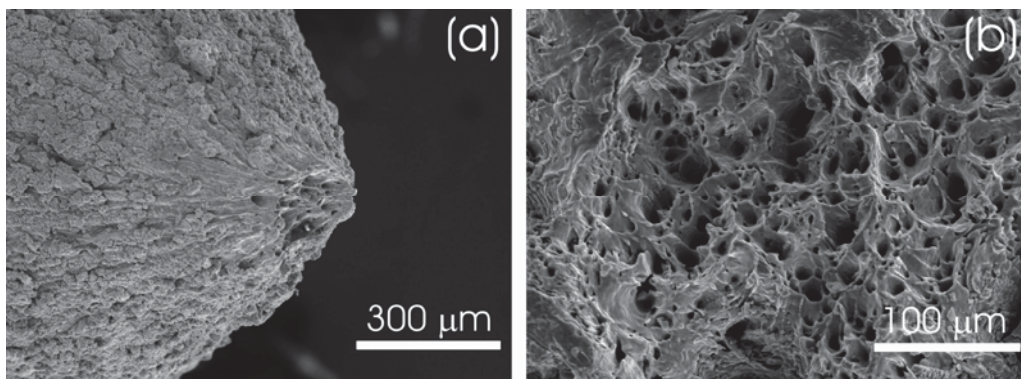


Fig. 3. Superficies de fractura a 1000 °C, acero con 105 ppm B

Los granos se pueden intuir y existe bastante deformación en la superficie, así como huecos que indican que la fractura se produjo por coalescencia en los límites de grano. La Fig. 4 muestra la distribución de los esfuerzos máximos principales generados en la probeta de tracción obtenidos mediante la simulación con el método del elemento finito, los cuales tienden a concentrarse principalmente en la parte la zona de estricción o cuello de la probeta.

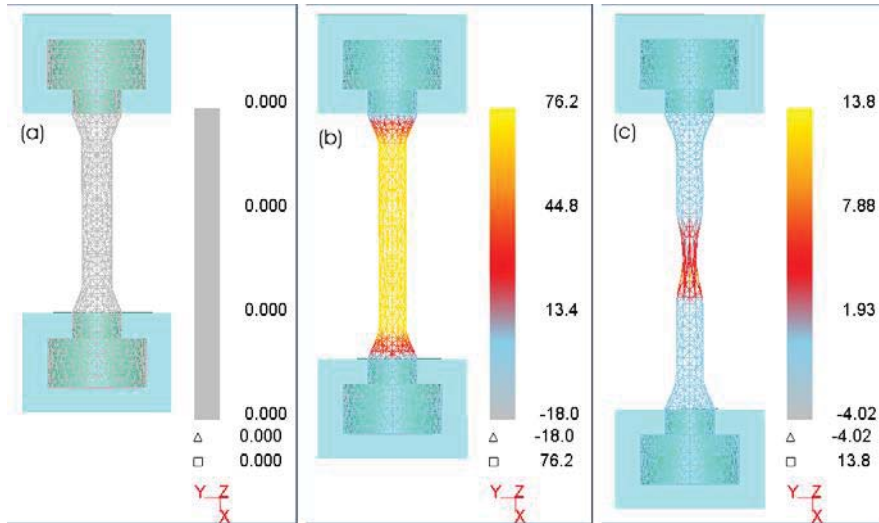


Fig. 4. Distribución de los esfuerzos máximos principales obtenidos mediante la simulación con el método del elemento finito (MPa); (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.2$, (c) $\varepsilon = 0.45$

Por otro lado, en la Fig. 5 se presenta la distribución y dirección de las deformaciones máximas principales. Comparando las Figs. 4 y 5 se observa que tanto la distribución de esfuerzos y de deformaciones se concentran principalmente en la zona de estricción de la probeta.

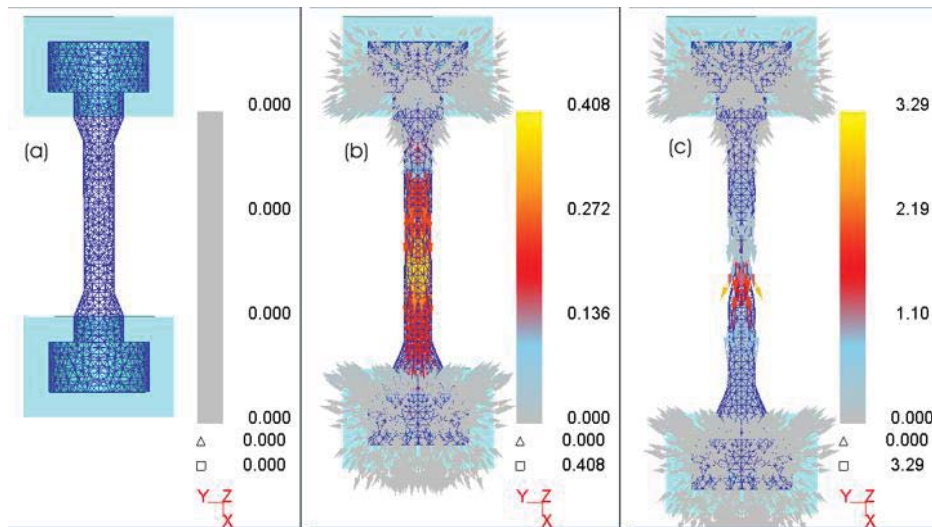


Fig. 5. Distribución y orientación de las deformaciones máximas principales obtenidas mediante la simulación con el método del elemento finito; (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.2$, (c) $\varepsilon = 0.45$

La aparición de la estricción en la simulación es un “artificio” matemático de la simulación, ya que al ser axisimétrica, con material homogéneo e isotópico, e isotérmico, no debe aparecer estricción. Como la discretización por elementos finitos no es perfectamente simétrica, hace que tarde o temprano eso genere una “inestabilidad” matemática igual a la inestabilidad “mecánica”,

que finalmente genere un fenómeno similar. Finalmente, retomando la *Fig. 2*, se presentan las curvas de tracción experimental y simulada, con la finalidad de validar la simulación del ensayo de tracción mediante el método del elemento finito. En este caso se presenta un ajuste razonable de la curva simulada respecto a la experimental. Es importante mencionar que la mayor divergencia entre la curva simulada con la experimental se presenta en la etapa donde ocurre la recristalización dinámica, lo cual tiene que ver con la falta de parámetros característicos de este fenómeno en la simulación y, por otro lado, el programa requiere valores de curvas a otras velocidades de deformación para interpolar con mayor eficacia y de esa manera mejorar la predicción. La importancia de los resultados aquí obtenidos, reside en que una vez corregidos estos podrían ser extrapolados a procesos industriales de conformado a altas temperaturas, donde la ductilidad en caliente tiene un papel importante, tales como colada continua, extrusión y forja.

Conclusiones

1. Mediante la simulación de elemento finito, fue posible predecir el comportamiento durante la tracción en caliente del acero microaleado con 105 ppm de B, a temperatura de 1000 °C y velocidad de deformación constante de 0.001 s^{-1} con buen ajuste respecto a la condición real.
2. A la temperatura de ensayo se presenta el fenómeno de recristalización dinámica, el cual tiene una contribución importante a la alta ductilidad mostrada por el acero estudiado. Por otro lado, el análisis de las superficies de fractura revela un modo de fractura dúctil.

Referencias

1. C. Ch. Spyrakos, Linear and Nonlinear Finite Element Analysis, Ed. Algor, Inc. Publishing Division, January (1, 1997), pp. 100-160.
2. C. Ch. Spyrakos: Linear and Nonlinear Finite Element Analysis in Engineering Practice, Ed. Algor. Inc. Publishing Division. January (1, 1997), pp. 156-160.
3. O. C. Zienkiewicz, The Finite Element Method, 3rd Ed., McGraw-Hill, 1986, pp. 356-359
4. F. Zarandi y S. Yue, ISIJ Int., 46, (2006), No.4, pp. 591-598
5. ASTM, Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 21-92.
6. ASTM, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, (2001), Vol. 3.01, Sec. 3, E 8-00M.
7. G. E. Dieter, Mechanical Metallurgy, Ed. McGraw-Hill, International Student 2nd Edition, 1982, pp. 296-297.
8. C. M. Sellars, Ironmaking and Steelmaking, 22, (1995), pp. 459-464.
9. R. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelly, H. J. McQueen, A. D. Rollet, Mater. Sci. and Eng. A, 238, (1997), pp. 219-274.